



ADHARA SMITH NOBREGA



Influência da adição de nanopartículas sobre a dureza, resistência à ruptura e deformação permanente de silicone facial submetido ao envelhecimento acelerado

Araçatuba – SP

2014

ADHARA SMITH NOBREGA

Influência da adição de nanopartículas sobre a dureza, resistência à ruptura e deformação permanente de silicone facial submetido ao envelhecimento acelerado

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia do Campus de Araçatuba – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”- UNESP, para obtenção do Título de MESTRADO EM ODONTOLOGIA (Área de concentração em Prótese Dentária).

Orientador: Prof. Adj. Marcelo Coelho Goiato

Araçatuba – SP

2014

Dados Curriculares

Adhara Smith Nobrega

Nascimento 11/11/1987 – São Paulo – SP/Brasil

Filiação Nilva Marisa Andrade Smith
Rogério Nobrega

2008/2011 Graduação em Odontologia
Faculdade de Odontologia de Araçatuba – Universidade
Estadual Paulista - Júlio de Mesquita Filho

2012/2014 Curso de especialização em Prótese Dentária na Faculdade
de Odontologia de Araçatuba – Universidade Estadual
Paulista - Júlio de Mesquita Filho

2012/2014 Obtenção dos créditos referentes ao Curso de Pós -
Graduação em Odontologia, área de Prótese Dentária, em
nível de Mestrado na Faculdade de Odontologia de
Araçatuba- UNESP.

Dedicatória

Dedicatória

Dedico essa dissertação à minha **família**, sem a qual eu nada seria...

Em especial aos meus amados avós, **Vô Plácido (Plácido Nobrega)** (*in memorian*), **Vô Mith (NittonSchimith)** (*in memorian*), **Vó Mirinha (Zulmira Andrade Schimith)** (*in memorian*) e **Vó Sonia (Sônia Pipino Nobrega)**. Graças aos valores passados por vocês, meus pais souberam a importância do estudo e por isso me apoiaram, com amor, carinho e muita dedicação, nessa árdua e longa caminhada. Além disso, vocês, sem exceção, foram, são e serão para sempre os melhores avós desse mundo. Sei que onde quer que vocês estejam, estão torcendo por mim. A saudade é eterna, mas o amor também... Amo vocês!

À minha mãe **Tuca (Nilva Marisa Andrade Smith)**, a principal responsável por eu ser quem eu sou. Por estar sempre, sempre, ao meu lado e me apoiando em todas as minhas decisões, por ser o meu apoio, a minha “certeza” de qualquer hora! O meu exemplo de força e coragem. Sem você eu nada seria. Amo você com o maior amor que existe.

Ao meu pai **Rogério (Rogerio Nobrega)**, a pessoa mais inteligente que eu conheço, meu exemplo de competência e determinação! O pai que troca fraldas, dá banho e ensina a escrever... Se hoje eu gosto de estudar foi porque um dia você me ensinou e eu quis ser inteligente como você! Te amo!

À minha cópia reduzida, minha irmã **Babay (Bárbara Teodoro Nobrega)**... Por quem, apesar da distância, tenho uma preocupação e um carinho imensuráveis, que tem o abraço mais gostoso do mundo. A minha admiração por você aumenta a cada dia! Tenho muito orgulho de ser sua irmã! Amo você!

Ao meu segundo pai, **Wil (Wilson Figueiredo)**, que mesmo sem ser meu pai sempre me tratou como filha! Exemplo do que é ser um “paizão”, de bom humor e de bondade! Obrigada por tudo, sempre! Você foi fundamental por diversas vezes nesses 13 anos de convivência... Te amo!

Aos meus tios que sempre se fizeram presentes, do amor e carinho até as broncas, influenciando as minhas escolhas, sempre fazendo parte da minha vida e da minha história... **Tio Hil (Newton Hilson Andrade Smith)** (*in memorian*), **Tia Lu (Lúcia Oki Smith)**, **Tia Nil (Nilza Maria Andrade Smith)**, **Tio Arno (Arno Witte)**, **Tia Có (Nilce Neide Andrade Smith)**, **Tio Flávio (Flávio Medeiros)**, **Tia Rê (Regina**

Nobrega Gomes de Araújo), Tio Mário(Mário Rubens Gomes de Araújo), Tia Gu (Regiane Nobrega França) e Tio Bibi (Luiz Augusto França), sem a colaboração de vocês, seja me ensinando matemática nos tempos de escola ou me proporcionando um lugar pra morar durante o cursinho, ou, ainda, simplesmente se preocupando comigo, eu não teria chegado até aqui! Amo vocês!

À minha prima, que é mais que uma irmã, **Nay (Nayara Nobrega de Araújo)**... Que desde pequena me aturava; eu, o pequeno “chiclete” e que virou a melhor amiga! Apesar de toda a distância obrigada por se fazer sempre presente na minha vida, principalmente nos momentos mais difíceis, sua palavra doce por muitas vezes foi meu único alento! Amo muito você!!

Aos meus primos **Bubu (André Luiz Nobrega França)**, pelo amor mais sincero que existe nesse mundo, **Raks (Rafael Nobrega de Araújo)**, pelo exemplo de garra e determinação, orgulho da nossa família, **Mari (Mariana Oki Smith)**, nossa médica, carinhosa e amorosa e **Carol (Carolina Oki Smith)**, a mais velha e mais “moleca”, exemplo de juventude eterna! Amo vocês!

À **Vilma Figueiredo e Eduardo de Souza**, por me dar um dos maiores motivos de felicidade nessa vida e a honra de ser a madrinha da fofa da **Duda (Eduarda de Souza Figueiredo)**. Dedico à vocês em troca da confiança em mim depositada.

Aos meus irmãos de consideração **Amandinha (Amanda de Menezes Figueiredo)** e **Digão (Rodrigo César de Menezes Figueiredo)**, por todos os momentos de carinho, brigas, amizades, risadas, fofocas que compartilhamos em todos esses anos.

Agradecimentos Especiais

Agradecimentos especiais

Nada seria possível nessa vida, se Ele não permitisse! Obrigada meu **Deus**, por Se mostrar presente em todos os momentos da minha vida, principalmente aqueles de maior desespero. As provações foram muitas, mas graças à Sua força, eu consegui! Cheguei até aqui! Pai amado, Sua luz guia meus passos pelos caminhos escuros e Sua benção cai sobre mim. A minha gratidão e o meu amor são imensuráveis...

Ao meu orientador, **Professor Adjunto Marcelo Coelho Goiato**, meu “pai acadêmico”. Não existem palavras para descrever a admiração e o respeito pelo senhor! Obrigada em primeiro lugar pela paciência e pela confiança, por ser esse exemplo de competência e excelência em clínica e pesquisa, e também exemplo de educação e humildade! Obrigada por todos os ensinamentos nesses cinco anos de convivência, sinto-me muito honrada por ser sua orientada!

À minha coorientadora extraoficial e amiga, **Professora Assistente Doutor Daniela Micheline dos Santos**. Só tenho a agradecer pelos seus ensinamentos e disposição. Alguém que eu muito admiro, não só como professora, mas como pessoa. A sua ascensão acadêmica é brilhante e a sua didática, maravilhosa. Aprendi muito com você na graduação e continuo aprendendo todos os dias! Espero que possa contar para sempre com a sua amizade e carinho! Você mora em meu coração...

Ao **Professor Dr. Mário Coelho Sinhoreti**, por ter me auxiliado já no início desse projeto de mestrado, se mostrando sempre disponível e paciente para as minhas dúvidas. Obrigada também pela sua presença como banca examinadora nessa defesa, seu conhecimento e opinião em muito auxiliará no enriquecimento do nosso trabalho.

À **banca examinadora**, pela presença, pela oportunidade de dividir meu trabalho com vocês, de receber suas sugestões, opiniões, correções e considerações. Muito obrigada.

À minha amiga- irmã, **Guidera (AgdaMaroboAndreotti)**. São seis anos de amizade, cumplicidade, companheirismo, brigas, risadas, choros, estudos, dedicação, festas... Obrigada por toda a força que você me proporcionou nesses anos de graduação e pós-graduação, com certeza as dificuldades enfrentadas se tornaram mais fáceis porque você estava ao meu lado, seja me apoiando ou me criticando, mas sempre desejando o meu melhor. É fato que é pra sempre! Amo você!

À minha querida **Carol (Caroline Cantieri de Mello)**, a minha primeira amizade ao chegar em Araçatuba, e uma das minhas melhores amigas nesses últimos dois anos. Obrigada pelos conselhos, companheirismo e preocupações compartilhadas. Você foi essencial nesses últimos tempos para me dar a força necessária e para não desistir. Espero poder contar pra sempre com você, assim como você sempre poderá contar comigo! Amo você!

À minha amada **Laurete (Laura Molinar Franco)**, eterna vizinha de quarto, que desde meu primeiro ano compartilha as gargalhadas mais gostosas e escandalosas comigo. A semelhança não é só física, a ponto de acharem que somos irmãs, mas também de espírito! Com certeza o seu bom humor e apoio incondicional me ajudaram a sorrir em momentos em que achei que isso não era possível. Obrigada por todos os momentos de amizade! Amo você.

À minha futura “doutora” **Fer (Fernanda Maia de Araújo)** que apesar de toda a distância sempre fez questão de se fazer presente, que apesar de ser a mais novinha das minhas amigas é a mais madura e que melhor enxerga as situações “sem saída”, que apesar de ser linda por fora é ainda mais linda por dentro. A sua amizade pra mim é um presente! Te amo! Muito obrigada por tudo...

Ao legal mais chato que eu conheço, **Andrezinho (André Luis da Silva Fabris)**. Apesar de todas as discussões é muito bom poder contar sempre com você e saber que você confia, pelo menos um pouquinho, em mim! Você é o meu incentivo, o meu ombro amigo, o meu “carma bom”! Aprendo muito e cada vez mais com você, na odontologia e na vida... Leve pra sempre a minha gratidão e o meu carinho! Te “adho”...

Agradecimentos

Agradecimentos

À **Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP**, na pessoa da diretora **Professora Adjunta Ana Maria Pires Soubhia** pela oportunidade de realização dos cursos de Graduação e Mestrado, pelos seus funcionários e corpo docente.

À Coordenadora do **Programa de Pós-Graduação em Odontologia**, da Faculdade de Odontologia de Araçatuba, da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” **Profa. Adj. Maria José Hitomi Nagata**, pela competência e afinho na condução da nossa pós-graduação, fazendo com que nosso programa se torne a cada dia melhor. Estendo os meus sinceros agradecimentos ao vice-coordenador, o **Prof. Adj. Celso Koogi Sonoda**, bem como às funcionárias **Valéria de Queiroz M. Zagatto**, **Cristiane Regina Lui Matos** e **Lilian Sayuri Mada** pela disposição e boa vontade em nos ajudar ao longo desses 2 anos.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (CAPES)**, pela concessão da Bolsa de Mestrado durante os primeiros meses do curso. Meus sinceros agradecimentos.

À **Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP)**, pela concessão da Bolsa de Mestrado (Processo 2012/05270-3), pela confiança neste projeto, que me permitiu investir ainda mais na minha carreira profissional.

Aos professores do **Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese**, por sempre se mostrarem prestativos e com vontade de ensinar, **Prof. Ass. Dra. Aimee Maria Guiotti**, **Prof. Ass. Dra. Débora de Barros Barbosa**, **Prof. Adj. Eduardo Passos Rocha**, **Prof. Ass. Dr. Felippo Ramos Verri**, **Prof. Ass. Dra. Karina Helga Turcio de Carvalho**, **Prof. Adj. Maria Cristina Rosifini Alves Rezende**, **Prof. Adj. Paulo Henrique dos Santos**, **Prof. Ass. Dr. Stefan Fiuza de Carvalho Dekon** e **Prof. Adj. Wirley Gonçalves Assunção**. Meu agradecimento em especial aos professores com quem eu tive mais contato nesses seis anos de FOA, seja na vida clínica de graduação e/ou especialização, seja na vida acadêmica **Prof. Ass. Dra. Adriana Cristina Zavanelli**, **Prof. Adj. Eduardo Piza Pellizzer**, **Prof. Tit. Humberto Gennari Filho**, **Prof. Ass. Dr. José Vitor Quinelli Mazaro**, **Prof. Ass. Dr. Paulo Renato Junqueira Zuime** **Prof. Ass. Dr. Renato Salviato Fajardo**. Agradeço também pela acolhida e pelos funcionários do departamento (**Magda**, **Carlão**, **Eduardinho**,

Jander, Ana Marcelina e Dalete, e ao **Marquinho** da ADFOA), pela hospitalidade, e oportunidade de fazer parte dessa equipe.

À minha **Turma 54**, por todos os momentos compartilhados na graduação, pelo exemplo de união e determinação, pelas grandes amizades que com vocês nasceram e até hoje permanecem. “A melhor sala é nossa”... E pra sempre será!

Às minhas amigas de infância, de adolescência, de agora e de sempre, “**Tetas**” – **Amandita (Amanda Pelissari Queiroz)**, **Mazinha (Marcella Wegher de Souza)**, **Jé (Jéssica Puga de Moraes)**, **Fer (Fernanda Maia de Araújo)**, **Clarows (Clariana Pelissari da Silva)**, **Iza (Izadora Paganotti Antonucci)**, **Mari (Mariana de Menezes Linares)**, **Carioca (Elaine Mattos Senna)** e **Li (Lívia Bochi)**, por todo companheirismo apesar da distância, por compartilhar das melhores lembranças da minha vida! Amizade literalmente tatuada na pele! “Nó aperta, laço enfeita! Simples assim...”. Amo vocês meus **Lacinhos**.

Às minhas amadas “**Arroz**” – **Guidera (Agda Marobo Andreotti)**, **Fura (Ana Clara Souza)**, **Rulina (Ana Carolina Yukie Miyagui Stefani)**, **Marcelinha (Marcella Reis Novak)**, **Má (Mayara Ribeiro Reche de Souza)** e **Duda (Milena Nascimento)**, por todos os momentos, tristes e felizes, de graduação. Vocês foram as melhores amigas, seja de festa, seja de estudo, seja simplesmente de parceria... O melhor é saber que a amizade foi verdadeira e que mesmo após dois anos de distância, ela continua firme e forte!! E que continuará assim pra sempre!! Amo vocês!!

Aos amigos mais legais, loucos, engraçados, responsáveis pelos momentos mais simples e de pura diversão que eu tive na graduação, e também pela amizade e carinho sinceros existentes até hoje... **Henrique (Henrique Celestino Lima e Silva)**, **Lê (Leandro Castro Alves)**, **Murlão (Murilo Henrique Cruz)**, **Friguete (Rafael Miceno Frigo)** e **Bomba (Tárcio Hiroshi Ishimine Skiba)**.

Às queridas amigas **Amália (Amália Moreno)** e **Mazinha (Marcela Filié Haddad)** que desde os tempos de iniciação científica tiveram a paciência de ensinar os primeiros passos da vida acadêmica. Com certeza essa etapa da minha vida não existiria sem a força e o apoio de vocês! Obrigada pelos momentos de ajuda, carinho e amizade! Adoro vocês!

Às minhas mais novas amigas de Araçatuba, **Anita (Ana Laura Esteves)** – companheira das alturas, **Emily (Emily Vivianne Freitas da Silva)** – baianinha mais querida, **Lili (Liliane da Rocha Bonatto)** – linda por dentro e por fora, e a descoberta de uma grande amiga, apesar de pequena em altura, na já conhecida **Mari (Mariana**

Vilela Sônego), é muito bom poder contar com vocês cada dia mais! Vocês estiveram ao meu lado nos momentos em que eu menos esperava o que foi uma agradável surpresa! Obrigada pela amizade e carinho sinceros! Adoro!!

Aos amigos **Jojo (Joel FerreriaSantiago Júnior)** e **Daniboy (Daniel Augusto de Faria Almeida)**, por todo companheirismo, atenção e carinho a mim dedicados. Vocês foram fundamentais para que eu pudesse ser qualificada para a defesa desse título de mestre. Obrigada também pelos ensinamentos, conselhos e apoio, e também pelas risadas e momentos de descontração.

Agradeço ao **Lucas (Lucas Vieira)** pela recente amizade e por ter colocado em prática a minha ideia para a capa dessa dissertação.

Agradeço também aos meus amigos de departamento **Aldi (Aldiéris Alves Pesqueira)**, **Aline (Aline Takamyia)**, **Aljo (Aljomar José Vecchiato Filho)**, **Andressa (Andressa Pascoal Amoroso)**, **Carol (Ana Carolina Hypólito)**, **Ceci (Cecília Alves Souza)**, **Denis (Denis Watanabe)**, **Douglas (Douglas Monteiro)**, **Fernando (Fernando Isquierdo de Souza)**, **Gui (Guilherme SarauzaArsufi)**, **Henrique (Henrique Rinaldi Matheus)**, **Léozinho (Leonardo Perez Faverani)**, **Léo (Leonardo Piza)**, **Léo (Leonardo Torcato)**, **Má (Marcela Borgihi)**, **Má (Mayara Barbosa Ferreira)**, **Biguá (Murilo César Junior)**, **Nádia (Nádia Biagi Cândido)**, **Régis (Régis Melo)**, **Digo (Rodrigo Antônio de Medeiros)**, **Monstra (Rosse-Mary Falcón Antenucci)**, **Vala (Valentim Adelino Ricardo Barão)** e **Vitox (Victor Eduardo S. Batista)**, da pós-graduação **André (André Godas)**, **Gica (Giovanna Francisconi)**, **Lucas (Lucas Silveira)**, **Rafa (Rafael Simões Gonçalves)**, **Sassa (Sabrina Ferreira)** e **Tatá (Thaís Suzuki)**, da especialização **Flavinha (Ana Flávia Signorelli)**, **Carol (Caroline Cantieri de Mello)**, **Toc (Carolinne Machado Marinho)**, **Fábio (Fábio Martins Salomão)**, **Gabriel (Gabriel Godoy Sripes)**, **Kátia (Kátia Ajimura)**, **Lidi (Lidiane Assunção)**, **Marcelo (Marcelo Pivetta)**, **Pri (Priscilla Fonseca)**, **Rafa (Rafael Furlan)** e **Friguete (Rafael MicenoFrigio)** e da vida **Ane (Ariane Fernandez)**, **Camis (Camila Vieira Vianna)**, **Chatis (Carolayne Cunhe)**, **Carô (Caroline Justi)**, **Dj (Djeferson Henrique Andrade)**, **Gaby (Gabriela Baesteiro Baldessim)**, **Ge (George Geraldi Marinho Pereira)**, **Igor (Igor Yuri Konichi Jelaleti)**, **Bolha (Isabela Salvador Borges)**, **Lê (Leandro Rahal Mestrener)**, **Má (Maíra Fernanda Bardi Pedro Ranieri)**, **Manu (Manuela Páscoa)**, **Nath (Natália Campos Borges)**, **Nardo (Rodrigo Nardo)**, **Hash (Priscila Vedoatto)**, **Taty (Tatiane Tamiko Ida)**, **Gorda (Thaís Natália Todesco)** e **Ya (Yara Matsu)**. Sem

vocês a estrada até aqui teria sido ainda mais longa e difícil, obrigada a todos, que em algum momento estiveram ao meu lado e que, talvez, eu não tenha podido agradecer apropriadamente. Com vocês pude compartilhar sorrisos, choros, preocupações, ansiedades, conhecimentos ou simples companhia! É preciso saber reconhecer, nada nessa vida conseguimos realizar sozinhos.

À **UniTeno/ABO** pela oportunidade de iniciar a vida acadêmica ministrando aulas para o curso de Técnico em Prótese Dentária. Aos meus primeiros alunos, da **turma TPD-E**, foi muito bom compartilhar esses momentos com vocês. Por vezes me sentia desestimulada e sem vontade, mas ao iniciar a aula e o retorno positivo de vocês essa sensação passava. Vocês me fizeram perceber e acreditar que eu estou no caminho certo. Obrigada pela oportunidade e pela credibilidade em mim depositadas!

Epígrafe

“Por que desanimar e deixar de receber os grandes benefícios do futuro?

*Lute como os alpinistas que enfrentam grandes dificuldades e colocam a
bandeira no topo do monte.*

*Seja como quem se arranca da margem do riacho e, por uma corda - que é o
seu próprio ânimo - sobe no penedo, beirando as pedras - que são os
problemas - e chega ao alto, onde respira a paz, cumprindo seu objetivo.*

Ao subir, você prova em si mesmo que possui força para vencer os obstáculos,

Avance. Cada esforço seu é uma vitória.”

Lourival Lopes

Resumo

Nobrega AS. **Influência da adição de nanopartículas sobre a dureza, resistência à ruptura e deformação permanente de silicone facial submetido ao envelhecimento acelerado** [dissertação]. Araçatuba: Faculdade de Odontologia da Universidade Estadual Paulista; 2014

Resumo

Apesar de satisfatórias, as próteses maxilofaciais apresentam limitações quanto à estética, conforto e durabilidade. Por isso estudos com o objetivo de melhorar as propriedades desses materiais são incessantes. É comprovada a eficiência da adição de nanopartículas na proteção de silicões, evitando a degradação da sua cor, no entanto a literatura é escassa quando se refere a outras alterações das propriedades físicas causadas no silicone facial. Assim, o objetivo deste estudo é avaliar a influência da adição de nanopartículas na ruptura, deformação permanente e dureza do Silicone Facial Silastic MDX4-4210. Foram confeccionadas 560 amostras em silicone facial, sendo 280 dessas amostras para o teste de ruptura, 140 para o teste de dureza e 140 para o teste de deformação permanente. As nanopartículas adicionadas na confecção das amostras de silicone foram: óxido de zinco (ZnO); sulfato de bário (BaSO₄) e dióxido de titânio (TiO₂). Para cada teste (exceção do teste de ruptura, no qual a quantidade de amostras será confeccionada em duplicata), 40 amostras de silicone serão confeccionadas com adição de cada um dos tipos de nanopartículas, totalizando 120 amostras; 10 amostras de silicone com tinta a óleo, sem nanopartículas, e 10 amostras somente de silicone. Para cada tipo de nanopartícula adicionada ao silicone facial, 20 amostras foram confeccionadas na concentração de 1% e 20 na concentração de 2%. Para cada concentração de nanopartículas, metade (10 amostras) foi com adição de tinta a óleo e a outra metade sem tinta a óleo. As amostras foram submetidas aos ensaios de dureza, resistência à ruptura e deformação permanente, e 1008 horas de envelhecimento acelerado. Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística, utilizando-se os testes de nested ANOVA e teste de Tukey. Pode-se verificar, por meio dos resultados, que a presença de nanopartículas influenciou nos valores de dureza, resistência à ruptura e deformação permanente dos grupos avaliados. Concluímos que todas as nanopartículas avaliadas influenciaram nos valores de dureza, resistência à ruptura e deformação permanente, porém os grupos com adição de nanopartículas de TiO₂ apresentaram valores de dureza diferentes do intervalo clinicamente aceitável. O envelhecimento acelerado influenciou todas as propriedades avaliadas, independentemente da adição de nanopartículas ou tinta a óleo.

PALAVRAS-CHAVE: Prótese Maxilofacial. Elastômeros de Silicone. Nanopartículas. Dureza. Resistência ao Cisalhamento. Modulo de elasticidade.

AbstraCt

Nobrega AS. **Influence of nanoparticle addition on the hardness, tear strength and permanent deformation of facial silicone subjected to accelerated aging** [dissertation]. Aracatuba: UNESP - Sao Paulo State University; 2014

Abstract

Although satisfactory, the maxillofacial prostheses present aesthetics, comfort and durability limitations. Therefore, studies with the purpose to obtain better properties of these materials are unceasing. The efficiency of adding nanoparticles to silicon protection is well proven in preventing its color degradation, however the literature is scarce when it comes to other physical property changes with infacial silicon. The aim of this study is to evaluate the influence of nanoparticles addition to hardness, rupture resistance and permanent deformation of Facial Silicone Silastic MDX4-4210. 560 samples of facial silicone were made, 280 for rupture resistance test, 140 for hardness test and 140 for permanent deformation test. Nanoparticles added in the preparation of silicone samples were zinc oxide (ZnO), barium sulfate (BaSO₄) and titanium dioxide (TiO₂). For each test (except the rupture test, in which the samples are duplicated), 40 samples will be made of silicon added to each type of nanoparticles, totaling 120 samples, 10 samples of silicone with oil paint without nanoparticles, and 10 samples only of silicone (control group). For each type of nanoparticle added to the facial silicone, 20 samples were prepared at a concentration of 1% and 20 at a concentration of 2%. For every concentration of nanoparticles, half (10 samples) were added oil paint and the other half without oil paint. Samples were submitted to testing hardness, rupture resistance and permanent deformation, and 1008 hours of accelerated aging. The data were subjected to statistical analysis using nested ANOVA and Tukey tests. It can be verified through the results that the presence of nanoparticles influenced the hardness, tear strength and permanent deformation of the assessed groups. We conclude that all evaluated nanoparticles influenced the hardness, tear strength and permanent deformation, however the groups with addition of TiO₂ nanoparticles exhibited different hardness values of the clinically acceptable range. Accelerated aging influenced all evaluated properties, regardless of the addition of nanoparticles or oil paint

KEY-WORDS: Maxillofacial Prosthesis. Silicone Elastomers. Nanoparticles.. Hardness. Shear strength. Elastic Modulus.

Listas e Sumário

Lista de Figuras

Figuras	pág.
Figura 1. Distribuição das amostras de acordo com as diferentes nanopartículas e concentrações para os testes de dureza e deformação permanente.	34
Figura 2. Distribuição das amostras de acordo com as diferentes nanopartículas e concentrações para o teste de resistência à ruptura (amostras confeccionadas em duplicata).	34

Lista de Figuras

- Anexo-

Figuras	pág.
Figura 1: Silicone facial Silastic MDX 4-4210 (Dow Corning Corporation, Medical Products, Midland, MI, Estados Unidos da América).	64
Figura 2: Tinta a óleo (Acrilex, São Bernardo do Campo, SP, Brasil) cor Marrom Van Dick utilizada para pigmentação das amostras.	64
Figura 3: Nanopartículas de ZnO, BaSO ₄ e TiO ₂ (Apothicário, Araçatuba, São Paulo, Brasil) utilizadas como opacificadores.	64
Figura 4: Matriz metálica utilizada na confecção das amostras a serem submetidas ao teste de dureza.	65
Figura 5: Matriz metálica utilizada na confecção das amostras a serem submetidas ao teste de resistência à ruptura.	65
Figura 6: Matriz metálica utilizada na confecção das amostras a serem submetidas ao teste de deformação permanente.	65
Figura 7: Placa de vidro e espátula no. 36 utilizadas para manipulação do silicone, nanopartículas e tinta a óleo.	66
Figura 8: Balança analítica digital (BEL Equipamentos Analíticos Ltda., Piracicaba, SP, Brasil)utilizada na pesagem dos materiais.	66
Figura 9: Aparelhos utilizados para a realização dos testes de dureza e deformação permanente: a) DurômetroModelo GDS 709 (Teclock, Osaka, Japão) utilizado para o teste de dureza. b) Aparelho com marcador analógico graduado em 0,01 mm para a realização do teste de deformação permanente.	67
Figura 10: Máquina de Ensaio Universal (EMIC, EMIC DL 3000, São José dos Pinhais,	

PR, Brasil), utilizada na realização do teste de resistência à ruptura	67
Figura 11: Câmara de envelhecimento acelerado para não-metálicos (EquilamDiadema, SP, Brasil), utilizada para o ensaio de envelhecimento das amostras.	68
Figura 12: Pesagem dos materiais em balança analítica digital: a) Silicone, b) Tinta a óleo e c) Nanopartícula.	68
Figura 13: Manipulação e pigmentação do silicone: a) Incorporação de nanopartículas ao silicone sobre placa de vidro, b) Silicone sendo inserido no interior da matriz metálica e c) regularização da superfície das amostras com auxílio de espátula metálica.	68
Figura 14: Amostras de silicone do grupo de Zno a 1% finalizadas.	69
Figura 15: Realização do teste de dureza.	69
Figura 16: Preparação das amostras para facilitar a propagação da força exercida nas amostras durante o teste de resistência à ruptura: a) Demarcações em amostra distando 50 mm, 25 mm e 15 mm da extremidade e b) Demarcação dos três pontos com auxílio de bisturi.	69
Figura 17: Realização do teste de resistência à ruptura.	70
Figura 18: Realização do teste de deformação permanente: a) Posicionamento da amostra, b) aplicação de carga e c) detalhe do relógio graduado em 0,01 mm.	70

Lista de Tabelas

Tabelas	pág.
Tabela 1. Resultados de ANOVA dois fatores para deformação permanente	39
Tabela 2. Valores médios e (desvio padrão) de deformação permanente.	40
Tabela 3. Valores médios de deformação permanente (desvio padrão) para nanopartícula independente da concentração utilizada.	41
Tabela 4. Resultados de ANOVA nested três fatores para dureza (Shore A).	42
Tabela 5. Valores médios e (desvio padrão) de dureza Shore A.	43
Tabela 6. Resultados de ANOVA nested três fatores para resistência à Ruptura.	44
Tabela 7. Valores médios e (desvio padrão) de resistência à Ruptura.	45
Tabela 8. Valores médios de resistência à Ruptura (desvio padrão) para nanopartícula e período analisado, independente da concentração.	46

Lista de Abreviaturas e Siglas

pág. = Página

% = Porcento

ZnO = Óxido de Zinco

TiO₂ = Dióxido de Titânio

BaSO₄ = Sulfato de Bário

et al. = E colaboradores

Ltda. = Limitada

nº = Número

mm = Milímetro

min = Minuto

° C = Graus Celsius

SP = São Paulo

UV = ultravioleta

DP = Desvio Padrão

kgf = Quilograma força

Sumário

1. Introdução	27
2. Proposição	30
3. Materiais e Métodos	32
4. Resultados.	38
5. Discussão	48
6. Conclusão	52
7. Referências	54
ANEXOS	59

Introdução

1. Introdução

De forma não invasiva e sem riscos, as próteses bucomaxilofaciais, além de protegerem as áreas que contêm tecidos expostos e cruentos, representam, de forma bastante satisfatória, alternativa para recuperação da estética e, principalmente, da autoestima do usuário, permitindo a reintegração do indivíduo na sociedade e resultando em melhora na sua qualidade de vida [1, 2].

Dentre os materiais existentes para a confecção de próteses bucomaxilofaciais, o mais utilizado é o silicone [3-5], por apresentar boa flexibilidade, proporcionando bem-estar e conforto ao paciente, e possuir propriedades físicas importantes como textura semelhante à da pele humana, ser estável quando exposto ao calor e inerte quimicamente, repelindo água, sangue e materiais orgânicos, de forma a não permitir a colonização bacteriana. Além de ser resistente à ação da higienização, e por isso, o que mais se aproxima do ideal [1, 6, 7].

No entanto, existem algumas limitações no que se refere à durabilidade do silicone, visto que ocorre deterioração muito rápida deste material, que pode apresentar textura alterada, desadaptação das margens com alteração da forma, diminuição da resistência ao rasgamento e descoloração do material em apenas três meses de uso. Essas alterações estão diretamente associadas aos cuidados do paciente durante o manuseio e higienização e ao tipo de exposição que a prótese sofre (poluição do ar, raios ultravioleta, variações de temperatura) [7-10].

Diferentes pigmentações têm sido testadas de forma a combater a descoloração intrínseca e extrínseca do material, sendo um deles a adição de nanopartículas consideradas opacificadores, tais como óxido de zinco, sulfato de bário e dióxido de titânio. Por possuírem um alto índice de refração, são utilizadas na confecção de protetores solares para proteção contra raios ultravioleta (UV) [11, 12]. Como as nanopartículas são menores do que o comprimento de onda da luz UV, seus elétrons vibram quando atingidos por essa radiação, uma parte da luz é dissipada e uma parte absorvida. Então, quanto menor a nanopartícula, melhor será a blindagem contra raios solares [13].

Muitos estudos já comprovaram a eficiência de nanopartículas na proteção de silicones, evitando a degradação da sua cor, já que bloqueiam a luz ultravioleta, e,

consequentemente, aumentam o tempo de vida útil do silicone [4, 5, 13-17]. Porém, para um bom tempo de vida útil do material, devem-se avaliar também outras importantes propriedades. A dureza do silicone determina sua flexibilidade e dessa forma é responsável para que a prótese mimetize da forma mais fiel possível a textura da pele promovendo maior conforto ao paciente [8, 18, 19]. A resistência ao rasgamento deve ser adequada de forma a permitir que mesmo sendo muito fina, a borda da prótese tenha boa adaptação marginal [9] e resistência durante sua remoção [20]. A capacidade de recuperação elástica, avaliada por meio do teste de deformação permanente, garante boa adaptação da prótese, sem que o material tenha sua forma alterada quando submetido a diferentes tipos de forças durante o seu manuseio diário [21, 22].

A literatura é escassa em relação a estudos referentes às alterações destas propriedades físicas quando nanopartículas são adicionadas ao silicone facial. Por isso, a execução deste trabalho se justifica pela necessidade de avaliar se a presença de nanopartículas interfere nas propriedades físicas de dureza, resistência à ruptura e deformação permanente dos silicones faciais.

Proposição

1. Proposição

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência da adição de diferentes nanopartículas nas propriedades físicas (dureza, resistência à ruptura e deformação permanente) do silicone facial MDX4-4210 sob a influência do envelhecimento acelerado.

Este estudo apresenta como hipótese nula que a adição de nanopartículas e o envelhecimento acelerado não irão influenciar as propriedades de dureza, resistência à ruptura e deformação permanente do silicone estudado.

Materiais e Métodos

2. Materiais e Métodos

Para a confecção das amostras, selecionou-se o silicone facial Silastic MDX4-4210 e três tipos de nanopartículas (óxido de zinco; sulfato de bário e dióxido de titânio) e tinta a óleo na cor marrom (Quadro 1).

Quadro 1 – Materiais utilizados para a confecção das amostras

Marca Comercial	Fabricante
Silicone Silastic MDX4-4210	Dow Corning Corporation Medical Products, Midland, MI, EUA
Óxido de zinco	Apothicário, Araçatuba, SP, Brasil
Sulfato de Bário	Apothicário, Araçatuba, SP, Brasil
Dióxido de Titânio	Apothicário, Araçatuba, SP, Brasil
Tinta a óleo	Acrilex, São Bernardo do Campo, SP, Brasil

Foram confeccionadas 560 amostras em silicone facial, sendo 280 dessas amostras utilizadas nos testes de dureza e deformação permanente (140 para cada teste) e 280 para o teste de resistência à ruptura (para esse teste as amostras foram confeccionadas em duplicata, uma vez que as submetidas ao teste inicial são rompidas e perdidas). As nanopartículas adicionadas na confecção das amostras de silicone foram: óxido de zinco (ZnO); sulfato de bário (BaSO_4) e dióxido de titânio (TiO_2), nas concentrações de 1 e 2%, associados ou não à tinta à óleo. Além disso, para cada teste, foram adicionados dois grupos como controle: um apenas com silicone e um com silicone e tinta a óleo.

Para os testes de dureza e deformação permanente, as amostras foram distribuídas de acordo com a Figura 1. Já para o teste de resistência à ruptura, as amostras foram distribuídas de acordo com a Figura 2.

Para confecção das amostras, o silicone e os pigmentos foram pesados em balança analítica digital (Adventurer, Ohaus Corporation, NJ, EUA) sendo que as nanopartículas adicionadas eram equivalentes a 1 ou 2% do peso do silicone, de acordo com o grupo proposto. A tinta a óleo utilizada para pigmentar o material também teve o seu peso aferido, correspondendo a 0,2% do peso do silicone [13].



Figura 1. Distribuição das amostras de acordo com as diferentes nanopartículas e concentrações para os testes de dureza e deformação permanente.

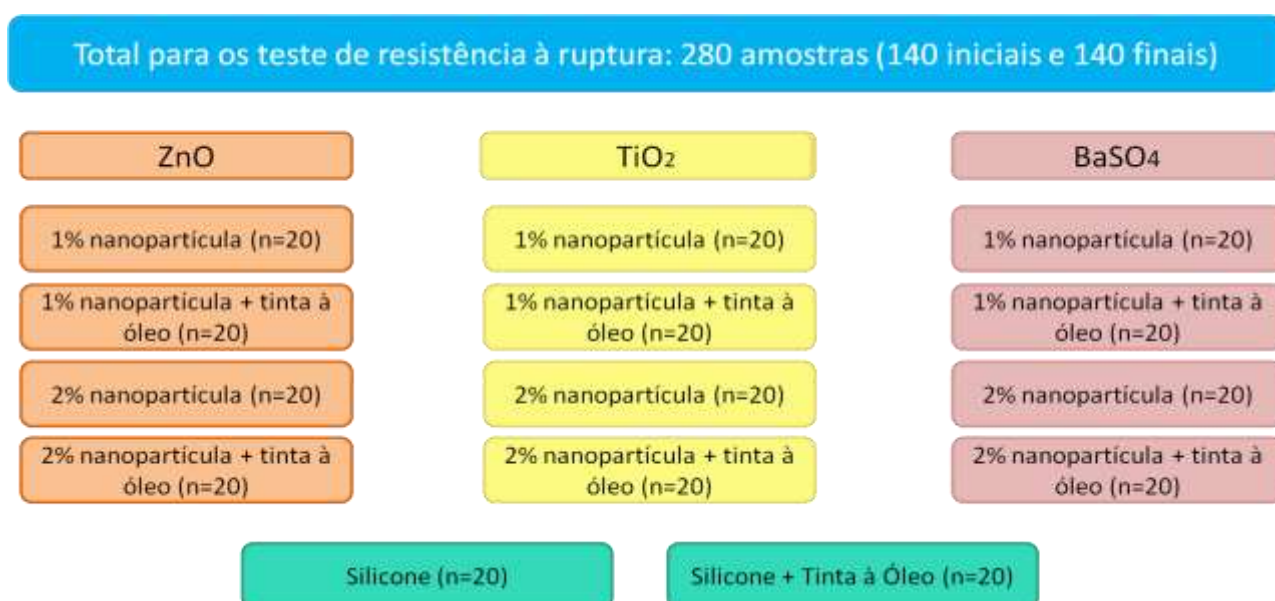


Figura 2. Distribuição das amostras de acordo com as diferentes nanopartículas e concentrações para o teste de resistência à ruptura (amostras confeccionadas em duplicata).

Obtenção das amostras

Para a confecção das amostras que foram submetidas ao teste de dureza, inicialmente foi obtida uma matriz metálica, contendo em seu interior 10 compartimentos circulares com 45 mm de diâmetro e 2 mm de espessura [23-25]. Para as amostras que foram submetidas ao teste de resistência a ruptura, foi confeccionada uma matriz com seis compartimentos de dimensões de 75 mm x 25 mm x 0,5 mm [26,27]. Já aquelas para o teste de deformação permanente, uma matriz metálica com 10 compartimentos cilíndricos de 20 mm de altura e 12,5 mm de diâmetro foi utilizada [28].

O silicone foi manuseado de acordo com as especificações do fabricante, em temperatura controlada de $23 \pm 2^\circ\text{C}$. Cada nanopartícula e/ou pigmento foi misturado ao silicone sobre uma placa de vidro com o auxílio de uma espátula de aço inoxidável, até a obtenção de uma massa homogênea. Após o manuseio, o silicone foi inserido no interior da matriz e, com o auxílio de uma espátula de metal, foi feita a regularização da espessura. As amostras de Silastic MDX4-4210 permaneceram confinadas no interior da matriz com a superfície externa exposta ao meio ambiente por 72 horas para completa polimerização do material com a liberação do subproduto (formaldeído). Após esse período cada amostra foi separada cuidadosamente da matriz metálica para evitar distorções.

As amostras foram submetidas aos testes de dureza, resistência à ruptura e deformação permanente e em seguida, foram submetidas ao envelhecimento acelerado e, então, novas leituras foram realizadas.

Avaliação da Dureza

A leitura das amostras submetidas ao teste de dureza (Shore A) foi realizada por meio de um durômetro, Modelo GDS 709 (Teclock, Osaka, Japão) de acordo com as especificações D-2240 da Sociedade Americana para testes e materiais (ASTM) [23-25]. Esse método é baseado na penetração de uma agulha sobre a superfície do material com carga constante de 10 N.

Avaliação da Resistência à Ruptura

O ensaio de resistência à ruptura foi realizado segundo as normas descritas pela Associação Americana para Testes e Materiais (ASTM), designação D 1938-67 [26, 27]. Para facilitar a propagação da força exercida nas amostras durante o teste, foram

demarcados, com o auxílio de bisturi, três pontos. Um ponto foi demarcado entre as maiores extremidades, centralizado e distando da primeira extremidade 50 mm e, os outros dois pontos a 25 mm e 15 mm dessa extremidade.

As extremidades maiores das amostras foram aprisionadas em uma máquina de ensaios universal EMIC (São José dos Pinhais, PR, Brasil). A máquina foi acionada com velocidade constante de 25 mm/min e força de 17 kgf. A leitura final para cada amostra foi observada quando houve a ruptura com o valor da resistência máxima. As leituras foram anotadas pelo operador em ficha específica.

Avaliação da Deformação Permanente

O teste de deformação permanente foi realizado de acordo com a especificação No. 4823:2000 da ISO [28]. Foram realizadas mensurações da deformação por meio de um relógio indicador zerado. Esse aparelho possui um marcador analógico graduado em 0,01 mm. As amostras foram submetidas à carga compressiva de 1000 gramas aplicada durante 1 minuto, possibilitando a leitura da deformação inicial (A) das amostras. Após a remoção da carga e estabilização da amostra, foi realizada nova leitura, indicando a taxa de recuperação elástica (B). A diferença entre os valores A e B, dividida pelo comprimento original das amostras e multiplicada por 100 foi considerada como sendo a deformação permanente das amostras [27].

Envelhecimento Acelerado

Após as leituras iniciais, as amostras foram submetidas ao ensaio de envelhecimento acelerado. Para isso, as amostras foram posicionadas em uma câmara de envelhecimento acelerado (Equilam, Diadema, SP, Brasil), para corpos não metálicos, UVB/condensação [29], e submetidas a períodos alternados de luz ultravioleta e condensação de água destilada saturada de oxigênio, sob as condições de calor e umidade 100%. Cada ciclo de envelhecimento foi realizado por doze horas, sendo que nas primeiras oito horas incidiu-se luz ultravioleta a temperatura de $60\pm 3^{\circ}\text{C}$ e nas quatro horas seguintes ocorreu um período de condensação sem luz, com temperatura de $45\pm 3^{\circ}\text{C}$.

Este ensaio foi realizado por 1008 horas [4-7, 9, 14, 19], simulando a deterioração causada tanto pela água da chuva como do orvalho e a energia ultravioleta da luz do Sol.

Análise estatística

O efeito da utilização de tinta a óleo, diferentes tipos de nanopartículas, variação da concentração e período nos testes propostos (dureza, resistência à ruptura e deformação permanente), foi analisado por análise de variância com efeitos aninhados (nested-ANOVA). Efeitos aninhados podem ser utilizados quando as restrições nos impedem de cruzar todos os níveis de um fator com todos os níveis do outro fator. Existe um efeito aninhado quando menos do que todos os níveis de um fator ocorrem dentro de cada nível do outro fator. Em estudos com efeito aninhado, o efeito da interação não pode ser calculado, porém o próprio desenho utilizado já considera a interação de efeito avaliado entre os dois fatores hierarquicamente [30]. Desta forma, o tipo de efeitos de concentração e nanopartícula sobre os testes realizados do silicone facial (MDX4-4210) foram avaliadas com ANOVA quatro fatores hierárquica. O fator de nanopartícula foi aninhado para o fator concentração, porque menos do que todos os níveis de fator nanopartícula ocorrem dentro de cada faixa do fator concentração. O fator nanopartícula foi considerado dentro da concentração a fim de diferenciar nanopartículas contendo diferentes níveis de concentração. Diferenças significantes foram comparadas pelo teste de Tukey HSD ($\alpha = 0,05$).

Resultados

3. Resultados

Pode-se verificar, por meio dos resultados, que a presença de nanopartículas influenciou nos valores de dureza, resistência à ruptura e deformação permanente dos grupos avaliados (Tabelas 2, 3 e 6).

A análise de variância para os valores de dureza revelou diferença estatística significativa na interação entre os fatores: Tinta a Óleo, Nanopartícula (Concentração) e Período (Tabela 1).

Tabela 1. Resultados de nested-ANOVA para os valores dureza (Shore A).

Fator de variação	GI	SQ Sequencial	SQ Ajustada	MQ Ajustada	F	p
Tinta a óleo	1	173,38	124,82	124,82	52,92	< .001*
Concentração	2	990,58	990,58	495,29	209,98	< .001*
Nanopartícula (Concentração)	4	947,02	947,02	236,76	100,37	< .001*
Período	1	1313,00	968,59	968,59	410,63	< .001*
Tinta a óleo x Concentração	2	9,36	9,36	4,68	1,98	0,140
Tinta a óleo x Nanopartícula (Concentração)	4	225,99	225,99	56,50	23,95	< .001*
Tinta a óleo x Período	1	0,21	2,62	2,62	1,11	0,293
Período x Concentração	2	61,83	61,83	30,92	13,11	< .001*
Período x Nanopartícula (Concentração)	4	33,08	33,08	8,27	3,51	0,008*
Tinta a óleo x Concentração x Período	2	11,20	11,20	5,60	2,37	0,095
Tinta a óleo x Nanopartícula (Concentração) x Período	4	31,12	31,12	7,78	3,30	0,012*
Erro	252	594,41	594,41	2,36		
Total	279	4391,20				

* $p < 0,05$ denota diferença estatística significativa

No período inicial, a presença de nanopartículas diminuiu os valores de dureza das amostras (Tabela 2). Após o envelhecimento (período final) pode-se verificar aumento, estatisticamente significativo, nos valores de dureza, com exceção do grupo TiO_2 a 2% sem tinta a óleo (Tabela 2). No entanto, mesmo com esse aumento, os grupos com adição de nanopartícula de TiO_2 , apresentaram os menores valores de dureza, no período final (Tabela 2).

Observou-se que a adição de tinta a óleo não influenciou nos valores de dureza, exceto para o grupo TiO_2 a 2% no período inicial.

Tabela 2. Valores médios e desvio padrão () dos valores de dureza (Shore A) para todos os grupos nos períodos inicial e final.

Tinta a Óleo	Concentração	Nanopartícula	Período		
			Inicial	Final	
SEM	-	-	27,23 (1,82) Aa	31,93 (1,86) Ab	
	1%	ZnO	23,57 (1,01) Ba	28,43 (1,28) BCb	
		BaSO ₄	22,07 (1,98) BCa	28,47 (1,84) BCb	
		TiO ₂	18,23 (2,07) CDa	23,80 (0,94) CDb	
	2%	ZnO	25,97 (0,74) Aba	29,33 (1,04) Bb	
		BaSO ₄	25,50 (1,51) Aba	28,80 (0,98) Bb	
		TiO ₂	25,13 (2,15) Aba	27,63 (1,10) BCa	
	COM	-	-	26,70 (1,22) Aa	29,80 (1,01) ABb
		1%	ZnO	22,10 (1,50) BCa	28,93 (1,64) Bb
BaSO ₄			19,80 (1,32) Ca	25,97 (1,02) Cb	
TiO ₂			18,90 (2,99) CDa	21,47 (1,11) Db	
2%		ZnO	25,63 (1,99) Aba	29,90 (1,00) ABb	
		BaSO ₄	24,80 (1,26) Aba	28,67 (1,78) Bb	
		TiO ₂	19,13 (1,60) CDa	22,27 (0,86) Bb	

Letras diferentes, maiúsculas na coluna e minúsculas na linha, indicam diferença estatística significativa pelo Teste de Tukey ($p < 0,05$).

A tabela 3 apresenta os valores médios e desvio padrão de resistência à ruptura para todos os grupos propostos. Podemos observar maiores valores no período final para os grupos que receberam a adição de nanopartículas de BaSO₄.

Tabela 3. Valores médios e desvio padrão () de resistência à ruptura (kgf/cm) para todos os grupos nos períodos inicial e final.

Tinta a Óleo	Concentração	Nanopartícula	Período	
			Inicial	Final
SEM	-	-	19,40 (4,45)	21,98 (5,49)
	1%	ZnO	19,32 (2,78)	23,72 (3,80)
		BaSO ₄	21,58 (3,59)	36,86 (7,32)
		TiO ₂	17,56 (2,65)	24,64 (3,56)
	2%	ZnO	22,99 (3,81)	23,36 (6,04)
		BaSO ₄	19,57 (3,73)	26,19 (6,74)
		TiO ₂	22,78 (4,02)	29,02 (8,20)
	-	-	19,01 (3,58)	28,24 (5,80)
COM	1%	ZnO	19,92 (3,43)	23,26 (4,48)
		BaSO ₄	21,32 (4,76)	26,53 (3,07)
		TiO ₂	19,75 (2,44)	24,17 (4,79)
	2%	ZnO	24,29 (4,62)	25,42 (6,22)
		BaSO ₄	23,24 (6,05)	24,49 (5,17)
		TiO ₂	20,28 (3,63)	20,96 (5,15)

A análise de variância para os valores de resistência à ruptura revelou diferença estatística significativa na interação dos fatores: Tinta a Óleo, Nanopartícula (Concentração); Período e Nanopartícula (Concentração); e Tinta a Óleo, Concentração e Período (Tabela 4).

Tabela 4. Resultados de nested-ANOVA para os valores de resistência à ruptura (kgf/cm).

Fator de variação	gl	SQ	SQ	MQ	F	p
		Sequencia I	Ajustad a	Ajustad a		
Tinta a óleo	1	23,29	2,27	2,27	0,10	0,755
Concentração	2	58,14	58,14	29,07	1,24	0,290
Nanopartícula (Concentração)	4	687,46	687,46	171,86	7,36	< .001*
Período	1	1642,21	1393,36	1393,36	59,63	< .001*
Tinta a óleo x Concentração	2	149,63	149,63	74,81	3,20	0,042*
Tinta a óleo x Nanopartícula (Concentração)	4	518,12	518,12	129,53	5,54	< .001*
Tinta a óleo x Período	1	106,89	2,68	2,68	0,11	0,735
Período x Concentração	2	242,18	242,18	121,09	5,18	0,006*
Período x Nanopartícula (Concentração)	4	273,75	273,75	68,44	2,93	0,022*
Tinta a óleo x Concentração x Período	2	247,92	247,92	123,96	5,30	0,006*
Tinta a óleo x Nanopartícula (Concentração) x Período	4	180,10	180,10	45,02	1,93	0,106
Erro	252	5888,49	5888,49	23,37		
Total	279	10018,19				

* $p < 0,05$ denota diferença estatística significativa

Pode-se observar, após o envelhecimento (período final), aumento nos valores de resistência à ruptura das amostras, sendo esse estatisticamente significativo para os grupos sem adição de nanopartículas, BaSO₄ à 1% e TiO₂ à 1% (tabela 5). Além disso, os maiores valores de resistência à ruptura foram verificados para os grupos com adição de BaSO₄ no período final, sendo diferente estatisticamente para o grupo com a concentração de 1% (Tabela 5).

Tabela 5. Valores médios de resistência à ruptura (kgf/cm) para todos os grupos, independente da adição de tinta a óleo.

Concentração	Nanopartícula	Período	
		Inicial	Final
-	-	19,20 Aa	25,11 Ab
1%	ZnO	19,62 Aa	23,49 Aa
	BaSO ₄	21,45 Aa	31,69 Bb
	TiO ₂	18,66 Aa	24,40 Ab
2%	ZnO	23,64 Aa	24,39 Aa
	BaSO ₄	21,40 Aa	25,34 Aa
	TiO ₂	21,53 Aa	24,99 Aa

Letras diferentes, maiúsculas na coluna e minúsculas na linha, indicam diferença estatística significativa pelo Teste de Tukey ($p < 0,05$).

A tabela 6 apresenta os valores médios e de desvio padrão para o teste de deformação permanente.

Tabela 6. Valores médios e desvio padrão () de deformação permanente (mm) para todos os grupos nos períodos inicial e final.

Tinta a Óleo	Concentração	Nanopartícula	Tempo	
			Inicial	Final
SEM	-	-	0,98 (0,18)	0,80 (0,16)
	1%	ZnO	0,70 (0,13)	0,61 (0,10)
		BaSO ₄	1,12 (0,14)	0,79 (0,11)
		TiO ₂	1,00 (0,18)	0,69 (0,22)
	2%	ZnO	0,92 (0,14)	0,80 (0,11)
		BaSO ₄	1,33 (0,13)	0,79 (0,21)
		TiO ₂	0,77 (0,11)	1,18 (0,21)
	-	-	1,09 (0,21)	0,87 (0,18)
COM	1%	ZnO	0,93 (0,16)	0,80 (0,22)
		BaSO ₄	1,13 (0,19)	0,83 (0,22)
		TiO ₂	0,97 (0,15)	0,70 (0,19)
	2%	ZnO	0,90 (0,15)	0,74 (0,17)
		BaSO ₄	1,15 (0,21)	0,93 (0,21)
		TiO ₂	0,77 (0,15)	1,23 (0,17)

A análise de variância para o teste de deformação permanente revelou diferença estatisticamente significativa na interação dos fatores: Período e Nanopartícula (Concentração); Tinta a óleo e Nanopartícula (Concentração); Período e Concentração (Tabela 7).

Tabela 7. Resultados de nested-ANOVA para os valores (%) de deformação permanente.

Fator de variação	<i>gl</i>	SQ Sequencial	SQ Ajustada	MQ Ajustada	F	<i>p</i>
Tinta a óleo		0,108	0,135	0,135	4,54	0,034*
Concentração		0,680	0,680	0,340	11,43	< .001*
Nanopartícula (Concentração)		1,822	1,822	0,455	15,33	< .001*
Período		1,457	1,335	1,335	44,92	< .001*
Tinta a óleo x Concentração		0,146	0,146	0,073	2,46	0,087
Tinta a óleo x Nanopartícula (Concentração)		0,309	0,309	0,077	2,60	0,037*
Tinta a óleo x Período		0,037	0,010	0,010	0,35	0,554
Período x Concentração		0,717	0,717	0,358	12,06	< .001*
Período x Nanopartícula (Concentração)		3,760	3,760	0,940	31,63	< .001*
Tinta a óleo x Concentração x Período		0,053	0,053	0,026	0,89	0,412
Tinta a óleo x Nanopartícula (Concentração) x Período		0,196	0,196	0,049	1,65	0,163
Erro		7,489	7,489	0,030		
Total		16,773				

* $p < 0,05$ denota diferença estatística significativa

Em relação à deformação permanente, pode-se observar que o envelhecimento acelerado (período final) diminuiu os valores, exceto para as amostras do grupo TiO₂ a 2%, o qual apresentou maior valor com diferença estatística significativa em relação aos demais grupos (Tabela 8).

Tabela 8. Valores médios (%) de deformação permanente para todos os grupos, independente da adição de tinta a óleo.

Concentração	Nanopartícula	Período	
		Inicial	Final
-	-	1,03 ACa	0,83 Ab
1%	ZnO	0,81 CDa	0,70 Aa
	BaSO ₄	1,13 ABCa	0,81 Ab
	TiO ₂	0,98 Ca	0,69 Ab
2%	ZnO	0,91 ACDA	0,77 Aa
	BaSO ₄	1,24 Ba	0,86 Ab
	TiO ₂	0,77 Da	1,21 Bb

Letras maiúsculas diferentes na coluna e letras minúsculas diferentes na linha indicam diferença estatística significativa pelo Teste de Tukey ($p < 0.05$).

O grupo de ZnO à 1% sem adição de tinta a óleo apresentou os menores valores de deformação permanente, com diferença estatisticamente significativa, em relação aos demais grupos sem adição de tinta e em relação ao Grupo ZnO à 1%, com adição de tinta à óleo (Tabela 9).

Tabela 9. Valores médios (%) de deformação permanente para todos os grupos, independente do período analisado.

Concentração	Nanopartícula	Tinta a Óleo	
		SEM	COM
-	-	0,89 Aca	0,98 ABa
1%	ZnO	0,65 Ba	0,86 ABb
	BaSO ₄	0,95 Aca	0,98 ABa
	TiO ₂	0,84 Aa	0,83 Aa
2%	ZnO	0,80 Aa	0,82 Aa
	BaSO ₄	1,06 Ca	1,04 Ba
	TiO ₂	0,98 Aca	1,00 ABa

Letras maiúsculas diferentes na coluna e letras minúsculas diferentes na linha indicam diferença estatística significativa pelo Teste de Tukey ($p < 0.05$).

Discussão

4. Discussão

A hipótese nula foi rejeitada, uma vez que a adição de nanopartículas influenciou as propriedades físicas estudadas.

A adição de nanopartículas, no período inicial, diminuiu os valores de dureza das amostras (Tabela 2). Isso pode ter ocorrido devido ao fato de as nanopartículas se incorporarem na matriz silicone, dificultando o entrelaçamento das cadeias poliméricas e reduzindo a velocidade de polimerização do material [31]. No entanto, após o envelhecimento, verificou-se que os valores de dureza aumentaram. Diversos estudos [19, 32-34] apontam que o envelhecimento acelerado faz com que o silicone facial atinja maior grau de cura, pois este material tem polimerização contínua e a maior liberação de formaldeído ocorre nas primeiras 72 horas, mas, passado este período, a liberação de subproduto ainda continua.

Associado a esse fato, a maioria dos polímeros têm cadeias moleculares nos seus anéis aromáticos e ligações C=C, que podem absorver a radiação UV. Assim, quando uma molécula de polímero absorve luz UV, essa energia promove instabilidade na estrutura molecular. O excesso de energia é transmitido por excitação de uma molécula para outra, permitindo que a primeira molécula recupere sua estabilidade. Dessa forma grupos afetados podem voltar para os seus estados originais, pela liberação de energia em forma de comprimento mais longo, como luz visível ou calor. Entretanto, ao liberar esse excesso de energia, ocorre uma degradação fotoquímica, contribuindo para a deterioração da molécula, evidenciada por mudanças de cor e brilho, formação de trincas e endurecimento [33].

Sabe-se que a dureza determina a textura do silicone, a qual deve ser similar à textura do sítio anatômico a ser restaurado [19, 24, 25, 33-36]. Nos sítios maxilar, orbital, nasal e auricular a pele é muito delgada e osso e cartilagem estão muito próximos da superfície [35, 37]. Desse modo, a fim de se assemelhar à textura dos referidos sítios, o silicone deve apresentar valores de dureza compreendidos entre 25 a 35 Shore A.

No nosso estudo, apesar de ter ocorrido aumento da dureza após o envelhecimento (Tabela 2), a adição de TiO_2 na matriz polimérica do silicone resultou, de modo geral, em valores abaixo do mínimo estabelecido (25 Shore A) [19, 24, 25, 33-36]. Nesse caso, a razão mais provável para redução da dureza pode estar relacionada à

própria natureza da nanopartícula. Embora as nanopartículas de TiO_2 sejam muito pequenas, facilitando a ligação com as moléculas do polímero, elas apresentam dificuldade de se dispersar em solventes orgânicos, tendendo a se aglomerar facilmente [11, 37, 38]. Essas aglomerações podem alcançar escalas micrométricas, maiores que as partículas do polímero, podendo surgir grandes áreas de vazios ao redor das mesmas[38], sendo prejudiciais às propriedades mecânicas do material. Dessa forma, talvez essa nanopartícula necessite de alguma modificação de superfície para reduzir sua aglomeração[38] e melhorar sua dispersão na matriz do silicone.

Os valores de dureza não foram influenciados pela adição de tinta a óleo, exceto para o grupo com TiO_2 a 2% (Tabela 2). Acreditamos que essa exceção esteja diretamente relacionada ao aumento da concentração da nanopartícula, que leva a formação de aglomerações, como explicitado anteriormente, e não à adição de tinta a óleo propriamente dita. Resultados distintos em relação à adição de tinta a óleo podem ser observados na literatura [33], em que esse pigmento influenciou nos valores iniciais de dureza. Isso pode ter ocorrido devido à diferença do tempo de espera entre a confecção das amostras e a aplicação do teste.

Em relação à resistência à ruptura, pode-se observar aumento nos valores após o envelhecimento acelerado (Tabela 5). Como explicado anteriormente para os valores de dureza, esse aumento pode ocorrer devido à polimerização contínua do silicone associado à exposição aos raios ultravioletas [7, 15-17, 20, 32]. Observou-se ainda, no período final, maiores valores de resistência à ruptura para os grupos com adição de BaSO_4 . No nosso estudo, diferentes nanopartículas foram utilizadas, as quais podem interagir de formas distintas com o material. Dessa forma, acredita-se que as nanopartículas de BaSO_4 podem ter se associado mais fortemente às cadeias do silicone [19], aumentando os valores de resistência à ruptura.

Para alguns autores, o valor ideal de resistência à ruptura do silicone facial deve estar entre 5,5 kgf/cm e 18,0 kgf/cm [36, 39, 40]. Contudo, com o avanço da tecnologia em busca contínua de se melhorar as propriedades desse material, acredita-se que os valores obtidos no nosso estudo, mesmo estando acima do valor máximo preconizado, são clinicamente satisfatórios, visto que uma maior resistência à ruptura é mais favorável desde que não comprometa outras propriedades. A princípio pode-se pensar que os valores de resistência à ruptura estariam diretamente relacionados aos valores de dureza [41]. Entretanto, a adição de nanopartículas tende a aumentar o efeito plasticizante do material, diminuindo a dureza e aumentando a resistência à ruptura

[42]. Para comprovação desses resultados sugerimos a realização de estudos futuros, como o teste de alongamento por exemplo.

O envelhecimento acelerado também influenciou a deformação permanente (Tabela 8). Sabe-se que o envelhecimento causa aumento na rigidez do material, como observado nos resultados de dureza do nosso estudo, levando a uma diminuição dos valores de deformação permanente das amostras [21, 43]. Esse efeito pode ter sido causado por uma perda excessiva do plasticizante do silicone que não foi compensada pela absorção de água [21], como verificado por Santos *et al.* em 2012 [33].

Os valores de deformação permanente foram influenciados pela adição de nanopartículas de TiO_2 a 2% após o envelhecimento (Tabela 8). Isso pode estar associado com a aglomeração dessas nanopartículas devido à dificuldade de dispersão das mesmas entre as moléculas da cadeia polimérica do silicone, como já descrito anteriormente nesse estudo. Além disso, sabe-se que quanto maior a concentração de nanopartícula adicionada maior será o número e o tamanho das aglomerações [38].

As amostras do grupo ZnO à 1% sem adição de tinta a óleo (Tabela 9) apresentou os menores valores de deformação permanente. Acreditamos que este fato tenha ocorrido devido à nanopartícula de ZnO ter ação catalizadora [12, 44], o que, provavelmente, causou maior polimerização do silicone, aumentando a dureza e diminuindo a deformação permanente das amostras [21]. Esse fato pode ser observado pelos próprios resultados encontrados no nosso estudo, nos quais os maiores valores de dureza foram para os grupos com adição de ZnO em comparação aos demais grupos com adição de outras nanopartículas (Tabela 2).

A literatura [22, 45] relata que valores de deformações permanentes de materiais elastoméricos acima de 3%, não são clinicamente aceitáveis. O maior valor de deformação permanente encontrado no nosso estudo foi de 1,33% (grupo BaSO_4 a 2%, sem adição de tinta a óleo) (Tabela 6), dessa forma, todos os grupos propostos neste estudo, estão dentro do padrão clínico aceitável.

É importante ressaltar que durante a confecção das amostras encontramos dificuldade em incorporar e dissolver de forma homogênea as nanopartículas à matriz do silicone, isso pode levar a problemas de ordem estética, em especial a adição de nanopartículas de BaSO_4 . Sendo assim, acreditamos que estudos deverão ser realizados com propósito de avaliar e melhorar sua dispersão.

Conclusão

5. Conclusão

Apesar das limitações de um estudo *in vitro*, concluímos que todas as nanopartículas avaliadas influenciaram de diferentes formas nos valores de dureza, resistência à ruptura e deformação permanente, contudo, somente os grupos com adição de nanopartículas de TiO_2 apresentaram valores de dureza diferentes do intervalo clinicamente aceitável. Associado a isso, constatamos que o envelhecimento acelerado influenciou todas as propriedades avaliadas, independentemente da adição de nanopartículas ou tinta a óleo.

Referências

1. Goiato MC, Pesqueira AA, Ramos da Silva C, Gennari Filho H, Micheline Dos Santos D. Patient satisfaction with maxillofacial prosthesis. Literature review. *J Plast Reconstr Aesthet Surg*. 2009;62(2):175-80.
2. Kumar S, Rajtilak G, Rajasekar V, Kumar M. Nasal prosthesis for a patient with xeroderma pigmentosum. *J Pharm Bioallied Sci*. 2013;5(Suppl 2):S176-8.
3. Huber H, Studer SP. Materials and techniques in maxillofacial prosthodontic rehabilitation. *Oral Maxillofac Surg Clin North Am*. 2002;14(1):73-93.
4. dos Santos DM, Goiato MC, Moreno A, Pesqueira AA, Haddad MF. Influence of pigments and opacifiers on color stability of an artificially aged facial silicone. *J Prosthodont*. 2011;20(3):205-8.
5. Haddad MF, Goiato MC, Dos Santos DM, Pesqueira AA, Moreno A, Pellizzer EP. Influence of pigment and opacifier on dimensional stability and detail reproduction of maxillofacial silicone elastomer. *J Craniofac Surg*. 2011;22(5):1612-6.
6. Mancuso DN, Goiato MC, Dekon SF, Gennari-Filho H. Visual evaluation of color stability after accelerated aging of pigmented and nonpigmented silicones to be used in facial prostheses. *Indian J Dent Res*. 2009;20(1):77-80.
7. dos Santos DM, Goiato MC, Sinhoreti MA, Fernandes AU, Ribeiro Pdo P, Dekon SF. Color stability of polymers for facial prosthesis. *J Craniofac Surg*. 2010;21(1):54-8.
8. Polyzois GL, Eleni PN, Krokida MK. Effect of time passage on some physical properties of silicone maxillofacial elastomers. *J Craniofac Surg*. 2011;22(5):1617-21.
9. Goiato MC, Pesqueira AA, dos Santos DM, Antenucci RM, Ribeiro Pdo P. Evaluation of dimensional change and detail reproduction in silicones for facial prostheses. *Acta Odontol Latinoam*. 2008;21(1):85-8.
10. Goiato MC, Fernandes AU, dos Santos DM, Barao VA. Positioning magnets on a multiple/sectional maxillofacial prosthesis. *J Contemp Dent Pract*. 2007;8(7):101-7.
11. Magdolenova Z, Bilanicova D, Pojana G, Fjellsbo LM, Hudecova A, Hasplova K, et al. Impact of agglomeration and different dispersions of titanium dioxide nanoparticles on the human related in vitro cytotoxicity and genotoxicity. *J Environ Monit*. 2012;14(2):455-64.

12. Li CH, Liao PL, Shyu MK, Liu CW, Kao CC, Huang SH, et al. Zinc oxide nanoparticles-induced intercellular adhesion molecule 1 expression requires Rac1/Cdc42, mixed lineage kinase 3, and c-Jun N-terminal kinase activation in endothelial cells. *Toxicol Sci.* 2012;126(1):162-72.
13. Han Y, Zhao Y, Xie C, Powers JM, Kiat-amnuay S. Color stability of pigmented maxillofacial silicone elastomer: effects of nano-oxides as opacifiers. *J Dent.* 2010;38 Suppl 2:e100-5.
14. Goiato MC, Haddad MF, Pesqueira AA, Moreno A, Dos Santos DM, Bannwart LC. Effect of chemical disinfection and accelerated aging on color stability of maxillofacial silicone with opacifiers. *J Prosthodont.* 2011;20(7):566-9.
15. Kiat-amnuay S, Beerbower M, Powers JM, Paravina RD. Influence of pigments and opacifiers on color stability of silicone maxillofacial elastomer. *J Dent.* 2009;37 Suppl 1:e45-50.
16. Kiat-Amnuay S, Lemon JC, Powers JM. Effect of opacifiers on color stability of pigmented maxillofacial silicone A-2186 subjected to artificial aging. *J Prosthodont.* 2002;11(2):109-16.
17. Kiat-Amnuay S, Mekayarajjananonth T, Powers JM, Chambers MS, Lemon JC. Interactions of pigments and opacifiers on color stability of MDX4-4210/type A maxillofacial elastomers subjected to artificial aging. *J Prosthet Dent.* 2006;95(3):249-57.
18. Hatamleh MM, Watts DC. Mechanical properties and bonding of maxillofacial silicone elastomers. *Dent Mater.* 2010;26(2):185-91.
19. Goiato MC, Haddad MF, Santos DM, Pesqueira AA, Moreno A. Hardness evaluation of prosthetic silicones containing opacifiers following chemical disinfection and accelerated aging. *Braz Oral Res.* 2010;24(3):303-8.
20. Nguyen CT, Chambers MS, Powers JM, Kiat-Amnuay S. Effect of opacifiers and UV absorbers on pigmented maxillofacial silicone elastomer, part 2: mechanical properties after artificial aging. *J Prosthet Dent.* 2013;109(6):402-10.
21. Takahashi JM, Consani RL, Henriques GE, Nobilo MA, Mesquita MF. Effect of accelerated aging on permanent deformation and tensile bond strength of autopolymerizing soft denture liners. *J Prosthodont.* 2011;20(3):200-4.

22. Balkenhol M, Haunschild S, Erbe C, Wostmann B. Influence of prolonged setting time on permanent deformation of elastomeric impression materials. *J Prosthet Dent*. 2010;103(5):288-94.
23. Materials. ASfTa. Standart test method for rubber property – Durometer Hardness. Annual book of ASTM Standarts Rubber 1983:3.
24. Guiotti AM, Goiato MC, dos Santos DM. Evaluation of the Shore A hardness of silicone for facial prosthesis as to the effect of storage period and chemical disinfection. *J Craniofac Surg*. 2010;21(2):323-7.
25. Goiato MC, Pesqueira AA, Santos DM, Dekon SF. Evaluation of hardness and surface roughness of two maxillofacial silicones following disinfection. *Braz Oral Res*. 2009;23(1):49-53.
26. Materials ASfT. Resistance to Tear Propagation in Plastic Film and Thin Sheeting by a Single-Tear Method 1978.
27. Goiato MC, Ribeiro PdP, dos Santos DM, Fernandes AÚR, dos Santos PH, Pellizzer EP. Avaliação da Recuperação Elástica e da Resistência ao Rasgamento de um Silicone para Uso em Prótese Facial sob a Influência da Pigmentação e da Desinfecção Química *Revista de Odontologia da UNESP*; 2004:189-94.
28. Standardization IOF. ISO Specification No. 4823:2000 Dentistry Elastomeric Impression materials 3rd ed; 2000.
29. Materials ASfTa. Standart Practice for Operating Light-and Water Exposure Apparatu (Fluorescent UV – Condensation Type) for exposure of Nonmetallic Materials.; 1991.
30. Fischer RA. *The Design of Experiments*. 9th ed; 1971.
31. Anusavice K. *Philips science of dental materials*.; 1998.
32. Filie Haddad M, Coelho Goiato M, Micheline Dos Santos D, Moreno A, Filipe D'almeida N, Alves Pesqueira A. Color stability of maxillofacial silicone with nanoparticle pigment and opacifier submitted to disinfection and artificial aging. *J Biomed Opt*. 2011;16(9):095004.
33. dos Santos DM, Goiato MC, Moreno A, Pesqueira AA, Dekon SFdC, Guiotti AM. Effect of addition of pigments and opacifier on the hardness, absorption, solubility and surface degradation of facial silicone after artificial ageing. . *Polymer Degradation and Stability*; 2012:1249-53.

34. Goiato MC, Pesqueira AA, Moreno A, dos Santos DM, Haddad MF, Bannwart LC. Effects of pigment, disinfection, and accelerated aging on the hardness and deterioration of a facial silicone elastomer. *Polymer Degradation And Stability*; 2012;1577-80.
35. Wang L, Liu Q, Jing D, Zhou S, Shao L. Biomechanical properties of nano-TiO addition to a medical silicone elastomer: The effect of artificial ageing. *J Dent*. 2014.
36. Lewis DH, Castleberry DJ. An assessment of recent advances in external maxillofacial materials. *J Prosthet Dent*. 1980;43(4):426-32.
37. Eleni PN, Katsavou I, Krokida MK, Polyzois GL, Gettleman L. Mechanical behavior of facial prosthetic elastomers after outdoor weathering. *Dent Mater*. 2009;25(12):1493-502.
38. Xia Y, Zhang F, Xie H, Gu N. Nanoparticle-reinforced resin-based dental composites. *J Dent*. 2008;36(6):450-5.
39. Sweeney WT, Fischer TE, Castleberry DJ, Cowperthwaite GF. Evaluation of improved maxillofacial prosthetic materials. *J Prosthet Dent*. 1972;27(3):297-305.
40. May PD. Maxillofacial prostheses of chlorinated polyethylene. *J Biomed Mater Res*. 1978;12(3):421-31.
41. Aziz T, Waters M, Jagger R. Development of a new poly(dimethylsiloxane) maxillofacial prosthetic material. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2003;65(2):252-61.
42. Rai SY, Guttal SS. Effect of intrinsic pigmentation on the tear strength and water sorption of two commercially available silicone elastomers. *J Indian Prosthodont Soc*. 2013;13(1):30-5.
43. Duran RL, Powers JM, Craig RG. Viscoelastic and dynamic properties of soft liners and tissue conditioners. *J Dent Res*. 1979;58(8):1801-7.
44. Osmond G, Boon JJ, Puskar L, Drennan J. Metal stearate distributions in modern artists' oil paints: surface and cross-sectional investigation of reference paint films using conventional and synchrotron infrared microspectroscopy. *Appl Spectrosc*. 2012;66(10):1136-44.
45. Laufer BZ, Baharav H, Ganor Y, Cardash HS. The effect of marginal thickness on the distortion of different impression materials. *J Prosthet Dent*. 1996;76(5):466-71.

Anexos

ANEXO 1: Normas para publicação do periódico *Dental Materials*.

• Guide for Authors

Authors are requested to submit their original manuscript and figures via the online submission and editorial system for Dental Materials. Using this online system, authors may submit manuscripts and track their progress through the system to publication. Reviewers can download manuscripts and submit their opinions to the editor. Editors can manage the whole submission/review/revise/publish process. Please register at: <http://ees.elsevier.com/dema>.

Dental Materials now only accepts online submissions.

The Artwork Quality Control Tool is now available to users of the online submission system. To help authors submit high-quality artwork early in the process, this tool checks the submitted artwork and other file types against the artwork requirements outlined in the Artwork Instructions to Authors on www.elsevier.com/artworkinstructions. The Artwork Quality Control Tool automatically checks all artwork files when they are first uploaded. Each figure/file is checked only once, so further along in the process only new uploaded files will be checked.

Manuscripts

The journal is principally for publication of **Original Research Reports**, which should preferably investigate a defined hypothesis. Maximum length 6 journal pages (approximately 20 double-spaced typescript pages) including illustrations and tables.

Systematic Reviews will however be considered. Intending authors should communicate with the Editor beforehand, *by email*, outlining the proposed scope of the review. Maximum length 10 journal pages (approximately 33 double-spaced typescript pages) including figures and tables.

Three copies of the manuscript should be submitted: each accompanied by a set of illustrations. The requirements for submission are in accordance with the "Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical Journals", *Annals of Internal Medicine*, 1997, 126, 36-47. All manuscripts must be written in American English. Authors are urged to write as concisely as possible.

The Editor and Publisher reserve the right to make minimal literary corrections for the sake of clarity. Authors for whom English is not the first language should have their manuscripts read by colleagues fluent in English. If extensive English corrections are needed, authors may be charged for the cost of editing. For additional reference, consult issues of *Dental Materials* published after January 1999 or the Council of Biology Editors Style Manual (1995 ed.).

All manuscripts should be accompanied by a **letter of transmittal**, signed by each author, and stating that the manuscript is not concurrently under consideration for publication in another journal, that all of the named authors were involved in the work leading to the publication of the paper, and that all the named authors have read the paper before it is submitted for publication.

Always keep a backup copy of the electronic file for reference and safety.

Manuscripts not conforming to the journal style will be returned. In addition, manuscripts which are not written in fluent English will be rejected automatically without refereeing.

Format

General

- number all pages consecutively.
- type double-spaced on A4 or 8.5 x 11-inch bond paper, with margins of 30 mm.
- double-space references.
- indent or space paragraphs.
- arrange article in the following order: Title, Abstract, Introduction, Materials and Methods, Results, Discussion, Conclusion, Acknowledgements, References, Tables, Figures, Captions.
- start each section on a separate page.

Title page

- Title (capitalize the first letter of the first word) e.g. Comparison of the color stability of ten new composites.

- Authors (first name, middle initial, surname) e.g. Kenneth J. Anusavice 1, Victoria Marker 2
- Authors' addresses (abbreviated) e.g.
1 Department of Biomaterials, University of Florida, Gainesville, Florida, USA
2 Department of Biomaterials Science, Baylor College of Dentistry, Dallas, Texas, USA
- Short Title (45 characters) e.g Color stability of composites
- **Corresponding Author details (essential): Name, complete address, phone, fax, and E-mail numbers**

Abstract (structured format)

- 250 words or less.
- subheadings should appear in the text of the abstract as follows: Objectives, Methods, Results, Significance. (For Systematic Reviews: Objectives, Data, Sources, Study selection, Conclusions). The Results section may incorporate small tabulations of data, normally 3 rows maximum.

Keywords

Up to 10 keywords should be supplied e.g. dental material, composite resin, adhesion.

Introduction

This must be presented in a structured format, covering the following subjects, although actual subheadings should not be included:

- succinct statements of the issue in question;
- the essence of existing knowledge and understanding pertinent to the issue (reference);
- the aims and objectives of the research being reported relating the research to dentistry, where not obvious.

Materials and methods

- describe the procedures and analytical techniques.
- only cite references to published methods.
- include at least general composition details and batch numbers for all materials.
- identify names and sources of all commercial products e.g.
"The composite (Silar, 3M Co., St. Paul, MN, USA)..."
"... an Au-Pd alloy (Estheticor Opal, Cendres et Metaux, Switzerland)."
- specify statistical significance test methods.

Results

- refer to appropriate tables and figures.
- refrain from subjective comments.
- make no reference to previous literature.
- report statistical findings.

Discussion

- explain and interpret data.
- state implications of the results, relate to composition.
- indicate limitations of findings.
- relate to other relevant research.
- suggest directions for future research.

Conclusion (if included)

- must NOT repeat Results or Discussion
- must concisely state inference, significance, or consequences

Acknowledgements

As appropriate, e.g.:

"Based on a thesis submitted to the graduate faculty, University of Virginia, in partial fulfilment of the requirements for the M.S. degree."

"This investigation was supported in part by Research Grant DE 00000 from the National Institute of Dental Research, Bethesda, MD 20892."

References - must now be given **according to the following numeric system**:

Cite references in text in numerical order. Use square brackets: in-line, not superscript e.g. [23]. All references must be listed at the end of the paper, double-spaced, without indents. For example:

1. Moulin P, Picard B and Degrange M. Water resistance of resin-bonded joints with time related to alloy surface treatments. *J Dent*, 1999; 27:79-87.
 2. Taylor DF, Bayne SC, Sturdevant JR and Wilder AD. Comparison of direct and indirect methods for analyzing wear of posterior composite restorations. *Dent Mater*, 1989; 5:157-160.
- Avoid referencing abstracts if possible. If unavoidable, reference as follows:
3. Demarest VA and Greener EH . Storage moduli and interaction parameters of experimental dental composites. *J Dent Res*, 1996; 67:221, Abstr. No. 868.

Tables and figures

All tables and figures must be thoroughly discussed in the text of the manuscript.

Tables

- one table to a page, each with a title.
- number tables in order of mention using Arabic numerals.
- must be able to "stand alone" apart from text.
- when appropriate, standard deviations of values should be indicated in parentheses; (do NOT use $\pm$ notation).
- results of statistical analysis must be included, use superscript letters to indicate significant differences.
- for explanatory footnotes, use symbols (*, #, **, ##).

Figures

- Do not import the figures into the text file but, instead, indicate their approximate locations directly in the electronic text. Images to be supplied separately in jpg, gif or other graphics file.
- only black and white photographs for print publication.
- omit titles and other information contained in the figure caption.
- maximum of 6 figures per manuscript.
- figures grouped together should have similar dimensions and be labelled "a, b, c", etc.
- place magnification markers directly on the micrographs.
- authors should consider that the majority of figures will be reduced to the width of a single column (approximately 85 mm). Preferably figures should exactly match, or be no more than 1.5 times that width.
- authors can indicate if they feel a figure should be full page width.

Dental Materials has been selected for inclusion in a new 'colourful e-products' workflow. Figures that appear in black and white in the printed version of the journal can be IN COLOUR, online, in ScienceDirect. Authors wishing to make use of this facility should ensure that 1. the artwork is in an acceptable format (TIFF, EPS or MS Office files) and at the correct resolution 2. RGB colourspace is used and 3. for colour online and black and white in print, both colour and black and white artwork (file and/or hardcopy) is provided. **There will be no charges to the authors for colour figures online.**

Graphs

- unique, concise axis labels; do not repeat the Figure caption.
- uniform size for graphs of similar type.
- type size that will be easily read when the graph is reduced to one column width.
- lines that are thick and solid (100% black).

Captions to tables and figures

- list together on a separate page.
- should be complete and understandable apart from the text.
- include key for symbols or abbreviations used in Figures.
- individual teeth should be identified using the FDI two-digit system.

General Notes on Text

Abbreviations and acronyms: terms and names to be referred to in the form of abbreviations or acronyms must be given in full when first mentioned.

Correct Usage

- use S.I. units (International System of Units). If non-SI units must be quoted, the SI equivalent must immediately follow in parentheses.
- use correct symbols for μ g, L (as in μ g; mL, etc.)
- put leading zeros in all numbers less than 1.0
- write out number of ten or fewer (ten rats) except when indicating inanimate quantities (10 mL)

- always use digits for dates, dimensions, degrees, doses, time, percentages, ratios, statistical results, measurements, culture cells, and teeth.
- the complete names of individual teeth must be given in the text.

General Policy

- receipt of manuscripts will be acknowledged.
- after initial review, authors will be notified of status.
- every effort is made to obtain timely reviews; please remember that the referees and the editor are volunteers.
- a list of revisions and responses to reviewers' critiques must accompany resubmitted revised manuscripts.

On Submission: Agreement, by the act of ticking a box, to the statement, "This paper has been compiled with the knowledge, input and approval of all the named authors."

On acceptance, authors will be required to sign a **transfer of copyright agreement**. If figures, tables, or other excerpts, are included from copyrighted works the author is responsible for obtaining written permission from the copyright holder prior to submitting the final version of the paper. Full credit must be given to such sources.

Offprints and page charges: no page charges are levied on articles published in *Dental Materials*. Each corresponding author receives 25 offprints of their article free of charge after it has been published; they will also have the opportunity to order additional copies.

Submission Package Checklist:

- *letter of transmittal* signed by all authors.
- One electronic copy of the manuscript.
- One electronic copy of each image and table, all labelled.

For further guidance on electronic submission, please contact Author Services, Log-In Department, Elsevier Ltd, The Boulevard, Langford Lane, Kidlington, Oxford, OX5 1GB, UK. E-mail: authors@elsevier.co.uk, fax: +44 (0)1865 843905, tel: +44 (0)1865 843900.

ANEXO 2: Ilustrações da metodologia

Figura 1: Silicone facial Silastic MDX 4-4210 (Dow Corning Corporation, Medical Products, Midland, MI, Estados Unidos da América).



Figura 2: Tinta a óleo (Acrilex, São Bernardo do Campo, SP, Brasil) cor Marrom Van Dick utilizada para pigmentação das amostras.



Figura 3: Nanopartículas de ZnO, BaSO₄ e TiO₂ (Apothicário, Araçatuba, São Paulo, Brasil) utilizadas como opacificadores.

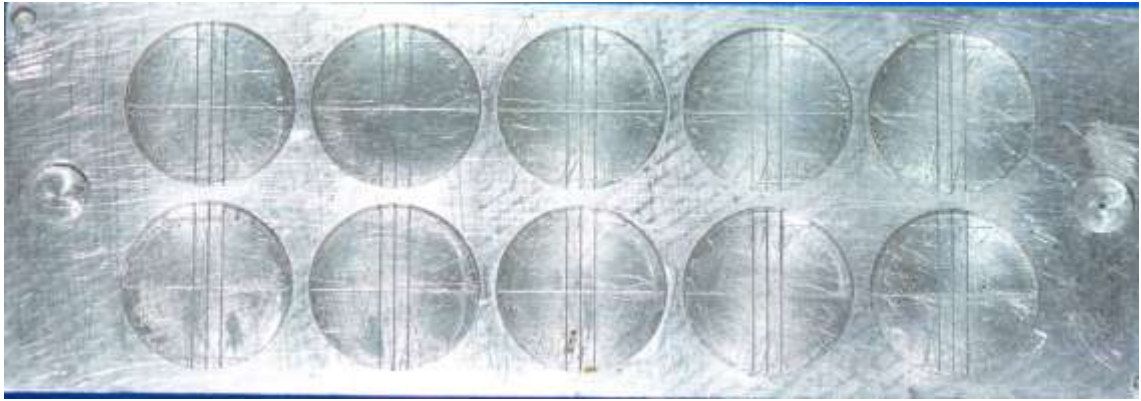


Figura 4: Matriz metálica utilizada na confecção das amostras a serem submetidas ao teste de dureza

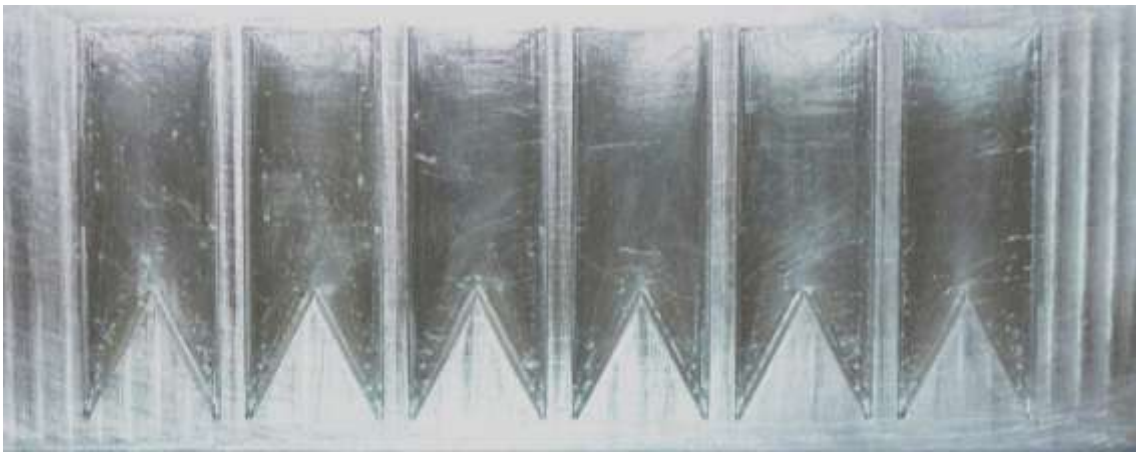


Figura 5: Matriz metálica utilizada na confecção das amostras a serem submetidas ao teste de resistência à ruptura.



Figura 6: Matriz metálica utilizada na confecção das amostras a serem submetidas ao teste de deformação permanente.



Figura 7: Placa de vidro e espátula no. 36 utilizadas para manipulação do silicone, nanopartículas e tinta a óleo.



Figura 8: Balança analítica digital (BEL Equipamentos Analíticos Ltda., Piracicaba, SP, Brasil) utilizada na pesagem dos materiais.

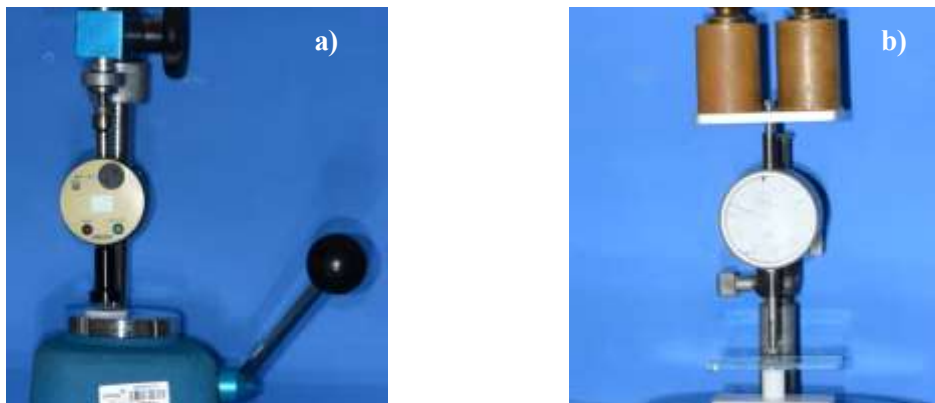


Figura 9: Aparelhos utilizados para a realização dos testes de dureza e deformação permanente: **a)** Durômetro Modelo GDS 709 (Teclock, Osaka, Japão) utilizado para o teste de dureza. **b)** Aparelho com marcador analógico graduado em 0,01 mm para a realização do teste de deformação permanente



Figura 10: Máquina de Ensaio Universal (EMIC, EMIC DL 3000, São José dos Pinhais, PR, Brasil), utilizada na realização do teste de resistência à ruptura



Figura 11: Câmara de envelhecimento acelerado para não-metálicos (EquilamDiadema, SP, Brasil), utilizada para o ensaio de envelhecimento das amostras.



Figura 12: Pesagem dos materiais em balança analítica digital: **a)** Silicone, **b)** Tinta a óleo e **c)** Nanopartícula.



Figura 13: Manipulação e pigmentação do silicone: **a)** incorporação de nanopartículas ao silicone sobre placa de vidro, **b)** Silicone sendo inserido no interior da matriz metálica e **c)** regularização da superfície das amostras com auxílio de espátula metálica.

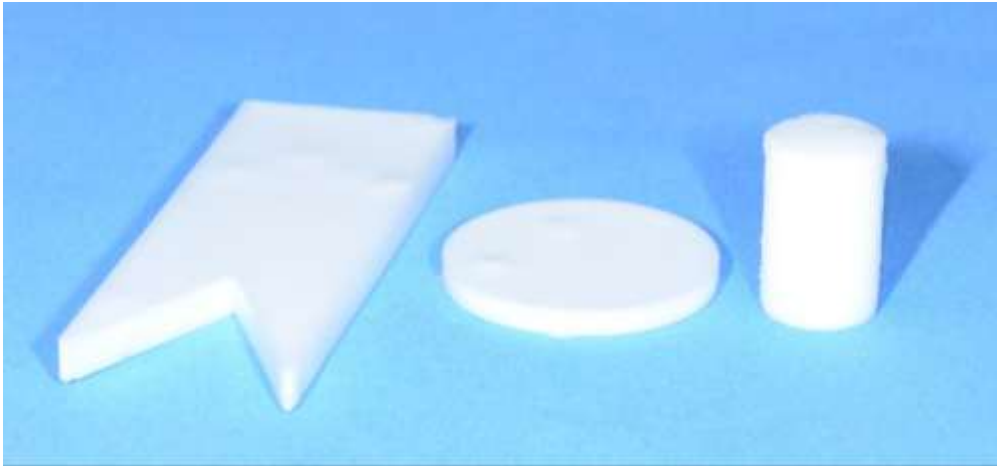


Figura 14: Amostras de silicone do grupo de Zno a 1% finalizadas.



Figura 15: Realização do teste de dureza.

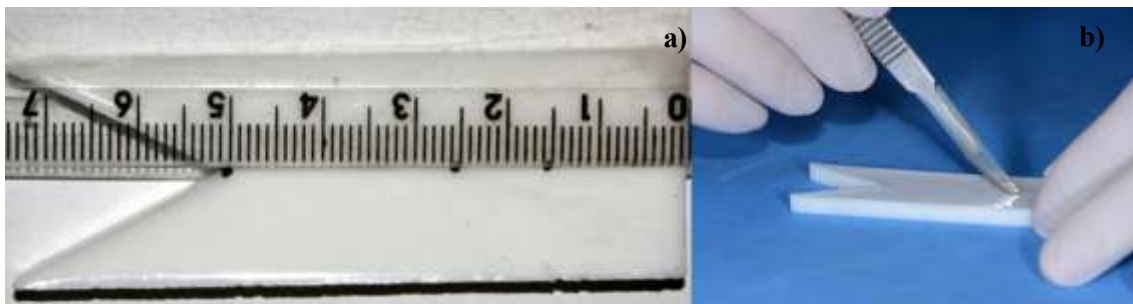


Figura 16: Preparação das amostras para facilitar a propagação da força exercida nas amostras durante o teste de resistência à ruptura: **a)** Demarcações em amostra distando 50 mm, 25 mm e 15 mm da extremidade e **b)** Demarcação dos três pontos com auxílio de bisturi.



Figura 17: Realização do teste de resistência à ruptura.

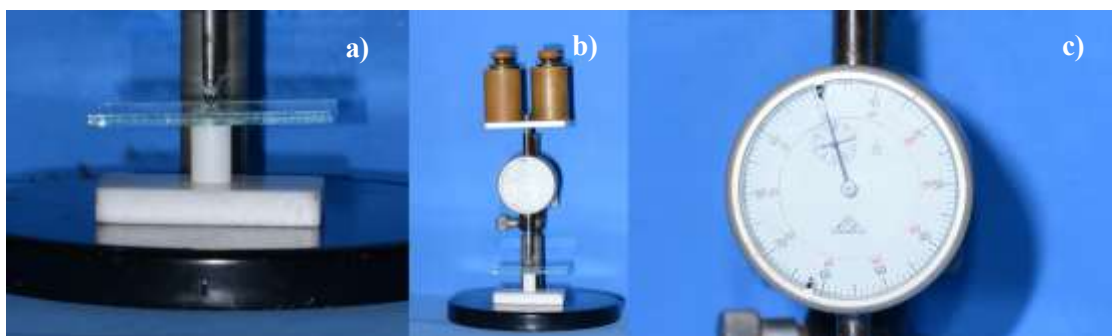


Figura 18: Realização do teste de deformação permanente: **a)** Posicionamento da amostra, **b)** aplicação de carga e **c)** detalhe do relógio graduado em 0,01 mm.