

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E TRIBOLÓGICA DE UM COMPÓSITO
ODONTOLÓGICO DE USO INDIRETO

Liliane Canuto Dolavale

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS
PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE
FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA
METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovado por:

Prof. Sérgio de Souza Camargo Júnior, D.Sc

Prof. Luis Henrique de Almeida, D.Sc

Prof. Ivo Carlos Corrêa. FO-UFRJ, D.Sc

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL
FEVEREIRO DE 2007

DOLAVALE, LILIANE CANUTO

Caracterização Mecânica e Tribológica
de um compósito odontológico de uso
indireto [Rio de Janeiro] 2007

XIV, 77 p. 29,7cm (COPPE/UFRJ,
M.Sc., Engenharia Metalúrgica e de
Materiais, 2007)

Dissertação - Universidade Federal do
Rio de Janeiro, COPPE

1. Compósitos odontológicos de uso indireto
2. Propriedades mecânicas e tribológicas
3. Análise microestrutural

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

DEDICATÓRIA

À minha mãe que sempre me ensinou que é preciso ter determinação e fé em Deus quando se deseja realizar um objetivo.

Ao meu pai por me mostrar a importância do desafio, quanto maior for, melhor o sabor no fim da conquista.

AGRADECIMENTOS

A Deus que foi quem possibilitou que eu estivesse aqui agora.

Ao meu orientador professor Sergio Álvaro de Souza Camargo Junior, por sua sábia orientação e principalmente pela compreensão diante das minhas dificuldades, me fazendo acreditar que sou capaz.

Aos professores do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Glória Dulce de Almeida Soares, Marysilvia Ferreira, Luis Henrique de Almeida, Fernando Luiz Bastian, Luiz Marcelo M. Tavares e Tsuneharu Ogasawara, pelos ensinamentos durante os cursos tão importantes para o desenvolvimento dessa pesquisa.

Ao amigo Paulo César Soares Júnior por toda ajuda e paciência antes e após os ensaios de nanodureza.

À equipe do MEV, pela incansável disposição frente a tantas análises.

À amiga Marta pela ajuda na aquisição das imagens em AFM para esse trabalho.

Ao protético Renan H. Bella pela confecção dos corpos de prova em seu consultório.

Aos técnicos do laboratório de preparação de amostras, Júlio Ferreira, Nelson Aguiar e Osvaldo Pires Filho por toda ajuda e dedicação para comigo.

Aos funcionários do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Paulo Roberto de Jesus Menezes, Elias Xavier Pereira, Francisco de Assis Lima de Souza Junior, Maria Célia Fonseca dos Santos e Bruno Meirelles, pela disposição em ajudar sempre.

Ao pessoal do suporte Metalmat pelo auxílio e apoio.

Ao professor Ivo Carlos Correa pela amizade e apoio durante a tese.

Aos amigos Ingrid Russoni, Ledjane Sobrinho, Taís Munhoz, Fernando Stavale, Alysson Bueno, Michele Vionet, Vinícius Benfica, Marcio Caco, Marília Beltrão, Marcelo Beltrão, Vânia Venâncio, Cristiane Eveline, Andréa Mota, Emanuel Santos Junior, Márcia Anjos, pela amizade e por toda a ajuda diante das minhas dificuldades.

Às mais do que amigas Juliana Antonino e Daniela Barini pelo incansável incentivo e pela amizade sincera.

A minha prima-irmã Camila Mayworm, sem ela a minha caminhada teria sido muito mais difícil.

A minha irmã Daiana pelos momentos de descontração.

A Virgínia, Natália e Wilson pela paciência e compreensão.

Ao meu namorado Kasper Lund-Jensen por toda amizade, carinho, ajuda e paciência.

A todos os meus familiares pelo estímulo e ajuda.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E TRIBOLÓGICA DE UM COMPÓSITO
ODONTOLÓGICO DE USO INDIRETO

Liliane Canuto Dolavale
Fevereiro/2007

Orientador: Sérgio de Souza Camargo Júnior
Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

O presente trabalho tem como objetivo a avaliação *in vitro* das propriedades mecânicas e tribológicas de um compósito odontológico microhíbrido de uso indireto - Resilab®/Wilcos. O compósito foi submetido à análise microestrutural e a ensaios de Desgaste Esfera sobre a Placa (DESP) e de Desgaste Linear Alternado (TDLA), além de microdureza Vickers e de nanodureza. No ensaio DESP, utilizou-se um peso de 100g e 1500 ciclos. No TDLA utilizou-se pinos cerâmicos, EmpresII®/Ivoclar. Tais pinos deslizaram contra superfície do compósito com carga de 1kg e número de ciclos de 5000, 10000, 12000, 13000 e 15000. No ensaio de dureza Vickers, verificou-se a influência do tratamento de ciclagem térmica (5°C - 50°C, 2500 ciclos) na dureza do compósito. No ensaio de nanoindentação, utilizou-se amostras de cores A1 e A4, a fim de avaliar sua influência nos valores de nanodureza e módulo elástico do compósito, além de diferenciar tais propriedades com relação às diferentes fases do material. Os dados de micro e nanodureza foram analisados estatisticamente utilizando ANOVA.

Concluiu-se que no teste de DESP ocorrem os mecanismos de desgaste adesivo e abrasivo, apresentando cicatrizes de desgaste, arrancamento de partículas e formação de crateras. O ensaio TDLA produz desgaste abrasivo e por fadiga, com arrancamento de partículas, formação de microtrincas e deslocamento de material. Os resultados obtidos no ensaio de dureza Vickers mostram que a ciclagem térmica diminui significativamente a dureza na superfície do material devido à absorção de água associada à variação de temperatura. Os resultados da nanoindentação mostram que existe diferença estatisticamente significativa nas propriedades (nanodureza e módulo elástico) entre os compósitos de cores diferentes, a cor mais escura resultando em menores valores, e que é possível estimar o valor de dureza e módulo elástico das diferentes fases do material.

Abstract of Dissertation to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

MECHANIC AND TRIBOLOGIC CHARACTERIZATION OF AN INDIRECT
USE ODONTOLOGIC COMPOSITE.

Liliane Canuto Dolavale
February/2007

Advisor: Sérgio de Souza Camargo Júnior
Department: Metallurgic and Materials Engineering.

The aim of this work is to evaluate the mechanic and tribologic properties of an indirect dental composite - Resilb®/Wilcos. The composite was submitted to microstrutural analysis and different tests: Ball on Plate Wear, Linear Alternated Wear, Vickers microhardness and nanohardness. To carry out the Ball on Plate Wear Test we use a steel sphere turning against the sample with a 100g load and 1500 cycles. In the Linear Alternated Wear Test we use ceramic EmpressII®/Ivoclar pins sliding against the composite surface with a load of 1 kg and 5000, 10000, 12000, 13000 and 15000 cycles. In the Vickers microhardness test we studied the influence of the thermal cycling treatment (5°C - 50°C, 2500 cycles) in the hardness of the composite. In nanohardness test we use samples with colors A1 and A4 to evaluate its influence on hardness and elastic modulus as well as to obtain such properties for the different phases of the composite. The micro- and nanohardness data were analyzed using ANOVA.

We concluded that in the Ball on Plate Wear Test adhesive and abrasive wear mechanisms occur, showing scars, particle removal and crater formation. The Linear Alternated Wear Test produces abrasive and fatigue wear, with particle removal, crack formation and ploughing of the material. The results of Vickers hardness test show that the thermal cycling treatment decreases the material hardness, due to water absorption associated to temperature variation. The results of nanoindentation tests show that there are significant difference in the properties (nanohardness and elastic modulus) between the different colors of the composites and that it is possible to estimate the hardness and elastic modulus of the different composite phases.

SUMÁRIO

1. Introdução	1
2. Revisão Bibliográfica	3
2.1. Materiais compósitos	3
2.1.1. Compósitos reforçados por partículas	3
2.2. Materiais compósitos odontológicos	4
2.2.1. Classificação dos compósitos odontológicos	5
2.2.2. Compósitos indiretos	9
2.3. Propriedades Mecânicas e Tribológicas	10
2.3.1. Desgaste	10
2.3.1.1. Mecanismos de desgaste	11
2.3.1.2. Desgaste na cavidade oral	13
2.3.2. Dureza	21
2.3.2.1. Microdureza	21
2.3.3. Nanodureza	25
3. Materiais e Métodos	27
3.1. Materiais	27
3.2. Métodos	30
3.2.1. Confeção das amostras	30
3.2.2. Teste de Desgaste Esfera sobre Placa.	32
3.2.3. Teste de Desgaste Linear Alternado	34
3.2.4. Teste de Microdureza Vickers	36
3.2.5. Teste de Nanodureza	36
3.2.6. Análise microestrutural	39

4. Resultados e Discussão	42
4.1. Caracterização Microestrutural Qualitativa.	42
4.2. Ensaio de Desgaste de Esfera sobre Placa (Ball Crater).	47
4.3. Ensaio de Desgaste Linear Alternado.	50
4.4. Ensaio de Microdureza Vickers.	60
4.5. Ensaio de Nanodureza.	62
5. Conclusão	69
6. Referências Bibliográficas	71
7. Apêndice	78

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema de desgaste adesivo (BUSCHAN e GUPTA, 1997).	11
Figura 2 - Esquema de desgaste abrasivo (BUSCHAN e GUPTA, 1997).	11
Figura 3 - Esquema de desgaste corrosivo (BUSCHAN e GUPTA, 1997).	12
Figura 4 - Esquema de desgaste por fadiga (BUSCHAN e GUPTA, 1997).	12
Figura 5 - Média de “Agressividade” e desvio padrão obtido para cada compósito testado, BIANCHI et al (2002).	16
Figura 6 - Ilustração do teste de desgaste “pino sobre bloco”.	17
Figura 7 - Resultados dos estudos de MANHART (2000).	18
Figura 8 - O gráfico mostra a evolução da taxa de desgaste média para cada material em função dos ciclos (número de rotações) escolhidos para o ensaio. Verificar também a influência do envelhecimento em saliva artificial na taxa de desgaste dos materiais. Onde A= tratamento com saliva e B= sem tratamento. (MAYWORM, 2005).	20
Figura 9 - Gráfico da taxa de desgaste em função do número de ciclos. DE SOUZA (2006).	21
Figura 10 - Apresentação comercial do material Resilab®/Wilcos.	28
Figura 11 - Apresentação comercial do material IPS Empress II®/Ivoclar.	29
Figura 12 - Equipamento Gentest utilizado no ensaio de desgaste. A seta mostra a esfera metálica em contato com o suporte que contém a amostra.	33
Figura 13 - Representação esquemática do teste de deslizamento.	35
Figura 14 - Perfil obtido em um perfilômetro do sulco produzido em um Ensaio de Desgaste Linear Alternado. Estão assinaladas a profundidade (P) e a área (A).	
Figura 15 - Representação esquemática: (a) de uma seção através da nanoindentação; (b) da carga aplicada versus profundidade de penetração do penetrador.	37
Figura 16 - Esquema de funcionamento de um AFM.	40
Figura 17 - Micrografia em MEV da superfície polida do compósito Resilab®/Wilcos. As setas mostram os diferentes tamanhos das partículas.	43
Figura 18 - Micrografia em MEV da superfície polida do compósito Resilab®/Wilcos.	43
Figura 19 - Análise por EDS dos elementos químicos presentes no ponto 1 da figura 18.	44

Figura 20 - Análise por EDS dos elementos químicos presentes no ponto 2 da figura 18.	44
Figura 21 - Imagem topográfica em AFM do compósito Resilab/Wilcos®. Em (a) as setas mostram as partículas de borosilicato de alumínio e em (b) mostram as partículas de sílica.	45
Figura 22 - Imagem em MEV do pino cerâmico.	46
Figura 23 - Análise por EDS dos elementos químicos presentes na cerâmica EmpressII®/Ivoclar.	46
Figura 24 - Fotomicrografias em MEV das calotas: a) presença de riscos ou cicatrizes no interior da calota; b) com um aumento maior, as setas mostram a direção de deslizamento.	47
Figura 25 - Fotomicrografia em MEV do interior das calotas (1500 ciclos): a) as setas mostram arrancamento de partículas; b) seta mostrando formação de crateras; c) formação de crateras em um aumento maior.	48
Figura 26 - Micrografia em MEV da superfície desgastada pelo ensaio Ball Crater do compósito Resilab®/Wilcos.	49
Figura 27- Análise por EDS dos elementos presentes no ponto 1 da figura 26.	50
Figura 28 - Análise por EDS dos elementos presentes no ponto 2 da figura 26.	50
Figura 29 - Valores médios e desvio padrão obtidos para a área (A) em função do número de ciclos.	51
Figura 30 - Valores médios e desvio padrão obtidos para a profundidade (P) em função do número de ciclos.	51
Figura 31 - Análise da superfície de desgaste no ensaio realizado com 5000 ciclos: a) as setas indicam a direção dos deslizamento; b) formação de microtrincas e início do deslocamento do material; c) deslocamento de material e formação de novas microtrincas. As setas indicam formação das trincas.	53
Figura 32 - Fotomicrografia em MEV da superfície de desgaste com a marcação de 3 pontos para análise em EDS.	54
Figura 33 - Análise por EDS dos elementos presentes no ponto 1.	54
Figura 34 - Análise por EDS dos elementos presentes no ponto 2.	55
Figura 35 - Análise por EDS dos elementos presentes no ponto 3.	55

Figura 36 - Análise da superfície de desgaste no ensaio realizado com 10000 ciclos: a) as setas mostram a formação de trincas no material; b) as setas indicam a formação de crateras.	56
Figura 37 - Análise da superfície de desgaste no ensaio realizado com 13000 ciclos: a) as setas brancas mostram áreas onde o deslocamento já ocorreu e as setas pretas mostram regiões onde ainda existem placas. b) imagem de uma cratera que sugere o arrancamento de uma partícula de sílica; c) imagem aproximada de uma cratera.	57
Figura 38 - Análise da superfície de desgaste no ensaio realizado com 15000 ciclos: a) fronteira entre região desgastada e região polida; b) desgaste acentuado do material com formação de degraus; c) imagem com aumento maior mostrando novas trincas após deslocamentos; d) as setas demonstram arrancamento de partículas; e) desgaste muito acentuado do material mostrado em aumento maior; f) as setas mostram imagens de trincas se formando.	59
Figura 39 - Posição de estresse máximo segundo DAVIES (1949).	60
Figura 40 - O gráfico mostra a influência do tratamento térmico do material nos seus respectivos valores de dureza.	62
Figura 41 - Imagem em MO do compósito Resilab®/Wilcos com um aumento de 200X. Observar as 81 indentações feitas em uma matriz 9X9.	63/67
Figura 42 - Histograma mostrando a distribuição dos valores de nanodureza das diferentes cores de resina. Pode-se observar que o grupo RA1 tem valores mais altos que o grupo RB.	64
Figura 43 - Histograma mostrando a distribuição dos valores de módulo elástico das diferentes cores de resina. Pode-se observar que o grupo RA1 tem valores mais altos que o grupo RB.	64
Figura 44 - Imagem em MO do compósito Resilab®/Wilcos com um aumento de 200X. Observar as 10 indentações realizadas em uma matriz 5X2.	66
Figura 45 - Gráfico que mostra imagem com os valores de nanodureza obtidos nas indentações do ensaio representado na figura 42.	64
Figura 46 - Gráfico que mostra imagem com os valores de módulo de elasticidade obtidos nas indentações do ensaio representado na figura 42.	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação dos compósitos (CRAIG e POWERS, 2004).	6
Tabela 2 - Classificação dos compósitos quanto ao tamanho de partículas (WILLEMS et al, 1992).	7
Tabela 3 - Classificação dos compósitos quanto ao tamanho das partículas (ANUSAVICE, 1998).	8
Tabela 4 - Propriedades dos compósitos odontológicos (ANUSAVICE, 1998).	9
Tabela 5 - Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos estudos de BIANCHI et al (2002).	16
Tabela 6 - Resultados dos estudos de WANG (1998).	17
Tabela 7 - Resultados dos estudos de BARKMEIER et al (1999).	19
Tabela 8 - Média de dureza e de módulo de elasticidade dos diferentes materiais (YAT et al, 2004).	23
Tabela 9 - Resultados dos estudos de dureza (MAYWORM, 2005).	24
Tabela 10 - Resultados dos estudos de nanodureza e módulo de elasticidade (HE e SWAIN, 2006).	26
Tabela 11 - Composição da Cerâmica Empress II®/Ivoclar segundo patente US5968856: Sinterable Lithium disilicate glass-ceramics (1999).	29
Tabela 12 – Denominação das amostras Resilab®/Wilcos.	31
Tabela 13 - Condições utilizadas para realização dos testes, amostra RA ₁ .	38
Tabela 14 - Condições utilizadas para realização dos testes, amostra RB.	39
Tabela 15 - Resultados das medidas de dureza Vickers para cada amostra, em cada situação (Grupo RA ₁ – sem termociclagem e Grupo RA ₂ – com termociclagem).	61
Tabela 16 – Média e desvio padrão dos resultados de nanodureza.	65
Tabela 17 – Média e desvio padrão dos resultados de módulo elástico.	65
Tabela 18 – Valores de nanodureza e módulo elástico para cada indentação relativos a figura 45.	66

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 - Dureza Vickers	22
Equação 2 - Nanodureza	38
Equação 3 - Módulo de Elasticidade da amostra	38
Equação 4 - Módulo de Elasticidade Reduzido	38

1. Introdução

O principal objetivo da odontologia é manter ou melhorar a qualidade de vida bucal do paciente. Esse objetivo pode ser alcançado pela prevenção de doenças, pelo alívio da dor, aperfeiçoamento da eficiência mastigatória, aprimoramento da fonética e pela melhora da aparência. Em virtude de muitos desses objetivos requererem a reposição ou alteração da estrutura dentária existente, há séculos o principal desafio da odontologia tem sido o desenvolvimento e a seleção de materiais biocompatíveis e duráveis para restaurações dentárias capazes de suportar as condições adversas da cavidade oral.

Hoje na odontologia temos quatro grandes grupos de materiais: metais, cerâmicas, polímeros e compósitos. Apesar dos recentes aperfeiçoamentos nenhum deles é de uso permanente. Um material ideal deve ser biocompatível, ter adesão permanente às estruturas dentárias, igualar-se com a aparência da estrutura dentária e exibir propriedades similares às do dente (ANUSAVISE, 2005).

Dentro do grupo dos compósitos temos os materiais dentários restauradores que são utilizados para reparar ou substituir a estrutura dentária. Esses materiais podem ser classificados como materiais restauradores diretos ou materiais restauradores indiretos, na dependência de serem utilizados intra-oralmente, para confeccionar restaurações diretamente nos dentes ou extra-oralmente, em que os materiais são confeccionados em laboratórios de prótese dentária, polimerizados fora da boca (CONCEIÇÃO, 2002).

O uso de compósitos restauradores indiretos aumentou significativamente nos últimos anos, devido entre outros fatores ao seu baixo custo. Por ser barato e ter estética bastante aceitável, o seu uso contínuo tem sido encorajado como uma alternativa viável à restauração metálica ou cerâmica. A grande popularização desse material trouxe consigo um número alarmante de falhas principalmente devido à má indicação e a falta de preparo técnico de alguns profissionais.

Entretanto, estes materiais possuem propriedades inadequadas quando comparadas às do metal. A baixa resistência ao desgaste, resultando em perda de anatomia da restauração, a fratura do corpo e da margem e a microinfiltração marginal são citadas como sendo as causas mais comuns de falhas dos compósitos em dentes posteriores. Fraturas no corpo da

restauração e nas margens têm sido mencionadas como sendo os maiores problemas (ROULET, 1998).

Em contrapartida, esses compósitos possuem boa estética, são capazes de aderir à estrutura dentária e suas limitações, como a alta taxa de desgaste, tem sido vencidas nos últimos anos. O aumento na quantidade de partículas inorgânicas tem efeito significativo nas características mecânicas do material e a diminuição do volume da matriz orgânica reduz a contração de polimerização e o desgaste intra-oral (MANHART et al 2000).

Este trabalho tem como objetivo avaliar propriedades mecânicas de microdureza e nanodureza, e tribológicas (desgaste) do compósito odontológico de uso indireto da marca comercial Resilab®/Wilcos. Também foi realizada a caracterização microestrutural deste material.

Com o objetivo de avaliar a influência da ciclagem térmica, os corpos de prova passaram por tratamentos de 2500 ciclos (5°C - 50°C) e sua microdureza Vickers foi avaliada. Medidas de nanoindentação também foram realizadas de forma a obter valores de módulo elástico e nanodureza do mesmo material nas cores A1 e A4. Estas medidas também foram utilizadas com o intuito de diferenciar as propriedades das diferentes fases do material. Os resultados dos testes de microdureza e nanodureza foram avaliados estatisticamente utilizando ANOVA.

Dois tipos de ensaios de desgaste foram realizados, Teste de Desgaste Linear Alternado (TDLA) e Desgaste Esfera Sobre a Placa (DESP). No equipamento para realização do ensaio DESP, uma esfera de aço gira em contato com a amostra provocando desgaste de dois corpos. Nesse estudo, utilizou-se um peso de 100g e 1500 ciclos. Observou-se que neste caso os mecanismos de desgaste adesivo e abrasivo predominam. No ensaio TDLA utilizou-se pinos cerâmicos, EmpressII®/Ivoclar. Tais pinos deslizaram contra superfície do compósito com carga de 1 kg e número de ciclos de até 15000. A perda de material foi avaliada por perfilometria. Os resultados revelam que os mecanismos de desgaste que dominam neste caso são inicialmente o desgaste abrasivo e, para número de ciclos grande, o desgaste por fadiga.

2. Revisão de Literatura

2.1. Materiais Compósitos

Ao longo dos anos, cientistas perceberam a necessidade de materiais com combinações incomuns de propriedades que não podiam ser atendidas por ligas metálicas, cerâmicas ou materiais poliméricos. A combinação de dois ou mais materiais com a intenção de promover características especiais se deu o nome de compósito.

Um compósito é qualquer material multifásico artificialmente fabricado (em oposição a um que ocorre ou que se forma naturalmente) no qual as fases constituintes são quimicamente diferentes e separadas por interfaces distintas (CALLISTER JR., 2002). Além disso, segundo CHAWLA (1997), os compósitos possuem propriedades intermediárias às suas fases constituintes as quais não podem ser descritas por nenhum dos componentes em separado.

A grande maioria dos compósitos é formada por apenas duas fases: a matriz, que é contínua e envolve a segunda fase, chamada de fase dispersa. A fase dispersa pode ser constituída por partículas, possuindo eixos iguais ou pode ter a geometria de uma fibra, isto é, uma grande razão entre o comprimento e o diâmetro. Segundo CALLISTER (2002), as propriedades dos compósitos são uma função das propriedades das fases constituintes, das suas propriedades relativas e da geometria da fase dispersa; que subentende-se a forma das partículas, seu tamanho, sua distribuição e sua orientação.

2.1.1. Compósitos reforçados por partículas

Os compósitos reforçados por partículas podem ser classificados como: compósitos de partículas grandes e os compósitos reforçados por dispersão. A diferença entre eles está no mecanismo de reforço (CALLISTER JR., 2002). No caso das partículas grandes as interações não podem ser tratadas pelo ponto de vista anatômico, em vez disso é empregada a mecânica do contínuo. Já nos compósitos onde temos compósitos reforçados por dispersão, as interações partícula-matriz ocorrem em nível atômico ou molecular.

A finalidade das partículas é restringir o movimento da matriz que a circunda. A matriz transfere parte da tensão aplicada às partículas, as quais suportam uma fração de carga. Uma ligação forte entre partículas e matriz proporciona em um aumento efetivo da resistência do material.

2.2. Materiais Compósitos Odontológicos

O advento dos compósitos como material restaurador em odontologia deu-se no final da década de 50 quando BOWEN (1962) desenvolveu um sistema restaurador que consiste de dois componentes: a matriz de resina, que é um produto da reação de bisfenol A e metacrilato de glicidil (Bis-GMA), e um preenchimento ou carga que consiste de um vidro de boro-silicato no formato de pequenas esferas e hastes (BOWEN, 1962, LEINFELDER, 1988).

Desde a sua descoberta, as características físicas e mecânicas dos compósitos têm melhorado. Por meio da diminuição do tamanho das partículas e aumento da quantidade das mesmas, sua resistência à abrasão tem aumentado consideravelmente. Atualmente os compósitos odontológicos resistem a um esforço oclusal 10 a 15 vezes maior do que os originais (LEINFELDER, 1997).

A matriz resinosa é composta geralmente de monômeros que são diacrilatos alifáticos ou aromáticos, sendo o bisfenol A-glicidilmetacrilato (Bis-GMA) e o uretanodimetacrilato (UDMA) os mais utilizados. Nela existem também monômeros de baixo peso molecular, principalmente, o trietilenoglicoldimetacrilato (TEGDMA) que tem a função de diluente (HOCKING et al, 2004). Além desses componentes são adicionados aos compósitos iniciadores de polimerização, agente de cobertura para partícula da carga conhecido como silano, inibidores que previnem a polimerização espontânea dos monômeros (hidroquinona) e modificadores óticos (ANUSAVICE, 2005).

Os iniciadores de polimerização são agentes que, quando ativados desencadeiam a reação de polimerização dos compósitos. Nos compósitos fotopolimerizáveis o uso de luz visível com comprimento de onda em torno 470 nm ativam a cânforoquinona, (fotoiniciador adicionado pelo fabricante em quantidades que variam de 0,2 a 10%,

segundo CRAIG e POWERS (2004)), propiciando uma interação reativa com uma amina terciária (CONCEIÇÃO, 2002).

As partículas podem ser de quartzo, sílica coloidal, vidros de bário, estrôncio entre outros e recobertas por um agente de cobertura. Pode-se dizer que as partículas inorgânicas promovem modificações efetivas nas propriedades físicas e mecânicas e contribuem na redução do desgaste dos polímeros como um todo (SU et al, 2004).

WILLEMS et al (1992) e KUGEL et al (2003) afirmam que a quantidade e o tamanho das partículas determinam diretamente as propriedades físicas e mecânicas dos materiais compósitos, dos quais o módulo de elasticidade, a dureza e a rugosidade superficial parecem ser clinicamente relevantes em seu desempenho mecânico.

O agente de cobertura é um organossilano, que é o responsável pela união entre as partículas de carga inorgânica e a matriz resinosa. Esse agente é essencial para a melhoria das propriedades físicas e mecânicas, pois promove a adesão entre as duas fases. Essa adesão estabelece uma transferência de tensões da matriz, que se deforma mais facilmente, para as partículas que são mais rígidas e praticamente indeformáveis (LUTZ e PHILLIPS, 1984, ANUSAVICE, 2005).

O silano é aplicado pelo fabricante nas partículas inorgânicas, antes de serem misturadas ao oligômero não-reagido. Os silanos contêm grupos funcionais (como o metoxi), que hidrolisam e reagem com as partículas inorgânicas, como também grupos orgânicos insaturados, que reagem com os oligômeros durante a polimerização (CRAIG e POWERS, 2004).

2.2.1. Classificação dos Compósitos Odontológicos

Muitos sistemas de classificação têm sido propostos e a nomenclatura varia de acordo com cada autor. No início da década de 80 foi introduzido um sistema de classificação baseado no tamanho médio das partículas da carga, na técnica de fabricação e na composição química das partículas (LUTZ e PHILLIPS, 1984).

Para CRAIG e POWERS (2004), um método auxiliar para classificar os compósitos dentários é pelo tamanho, formato e distribuição das partículas, como a classificação apresentada na tabela 1.

Tabela 1 - Classificação dos compósitos (CRAIG e POWERS, 2004).

Categoria	Média do tamanho das partículas (µm)
1- Compósitos antigos (partículas grandes e irregulares)	20 - 30
2- Compósitos com partículas micro-finas	0,04 - 0,2
3- Compósitos com partículas finas	0,4 - 3
4- Compósitos de micro-híbridas ou micro-partículas	(contém partículas finas e micro-finas)

Além da classificação baseada nas características das partículas, CRAIG e POWERS (2004), também classificam os compósitos como:

- 1- *Compósitos de micropartículas*: na sua composição encontramos resina de dimetacrilato, com partículas de sílica coloidal com tamanho médio de 0,04 µm e volume de carga de 32 a 50% .
- 2- *Compósitos compactáveis*: são compostos de resina de dimetacrilato, fotoativadas, com carga (fibras ou partículas porosas irregulares), que medem de 0,04 a 2,0 µm e possuem de 58 a 80% em volume de carga.
- 3- *Compósitos de baixa viscosidade*: contém resina de dimetacrilato e partículas inorgânicas com tamanho variando entre 0,04 e 3,0µm, com volume de carga entre 42 a 62%.
- 4- *Compósitos laboratoriais*: são também chamados de compósitos indiretos, sendo processados em laboratório, utilizando para polimerizar várias combinações de luz, calor, pressão e vácuo. Possuem cargas com tamanho que

varia entre 0,04 e 0,3 μ m e possuem um volume de partículas inorgânicas entre 60 e 70%.

- 5- *Compósitos para núcleo de preenchimento*: são utilizados para preencher o interior do dente que foi perdido por cárie. São quimicamente ativados e liberam fluoretos.
- 6- *Compósitos universais*: possuem partículas de tamanho que variam de 0,04 a 3,0 μ m, possuem um alto módulo de elasticidade e volume de partículas inorgânicas que varia entre 60 e 70%.

A tabela 1 do apêndice apresenta diversas propriedades dos diferentes tipos de compósitos (CRAIG e POWERS, 2004).

WILLEMS et al (1992) publicaram uma classificação que se baseia no tamanho médio, distribuição, morfologia das partículas, módulo de Young e rugosidade superficial. Na tabela 2 pode-se verificar a classificação quanto ao tamanho médio de partículas.

Tabela 2 - Classificação dos compósitos quanto ao tamanho das partículas (WILLEMS et al, 1992).

Categoria	Média do tamanho das partículas (μm)
1- Compósitos microfinos	0,04
2 - Compósitos Híbridos	
Ultrafino	0,8 – 3,6
Fino	4,2 – 9,3
3- Compósitos de Micropartículas	
Ultrafino	1,0 – 3,6
Fino	3,6 – 8,9

A ADA (American Dental Association – Associação Dentária Americana), descreve duas categorias de compósitos diretos na especificação número 27 (Conselho de Materiais Dentários, ADA, 1997). Classificações mais elaboradas são baseadas na distribuição e no tamanho das partículas como também na quantidade de partículas incorporadas (LUTZ and PHILLIPS, 1984, CONCEIÇÃO et al, 2002, LEINFELDER, 1995).

ANUSAVICE (1998) também classificou os compósitos dentários quanto ao tamanho médio das partículas, conforme mostra a tabela 3.

Tabela 3 - Classificação dos compósitos odontológicos quanto ao tamanho das partículas (ANUSAVICE, 1998).

Categoria	Média do tamanho das partículas (µm)
Compósitos tradicionais	8-12, podendo chegar a 50
Partículas de cargas finas	0,5-1,00
Micropartículas	0,04-0,4
Compósito híbrido	0,06-1,0

- 1- *compósitos tradicionais*: são também chamados de *convencionais* ou de *macropartículas*, e possuem a sua fase dispersa formada de quartzo moído com um tamanho aproximado de 8 a 12µm. Possuem de 60 a 65% de carga inorgânica em volume e de 70 a 80% de carga inorgânica em peso.
- 2- *compósitos de partículas finas*: possuem um tamanho menor de carga (0,5 a 1,0), sendo estas compostas por vidro de óxidos de metais pesados e sílica coloidal. Possuem de 65 a 77% de carga inorgânica em volume e de 80 a 90% de carga inorgânica em peso.
- 3- Os *compósitos híbridos* possuem partículas de diferentes tamanhos e isso permite uma grande melhora nas propriedades devido a um melhor empacotamento das partículas, como pode ser verificado na tabela 4.

- 4- Os *compósitos de micropartículas*: possuem um tamanho menor de carga que os supracitados (0,04 a 0,4µm). Possuem de 20 a 55% de carga inorgânica em volume e de 35 a 60% de carga inorgânica em peso. Os compósitos de microcarga possuem uma particularidade que lhe é conferida devido à utilização de sílica coloidal como fase dispersa. Durante a mistura, as partículas de sílica tendem a se aglomerar. A sílica não é misturada diretamente a matriz, elas são incorporadas sob uma variedade de formas: partículas pré-polimerizadas, aglomeradas e aglomeradas por sinterização (FORTIN e VARGAS, 2000).

Tabela 4 - Propriedades dos compósitos odontológicos (ANUSAVICE, 1998).

PROPRIEDADES	Tradicional	Microcarga	Partículas Finas	Híbrida
% em volume	60-65	20-55	65-77	60-65
% em peso	70-80	35-60	80-90	75-80
Resistência à compressão (MPa)	250-300	250-300	350-400	300-350
Resistência à tração (MPa)	50-65	30-50	75-90	70-90
Módulo de elasticidade (GPa)	8-15	3-6	15-20	7-12
Coef. Expansão térmica (10 ⁻⁶ /°C)	25-30	50-60	19-26	30-40
Absorção de água (mg/cm ³)	0,5-0,7	1,4-1,7	0,5-0,6	0,5-0,7
Dureza Knoop	55	5-30	50-60	50-60

Os *compósitos* também podem ser classificados como “*diretos*” ou “*indiretos*”. Essa nomenclatura depende da forma como são utilizados. Conforme já citado anteriormente, os compósitos de uso indireto também são chamados de *compósitos laboratoriais*. Essa nomenclatura é utilizada por que são processados em laboratório, utilizando combinações de luz, calor, pressão e vácuo na sua polimerização (CRAIG e POWERS, 2004).

2.2.2. Compósitos Indiretos

Os compósitos indiretos foram introduzidos no início dos anos 80. Esses materiais foram desenvolvidos na tentativa de superar as desvantagens dos compósitos de uso direto

como a técnica de confecção sensível, a contração de polimerização e desgaste acelerado. As restaurações indiretas são confeccionadas fora da boca e cimentadas no dente com um sistema resinoso compatível, necessitam de uma moldagem e de um técnico de laboratório dental para sua produção. Além da luz convencional o processo laboratorial ainda emprega calor (cerca de 140°C) e pressão (0,6 MPa) (RAMMELSBURG et al, 2000). A principal vantagem desses materiais é a obtenção de um maior grau de conversão dos monômeros, o que melhora as propriedades físicas e a resistência ao desgaste (ANUSAVICE, 2005). A contração de polimerização não ocorre no dente preparado; portanto, as tensões introduzidas pela contração e as falhas de união são diminuídas, o que diminui o potencial para infiltração. Além disso, as resinas podem ser reparadas na boca e não são tão abrasivas contra os dentes antagonistas, como são as cerâmicas.

Esses materiais têm vantagens sobre as próteses fixas metalo-cerâmicas e as restaurações totalmente cerâmicas. As próteses metalo-cerâmicas requerem uma subestrutura de metal, e por conta disso é difícil obter a translucência observada em dentes naturais. Já as restaurações totalmente cerâmicas têm a translucidez necessária, mas tem problemas como desgaste abrasivo na dentição natural.

Quando comparados com compósitos de uso direto apresentam vantagens como maior facilidade para fazer os pontos de contato, contornos e adaptação marginal da restauração (LEINFELDER, 1997)

2.3. Propriedades Mecânicas e Tribológicas

2.3.1. Desgaste

A atividade mecânica na superfície de um corpo sólido por contato e movimento de um corpo oposto é chamada atividade tribológica. Tribologia é o ramo da ciência que estuda a fricção e descreve os fenômenos que ocorrem na área de fricção. O resultado de uma atividade tribológica que ocorre entre duas superfícies em contato e em movimento, provocando a remoção de material das superfícies, é dito desgaste (CRAIG e POWERS, 2004).

2.3.1.1 Mecanismos de desgaste

A maneira como acontece a remoção do material durante o desgaste pode ser descrita por vários mecanismos. Em geral existem quatro tipos de desgaste: adesivo ou por deslizamento, abrasivo, corrosivo e por fadiga.

O desgaste adesivo ocorre quando dois corpos com superfícies lisas deslizam entre si e fragmentos de uma superfície aderem na outra. Mais tarde esses fragmentos podem se soltar e novamente aderirem na superfície original ou também formarem partículas de desgaste perdidas (RABINOWICZ, 1995). A figura 1 ilustra o esquema de desgaste adesivo (BUSCHAN e GUPTA, 1997).

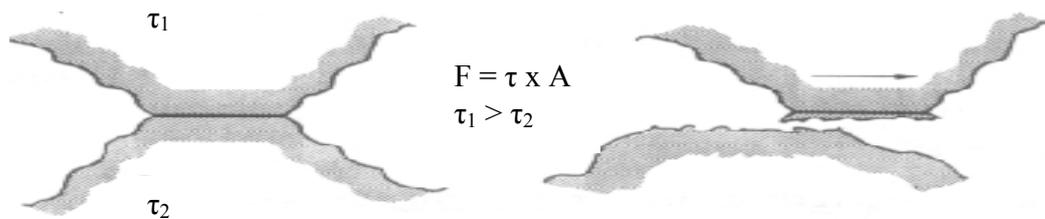


Figura 1 - Esquema de desgaste adesivo (BUSCHAN e GUPTA, 1997).

O desgaste abrasivo envolve uma superfície macia em contato com uma superfície mais dura ou quando partículas duras são introduzidas entre as superfícies. Pode haver dois tipos de desgaste abrasivo: de dois ou de três corpos (MAIR, 1990). O desgaste de dois corpos ocorre quando somente duas superfícies estão em contato. O desgaste de três corpos ocorre quando existe uma substância sólida entre duas superfícies. A figura 2 ilustra o esquema de desgaste abrasivo (BUSCHAN e GUPTA, 1997).

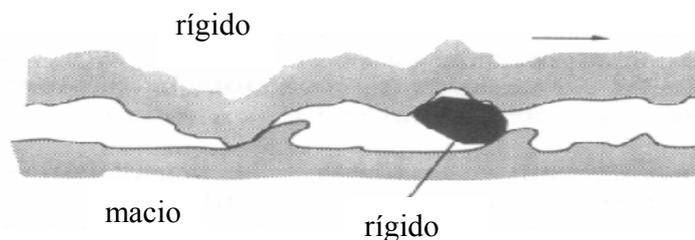


Figura 2 - Esquema de desgaste abrasivo (BUSCHAN e GUPTA, 1997).

O desgaste corrosivo ocorre quando o deslizamento acontece em um ambiente agressivo quimicamente. Na ausência de deslizamento os produtos da corrosão formarão um filme nas superfícies. Esses filmes tendem a retardar ou até mesmo deter a corrosão. No entanto a ação de deslizamento remove esse filme e o ataque corrosivo continua (RABINOWICZ, 1995). A figura 3 ilustra o esquema de desgaste corrosivo (BUSCHAN e GUPTA, 1997).



Figura 3 - Esquema de desgaste corrosivo (BUSCHAN e GUPTA, 1997).

O desgaste por fadiga acontece quando o material sofre forças repetidas abaixo do limite de proporcionalidade. Neste tipo de desgaste, as tensões são produzidas por asperezas ou partículas livres, levando a formação de trincas de superfície, ou sub-superfície, com a formação de grandes fragmentos. Quando esses fragmentos são removidos há a formação de grandes crateras na superfície (RABINOWICZ, 1995). A figura 4 ilustra o esquema de desgaste por fadiga (BUSCHAN e GUPTA, 1997).



Figura 4 - Esquema de desgaste por fadiga (BUSCHAN e GUPTA, 1997).

É muito comum que em um contato real, mais de um mecanismo de desgaste aconteça simultaneamente. A combinação precisa dos mecanismos de desgaste depende das condições de contato e resultará em um tipo específico de desgaste (HOLMBERG e MATTHEWS, 1994).

2.3.1.2. Desgaste na cavidade oral

Vários fatores tornam o desgaste de biomateriais único. O processo de desgaste pode produzir mudanças no formato, que podem afetar a função. Por exemplo, o desgaste na cavidade oral é caracterizado pela perda da forma anatômica normal de um material ou do dente. O desgaste de uma estrutura dentária e de materiais restauradores pode ser resultado de condições mecânicas, fisiológicas ou patológicas.

O bruxismo é um desgaste de forma patológica, no qual as superfícies opostas deslizam entre si. A escovação feita inadequadamente com dentífrício pode causar desgaste tipo abrasivo.

As características mais importantes dos materiais dentários utilizados na restauração das superfícies oclusais dos dentes são: sua resistência ao desgaste e a predisposição do material de provocar desgaste nas superfícies oclusais da dentição oposta, seja ela natural ou artificial (DELONG et al, 1989, KOCZOROWSKI e WLOCH, 1999).

Segundo MANHART et al (2000), tem-se observado que o volume médio, a composição das partículas e o espaço entre as partículas influenciam no desgaste dos materiais. Quanto maior for a partícula, maior a taxa de desgaste, porque durante o processo, as partículas podem ser arrancadas do material, resultando em uma avaria na superfície e aumentando então o desgaste.

Atualmente resistência ao desgaste só pode ser medida em testes laboratoriais que simulam condições experimentais simples. Até agora, nenhum método se mostrou eficaz para prever o desempenho clínico, muito embora vários testes laboratoriais sejam úteis para guiar pesquisas e esforços de desenvolvimento, avaliações clínicas controladas são as únicas formas confiáveis de se avaliar durabilidade e tempo de vida útil dos materiais restauradores (ANUSAVICE, 1998).

O desgaste de materiais restauradores é um processo complexo que envolve um número de diferentes mecanismos de desgaste dependendo do material e do paciente (DAHL e OILO, 1994, WANG, 1998). O exato mecanismo de desgaste na cavidade oral não é conhecido, mas sabe-se que pode envolver vários modelos.

Para MAIR (1990), o desgaste oclusal pode ser descrito por um mecanismo de “três – corpos” *in natura*, ou seja, desgaste erosivo que resulta do impacto das partículas ou fluidos

no bolo alimentar passando sobre as superfícies oclusais do dente e seu antagonista durante a mastigação. LUTZ et al (1984) caracterizaram esse tipo de desgaste como desgaste em áreas de livre contato oclusal (CFAs - contact free areas). O tipo de desgaste que resulta de contatos diretos foi definido como desgaste em áreas de contato oclusal, (OCA - oclusal contact areas), onde mecanismos como desgaste abrasivo, desgaste adesivo, e superfície de fadiga estão envolvidos (LUTZ et al, 1984, MAIR, 1991). O componente erosivo de desgaste pode estar ativo nesta área, mas somente em locais de contatos deslizantes ou entre os pontos de contato (De GEE et al, 1996).

Segundo MAIR (1991), na ausência de comida o componente “erosão” é excluído. Essa condição de desgaste é frequentemente descrita como “dois-corpos” *in natura* (De GEE et al., 1996).

Outro tipo de desgaste pode ser a “corrosão” *in natura*, que seria o desgaste corrosivo (MAIR, 1992), que envolve a interação de amolecimento químico da matriz resinosa e o movimento das superfícies, (MAIR, 1991, McKINNEY, 1982). Isso pode incluir a exposição a produtos químicos como etanol, óleos vegetais, ácidos orgânicos e enzimas. A água também é encontrada na literatura como tendo um efeito químico similar na matriz resinosa, contribuindo para o desgaste por corrosão.

O desgaste sofrido pelo material em contato com a cúspide do dente antagonista pode ser explicado pela alta tensão gerada em uma área muito pequena. Já o desgaste que o material sofre pelo alimento pode estar mais relacionado às propriedades do material como porosidade, estabilidade do agente de união silano, grau de conversão do monômero, tipo e tamanho das partículas de carga. Variações entre os pacientes, como as diferenças nos padrões alimentares, níveis de força mastigatória, meio ambiente bucal, irregularidades da superfície dental como fôssulas, cristas e sulcos também interferem no desgaste do material (ANUSAVICE, 1998).

A ADA em sua especificação número 27, revisada em 1993, não recomenda testes de resistência à abrasão e desgaste para avaliação de materiais odontológicos para restauração por afirmar que a perda dentro da cavidade oral da superfície do material é uma combinação complexa de fatores físicos e químicos e que nenhum teste de laboratório reproduz satisfatoriamente essas circunstâncias, tendo pouca correlação com os resultados clínicos. Por outro lado os testes clínicos envolvem muitas variáveis e normalmente

possuem um longo período de avaliação, o que dificulta o seu uso, devido à rapidez com que novos produtos são lançados no mercado (NARTALLO, 1992, LEINFELDER, 2000, BIANCHI et al, 2002).

De acordo com CONDON e FERRACANI (1997), DAHL e OILO (1994) e DICKINSON et al (1993) existem dois diferentes métodos para analisar o desgaste: o clínico (*in vivo*) e o laboratorial (*in vitro*). O método clínico consiste em fazer várias restaurações em vários pacientes, e após um tempo (mínimo de dois anos e máximo de seis anos) analisar o desgaste que o material sofreu (BRYANT and HODGE, 1994).

Vários testes *in vitro* já foram descritos, (LEINFELDER, 2000, NARTALLO, 1992, CARDOSO, 1994). Os testes *in vitro* normalmente são divididos como testes de “dois corpos” e “três corpos”. O teste de “dois corpos” é realizado através do contato de dois materiais, tentando reproduzir o contato do material com o dente ou restauração antagonista, e o teste de “três corpos” é realizado por meio do contato de dois materiais com alguma substância que imite o bolo alimentar. O desgaste tri-corpóreo reproduz melhor a condição oral (LEINFELDER, 2000).

Os métodos laboratoriais, ou seja, testes *in vitro*, podem ser simples ou complexos. A falta de um método de avaliação internacional de desgaste dos materiais dificulta uma análise comparativa dos dados obtidos pelos mais variados estudos.

BIANCHI et al (2002) realizaram uma pesquisa onde avaliaram o desgaste de cinco compósitos odontológicos (Charisma®, Tetric Ceram®, TPH®, Herculite® e Z-100®). Foi desenvolvido para esse estudo um aparato para teste *in vitro* que simula os movimentos de mastigação. O método envolve a construção de um dente que é confeccionado com o material das amostras, que desliza contra cúspides de esmalte dentário. Um total de 10000 ciclos com a aplicação de uma carga de 13,4 N foram realizados. Durante o ciclo foi injetada saliva artificial entre as superfícies. Os resultados desse estudo podem ser observados na figura 5 e na tabela 5. Nesses resultados podemos observar que foi calculado o valor de “Agressividade” que é a capacidade que a cerâmica tem de desgastar a resina. As equações utilizadas para obtenção dos valores de “Agressividade” são descritas por COELHO, 1991.

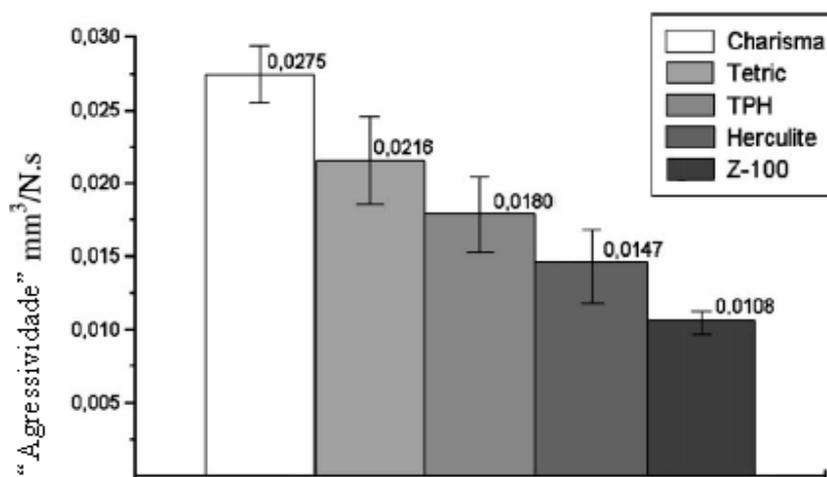


Figura 5 - Média de “Agressividade” e desvio padrão obtido para cada compósito testado, BIANCHI et al (2002).

Tabela 5 - Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos estudos de BIANCHI et al (2002). (“Agressividade”).

Compósito	Média e Desvio Padrão dos valores de “Agressividade”		Coeficiente de Variação (%)
	(mm³/N.s)		
Charisma	0,027 ± 0,0020		7,2
Tetric	0,022 ± 0,0029		13,5
TPH	0,018 ± 0,0025		13,8
Herculite	0,015 ± 0,0021		14,6
Z-100	0,011 ± 0,0005		4,5

Devido à “Agressividade” ser inversamente proporcional à resistência ao desgaste, os autores concluíram que o compósito Charisma® tem a menor resistência ao desgaste, seguida da Tetric Ceram®, TPH®, Herculite® e Z-100® (P< 0,05).

WANG (1998) modificou um tribômetro para formar um aparato de teste de desgaste “pino sobre disco”. Três materiais dentários foram utilizados como pino. Esses pinos eram desgastados contra um disco diamantado. A taxa de desgaste foi calculada através da

medida do comprimento e da área trans-seccional da amostra. Os resultados com a taxa de desgaste específica e o coeficiente de fricção, sobre duas diferentes cargas estão listados na tabela 6. O compósito Renamel® apresentou as menores taxas de desgaste.

Tabela 6 - Resultados dos estudos de WANG (1998).

Amostra	Carga 40 KPa		Carga 80 KPa	
	Coeficiente de fricção	Taxa de desgaste (mm ³ /Nm)	Coeficiente de fricção	Taxa de desgaste (mm ³ /Nm)
Z-100®	0,27	0,215	0,29	0,261
Clearfil AP-X®	0,27	0,194	0,30	0,241
Renamel®	0,32	0,113	0,35	0,136

MANHART (2000) determinou a resistência ao desgaste de 5 compósitos odontológicos resinosos (Solitaire®, Definite®, Surefil®, Tetric Ceram®, Alert®) e um ionômero de vidro (Ariston®). Para isso foi utilizado um simulador de fadiga (Munich Artificial Mouth, Willytec, Munich, Germany), que simula o desgaste do contato oclusal em um teste de deslizamento de dois corpos. Esse simulador é um “pino sobre bloco” e pode ser verificado na figura 6.

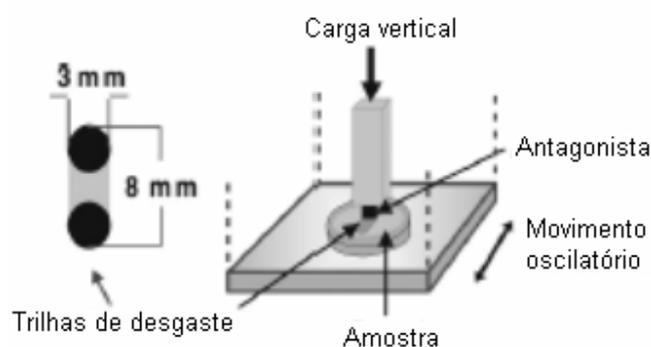


Figura 6 - Ilustração do teste de desgaste “pino sobre bloco”.

O teste de desgaste consiste em um bloco esférico que faz movimentos oscilatórios (0,05 m/s), contra um pino que suporta uma carga de 50N na direção vertical. As trilhas de

desgaste dos blocos foram depois analisadas e comparadas sob as diferentes condições e materiais. A média das taxas de desgaste obtidas em 6000, 10000, 30000 e 50000 ciclos estão na figura 7.

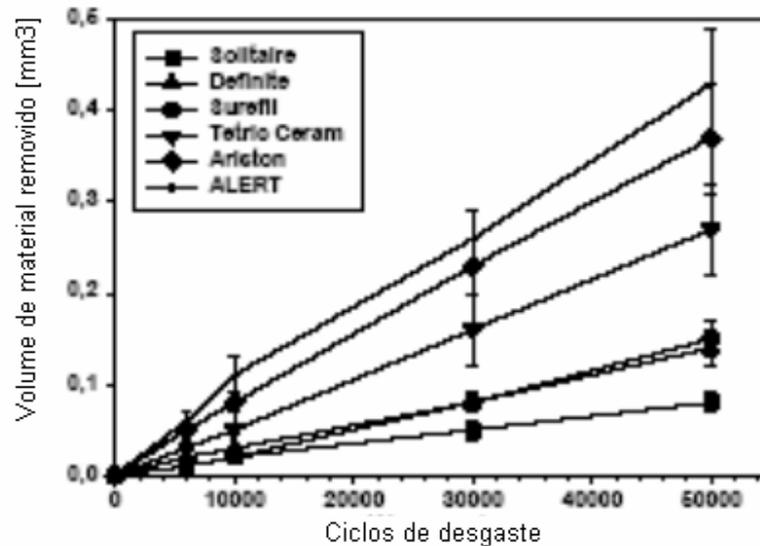


Figura 7 - Resultados dos estudos de MANHART (2000).

A taxa de desgaste aumentou para todos os materiais com o aumento do número de ciclos. O autor relatou diferença estatisticamente significante entre os materiais. O material Alert® obteve a maior taxa de desgaste e o material Solitaire® obteve a menor taxa de desgaste. Não houve diferença significativa entre Definite® e Surefil®. A taxa de desgaste tanto da Definite® quanto da Surefil® foram menores do que a da Tetric Ceram® e Ariston®. O ionômero Ariston® obteve taxa de desgaste maior do que a Tetric Ceram®.

BARKMEIER et al (1999) se propuseram a determinar e comparar o desgaste abrasivo de três resinas de alta densidade (Alert®, Solitair® e Surefil®) e duas convencionais (TPH® e Z-100®). Os espécimes foram submetidos a 40000 ciclos na máquina de desgaste “Leinfelder” (os autores não deram informação adicional sobre a máquina). O volume total removido e a profundidade de abrasão máxima de cada espécime foram obtidos. Os resultados estão na tabela 7. O coeficiente de variação também pode ser verificado na tabela e é definido como o quociente entre o desvio padrão e a média. Foi

concluído que houve diferença significativa de desgaste entre os cinco compósitos estudados. A resina Z-100 obteve a maior resistência ao desgaste.

Tabela 7 - Resultados dos estudos de BARKMEIER et al (1999).

Material	VOLUME		PROFUNDIDADE	
	Volume removido (mm ³)	Coefficiente de variação (%)	Profundidade máxima (µm)	Coefficiente de variação (%)
Z-100	0.010-0.003	30.0	69.2-8.8	12.7
Surefil	0.014-0.004	28.6	82.6-11.4	13.8
Alert	0.016-0.005	31.3	80.9-15.4	19.0
TPH	0.042-0.003	7.1	125.2-11.1	8.9
Solitaire	0.062-0.008	12.9	159.2-15.0	9.4

COPELLO (2003) comparou as propriedades mecânicas de duas resinas indiretas (*Artglass*® e *Solidex*®). Para realização do experimento utilizou o teste “esfera sobre placa” que envolve uma esfera metálica, o material a ser testado e uma pasta de diamante. A esfera roda sobre o seu próprio eixo a uma velocidade de 50 voltas/min. Verificou-se que a taxa de desgaste é alta no início e tem uma tendência a diminuir e estabilizar.

WEIG (2004) utilizou o mesmo sistema descrito acima para avaliar o desgaste de compósitos de uso direto (*Admira*®, *Concept*® e *Surefill*®), ou seja, sistema tri-corpóreo que envolvia o material a ser desgastado, uma esfera metálica e uma substância abrasiva (pasta de alumina). O material da marca *Surefill*® obteve as maiores taxas de desgaste, seguido do compósito *Concept*® e do *Admira*, que obteve as maiores taxas.

MAYWORM (2005) e DE SOUZA (2006), também utilizaram esse mesmo sistema para avaliar o mecanismo de desgaste de compósitos dentários de uso direto. MAYWORM (2005) avaliou dois compósitos com partículas de tamanho nanométrico (*Esthet-X*® e *Filtek Supreme*®) quantitativamente e qualitativamente, com e sem a presença de saliva artificial. Os resultados estão na figura 8. Observamos que a taxa de desgaste aumenta com o aumento do número de ciclos, tendendo a se estabilizar a partir de 500 voltas e que é maior nos compósitos que sofreram tratamento térmico. Já DE SOUZA, (2006) utilizou o

compósito TPH®, e em seus ensaios observou que a taxa de desgaste do material aumenta conforme aumenta o número de ciclos, sendo essa variação contínua, sem dar sinais de estabilização até 1500 ciclos.

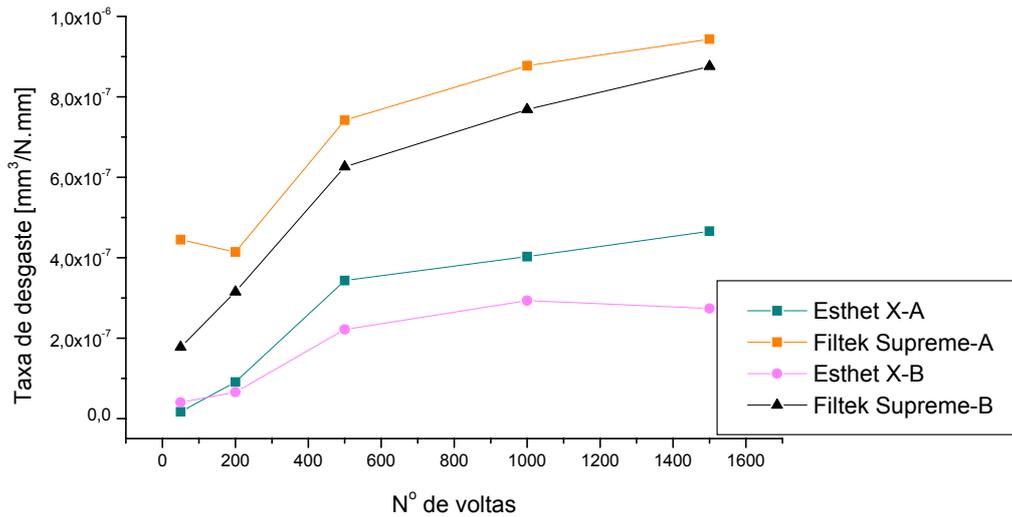


Figura 8 - O gráfico mostra a evolução da taxa de desgaste média para cada material em função dos ciclos (número de rotações) escolhidos para o ensaio. Podemos verificar também a influência do envelhecimento em saliva artificial na taxa de desgaste dos materiais. Onde A= tratamento com saliva e B= sem tratamento. (MAYWORM, 2005).

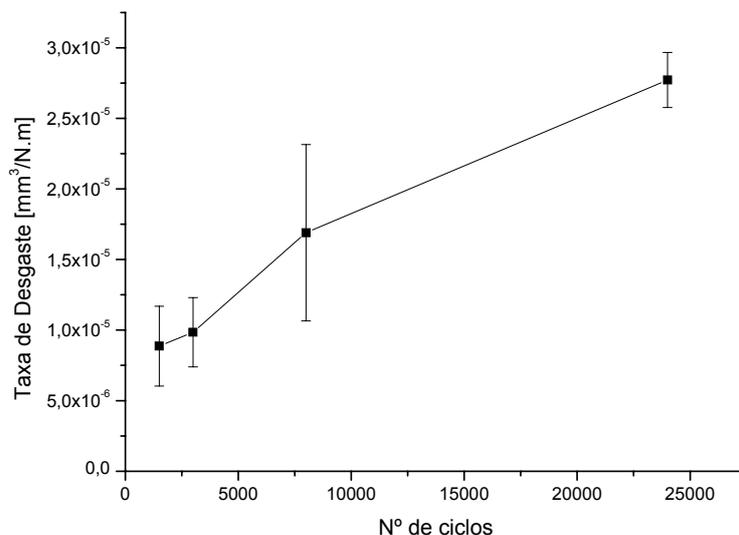


Figura 9 - Gráfico da taxa de desgaste em função do número de ciclos. DE SOUZA (2006).

2.3.2. Dureza

2.3.2.1. Microdureza

A propriedade de microdureza é uma das mais importantes características dos materiais restauradores. A dureza é a medida de resistência de um material à uma deformação permanente ou plástica localizada (CALISTER, 2002, DIETER, 1981). Quanto maior a dureza, maior a resistência à abrasão do material (ANUSAVICE, 2005).

Baseado nessa definição de dureza é claro o porquê dessa propriedade ser tão importante em odontologia. A dureza é um indicativo de facilidade ou dificuldade de acabamento de um material e da sua resistência ao uso.

Alguns dos métodos mais comuns de teste de dureza dos materiais restauradores são Brinell, Knoop, Vickers, Rockwell, Barcol e Shore. No ensaio de microdureza Vickers, é utilizado um indentador com formato piramidal cujo ângulo entre as faces opostas é de 136°. O índice que mede a dureza neste teste é chamado de DPH (diamond-pyramid hardness number) ou HV e é definido através da divisão da carga utilizada para provocar a

indentação (variando entre 1 e 1000g) e a área de superfície da mesma. Na prática, essa área é calculada a partir das medidas do comprimento das diagonais da impressão analisada em um microscópio óptico. O índice DPH ou HV pode ser determinados através da equação 1.

$$DPH = \frac{2P}{L^2} \operatorname{sen}\left(\frac{\theta}{2}\right) = 1,854 \frac{P}{L^2} \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

P é carga aplicada, Kg;

L é o comprimento das diagonais, mm;

θ é o ângulo entre as faces opostas do diamante = 136° (DIETER, 1981)

O teste de microdureza Vickers é recomendado pela ADA para avaliar a dureza dos materiais compósitos.

Segundo POSKUS et al (2004) e ZACHARIASEN (1982), a dureza dos materiais compósitos depende de alguns fatores: o grau de conversão do monômero, a espessura dos incrementos, a cor utilizada para restauração e a quantidade e o tamanho das partículas, (quanto maior a quantidade e menor o tamanho das partículas, maior será a dureza dos compósitos).

WILLEMS et al (1992) realizaram testes comparativos de microdureza entre vários compósitos, o esmalte e a dentina usando microdureza Vickers. O valor médio encontrado para o esmalte dentário foi de 408 e para a dentina de 60. Esses resultados foram comparados com os valores obtidos para os compósitos, que foram: compósitos de partículas microfinas (25 a 63) compósitos de partículas híbridas (65 a 97) e compósitos de micropartículas (100 a 186).

JAHNMIR em (2000) avaliou a microdureza Vickers de compósitos fotopolimerizáveis depois de 1 dia em água destilada. Em seus resultados obteve um valor que gira em torno de 105. ALVES (2001) encontrou em seu trabalho o valor de dureza Vickers de 545,12 para cerâmicas de cobertura com glaze.

Muitos pesquisadores tem avaliado o efeito da ciclagem térmica na microdureza dos compósitos dentários (GREGORY et al, 1990, MIYAWAKI, 1993, TIRADO, 2001). Segundo MONTES e DRAUGHN (1986) e MAIR (1989), a termociclagem é um procedimento que afeta a taxa de desgaste e ocasiona a degradação da superfície dos compósitos pela indução de um choque térmico entre os componentes do material, criando assim microtrincas.

TIRDO et al (2001) realizaram um estudo que determina a microdureza Vickers, antes e após a termociclagem, de cinco materiais utilizados para a confecção do núcleo de preenchimento (resina compósita, dois tipos de ionômeros reforçados, amálgama e compômero). Os resultados sugerem que a termociclagem pode afetar negativamente a resistência a dureza dos núcleos de preenchimento. Também com o objetivo de avaliar os efeitos da fadiga térmica na dureza e no módulo de elasticidade de compósitos dentários, YAP et al (2004), investigaram seis tipos de materiais restauradores. Os tratamentos térmicos foram: ciclagem térmica e envelhecimento em água destilada a 37° C por 30 dias. Os resultados são mostrados na tabela 8.

Tabela 8 - Média de dureza e de módulo de elasticidade dos diferentes materiais (YAT et al, 2004).

Materiais	Grupo A		Grupo B (Termociclado)	
	Dureza (HV)	Módulo (GPa)	Dureza (HV)	Módulo (GPa)
Admira	48.96 (4.23)	7.86 (0.34)	49.11 (3.25)	8.12 (0.17)
Beautiful	72.65 (3.82)	11.30 (0.48)	78.97 (5.26)	11.57 (0.71)
Dyract	54.98 (5.83)	9.74 (0.75)	56.01 (4.70)	9.89 (0,92)
Esthet X	65.65 (6.78)	9.84 (0.44)	64.42 (3.68)	9.56 (0.34)
Fuji II LC	48.44 (7.11)	10.86 (0.98)	49.12 (4,13)	10.65 (0.96)
Fuji IX	56.02 (10.70)	12.78 (2.70)	64.11 (13.04)	13.13 (1.30)

Os resultados desse estudo mostram que a ciclagem térmica não afetou o módulo de elasticidade dos materiais, e apenas o material Beautiful teve a sua dureza significativamente aumentada.

Vários trabalhos que estudaram os efeitos do estresse térmico na dureza dos materiais têm sido conflitantes. Enquanto que alguns investigadores não encontram efeito na performance do material após ciclagem térmica (MAIR e VOWLES, 1989, YAP et al, 2001), outros relatam melhora nas propriedades mecânicas (YAP et al, 2002). A discrepância nesses resultados pode ser explicada pela diferença de regimes utilizados na ciclagem térmica, materiais e ensaios realizados. YAP et al (2004) explicam que provavelmente a razão pela qual o compósito Beautiful (BF) teve um aumento na dureza pode ser atribuído à um aumento na polimerização pós-cura com a aplicação do calor.

MAYWORM (2005) avaliou a microdureza Vickers de dois compósitos nanoparticulados. Foi realizado um tratamento térmico onde as amostras foram envelhecidas em saliva artificial por 62 dias a uma temperatura de 37° C. Os resultados do ensaio de dureza encontram-se na tabela 9. Como pode ser observado nessa tabela, o envelhecimento em saliva artificial causou diminuição nos valores de dureza estatisticamente significativa.

Tabela 9 - Resultados dos estudos de dureza (MAYWORM, 2005).

Material	Variável	Média (HV)	Valor-p
<i>Esthet X</i> [®]	Tratamento	Grupo A*	64,3
		Grupo B**	52,2
<i>Filtek Supreme</i> [®]	Tratamento	Grupo A*	60,8
		Grupo B**	53,1

* Grupo A = sem envelhecimento em saliva artificial

** Grupo B = com envelhecimento em saliva artificial

O que pode ser observado com base na análise desse estudo é que o envelhecimento do material em saliva artificial pode ter modificado a microestrutura do compósito. Segundo MAYWORM (2005), uma explicação para isso seria a degradação do agente de união silano que ocasionaria na perda de partículas e conseqüente amolecimento do material pela maior absorção de fluido.

2.3.3. Nanodureza

Os testes tradicionais de indentação utilizam cargas tão altas como vários quilogramas e resultam em indentações tão grandes quanto a 100 μm . Materiais como os compósitos odontológicos possuem constituintes microestruturais cujas fases são substancialmente menores do que as dimensões do indentador. Para medir precisamente as propriedades de cada microfase, é necessário criar indentações numa escala de tamanhos menores e controlar espacialmente o local da indentação (CRAIG e POWERS, 2004).

A nanoindentação é capaz de aplicar cargas que variam de 0,1 a 5000mg, com profundidade máxima de penetração da ponta de 40 μm . Além de medir a dureza, a técnica também é útil para mensurar módulos. Para os materiais frágeis, também podem ser determinados o limite convencional de escoamento e a tenacidade à fratura. (BULL e KORSUNSKY, 1998).

A combinação entre microscopia de força atômica e nanoindentação tem sido muito utilizada para revelar a microestrutura do esmalte dentário, módulo de elasticidade e avaliar as diferentes durezas existentes quando modificamos a direção dos prismas de esmalte. HABELIZ, et al (2001) utilizaram essas duas técnicas e seu estudo mostrou que a medida de módulo de elasticidade e da dureza são mais altas quando ocorrem paralelamente aos primas de esmalte. Obviamente esse resultado foi atribuído a anisotropia e ao alinhamento dos cristais de apatita.

HE e SWAIN (2006) investigaram a resposta de tensão-deformação de duas cerâmicas, uma liga metálica e esmalte dentário, utilizando um sistema de nanoindentação. A tabela 10 resume os resultados do módulo de elasticidade e da dureza.

Tabela 10 - Resultados dos estudos de nanodureza e módulo de elasticidade (HE e SWAIN, 2006).

MATERIAIS	ESMALTE	MARKII Cerâmica CAD/CAM	VITA VM9 Porcelana de cobertura	WIRON Liga metálica
Módulo de elasticidade (GPa)	105,5 +/- 3	78,9 +/- 2,94	65,52 +/- 2,89	199,54 +/- 12,5
Dureza de nanoindentação (GPa)	5,58 +/- 0,35	10,64 +/- 0,46	9,5 +/- 0,35	4,1 +/- 0,17

Um dado interessante que pode ser obtido dessa tabela é que os resultados de nanodureza das cerâmicas são quase o dobro do resultado de nanodureza do esmalte dentário. Esse fato explicaria a ocorrência de desgaste do dente natural quando em contato com uma restauração cerâmica na boca. Já o mesmo não acontece com restaurações metálicas, visto que a dureza das ligas é semelhante a do esmalte.

3. Materiais e Métodos

3.1. Materiais

Foi utilizado nesse estudo um compósito dentário de uso indireto Resilab®/Wilcos, que é uma resina compósita micro-híbrida desenvolvida no Brasil. As suas indicações são coroas e próteses parciais fixas anteriores e posteriores.

Segundo o fabricante, esse compósito é constituído de BISGMA, BISEMA, UDMA, TEGDMA, partículas de borosilicato de alumínio e bário, dióxido de silício de alta dispersão, fotoiniciadores, inibidores e pigmentos. Contém partículas finas com tamanho médio de 50µm e possui 53% em volume de partículas cerâmicas. Sua dureza Vickers é de 432 MPa, resistência à flexão é de 77MPa, módulo de elasticidade de 5,7 GPa e a resistência à compressão é de 305MPa.

O compósito Resilab-Master®/Wilcos possui uma densidade consistente, proporciona textura natural, é pouco sensível à luz (permitindo maior tempo de trabalho), tem boa estabilidade de cor e possui aspecto de vidro após polimento. É recomendada a utilização de um forno de luz estroboscópica, HIRATA et al (2000) e a polimerização de 1 minuto para cada camada e 2 minutos finais (Webpage da Wilcos, 2006). Na figura 10 podemos observar a apresentação comercial do material.

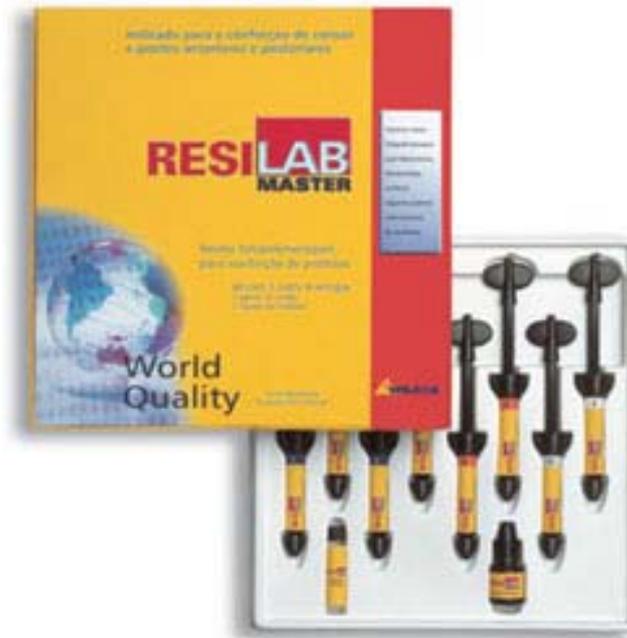


Figura 10 - Apresentação comercial do material Resilab®/Wilcos.

Para confecção dos pinos foi utilizada uma cerâmica que é um vidro ceramizado reforçado por cristais de dissilicato de lítio. Cerca de 70% em volume do material são cristais e esses cristalitos possuem um comprimento de 0.5 a 4 μm . Na figura 11 podemos observar a apresentação comercial do material e na tabela 11 sua composição.



Figura 11 - Apresentação comercial do material IPS Empress II®/Ivoclar.

Tabela 11 - Composição da Cerâmica Empress II®/Ivoclar segundo patente US5968856: Sinterable Lithium disilicate glass-ceramics (1999).

COMPONENTE	% EM PESO
SiO ₂	57 a 80
Al ₂ O ₃	0 a 5
La ₂ O ₃	0.1 a 6
MgO	0 a 5
ZnO	0 a 8
K ₂ O	0 a 13.5
Li ₂ O	11 a 19
P ₂ O ₅	0 a 11

3.2. Métodos

3.2.1. Confeção das amostras

Foram confeccionadas 15 barras medindo 2mm x 8mm x 30mm sendo utilizadas para os testes de desgaste, microdureza Vickers e nanodureza. Essas barras foram feitas a partir do material Resilab®/Wilcos.

O molde para fabricação das barras foi feito a partir de matrizes de resina acrílicas incluídas em silicone (Stern Tek – Sterngold – Alemanha). Após a desinclusão e remoção das matrizes, os moldes foram preenchidos com o compósito. As barras foram preparadas com apenas uma camada horizontal devido à sua espessura (os fabricantes recomendam que cada camada a ser fotopolimerizada apresente uma espessura de até 2mm). O material foi pressionado com o auxílio de uma espátula tipo calcador. Após a colocação da camada, o material foi fotopolimerizado segundo a especificação do fabricante em um forno de luz estroboscópica durante 2 minutos.

Após serem confeccionadas as placas foram submetidas a um processo de lixamento e polimento na seguinte seqüência: em primeiro lugar foram utilizadas lixas d'água de granulação grossa (100-200-320-400), para torná-las planas, depois lixas de granulação intermediária (500-600), terminando o processo com lixa de granulação fina (1200). Após isto as placas foram submetidas a um polimento. Foi utilizada para tal procedimento uma politriz industrial Prazis APL-4 contendo um pano de polimento da empresa Struers Metallographic Equipment com a especificação DP-NAP e alumina números 1 e 2, a fim de eliminar os riscos e asperezas oriundos do processo de lixamento. A tabela 12 mostra as denominações das amostras, indicando as cores, o tipo de tratamento e testes que foram realizados.

Tabela 12 – Denominação das amostras Resilab®/Wilcos.

Amostra	Cor	Termociclagem	Testes
A ₄	A4	NÃO	TDLA/Esfera sobre placa/Nanodureza Dureza Vickers
A _{4T}	A4	SIM	Dureza Vickers
A ₁	A1	NÃO	Nanodureza

Os pinos de cerâmica foram confeccionados em um laboratório de prótese dentária a partir de um canal de alimentação, também chamado de *sprue* de cera medindo 2mm de diâmetro e 7 mm de comprimento. Foi utilizada a técnica de cera perdida que consiste na inclusão do *sprue* de cera em revestimento dentário fosfatado, onde no forno de anéis essa cera é eliminada, obtendo assim um molde. Esse molde recebe as pastilhas de cerâmica e vai ao forno de prensagem a quente. Com o auxílio de uma prensa pneumática, o material cerâmico cuja temperatura de sinterização é de 830° C é pressionado para o interior do molde sob vácuo dando origem ao pino cerâmico. Para o acabamento e o polimento utilizamos lixas d'água (500-600-1200). Foi realizado também um polimento com suspensão de alumina concentrada números 1 e 2 pra remover riscos provenientes das lixas, deixando a superfície lisa e brilhosa. Esses pinos foram utilizados na metodologia do Teste de Desgaste Linear Alternado (TDLA), apresentado na seção 3.2.3.

3.2.2. Teste de Desgaste Esfera sobre Placa.

O ensaio de esfera sobre a placa foi conduzido no equipamento *GENTEST/GENCOA*, (figura 12), utilizando o sistema de abrasão tipo dois corpos. Esse equipamento é constituído de um braço que por sua vez contém um contra-peso e um suporte de cargas. No braço, logo abaixo do suporte de cargas, está localizado o porta amostra. A esfera se posiciona sobre dois eixos de rolamento e entra em contato com a placa quando o braço é colocado na posição horizontal mantido pela carga. O equipamento ainda contém um contador de ciclos digital e um botão de interrupção de ensaio utilizado em situações onde o teste não ocorre de maneira esperada ou adequada.

Para cada teste executado, primeiramente faz-se o equilíbrio do braço para que nenhuma força a não ser a da carga utilizada interfira no ensaio. A amostra é adequadamente fixada no porta amostra devendo se manter estática durante o ensaio. A esfera metálica é posta sobre os eixos de rolamento e o braço levado à posição horizontal para que a carga seja colocada no suporte.

O corpo de prova é mantido em posição pela ação de uma carga, que foi de 100g. Com o acionamento da máquina, a esfera rotaciona no seu próprio eixo a uma velocidade de 50 voltas/min. O número de ciclos é determinado por meio de controle automático na própria máquina.



Figura 12 - Equipamento *Gentest* utilizado no ensaio de desgaste. A seta mostra a esfera metálica em contato com o suporte que contém a amostra.

Para iniciar o ensaio, o corpo de prova foi fixado adequadamente. A amostra foi posta em contato com a esfera e o peso devidamente colocado em posição. Um número de 1500 ciclos foi realizado para cada ensaio.

Ao final do procedimento, a amostra foi lavada em água corrente e sabão neutro e álcool. Todas as impressões foram mapeadas em uma folha de papel para serem identificadas posteriormente.

Na aquisição das imagens os corpos de prova foram levados ao microscópio ótico *Olympus* modelo BX60M. Nessa etapa, fotografias digitais foram adquiridas com o auxílio de uma câmera CCD *COMU/Snapy*. As impressões foram identificadas através do mapeamento e fotografadas individualmente.

A aquisição da imagem de uma régua de 1mm com aumento de 25X foi necessária na determinação das dimensões das crateras. Foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) para avaliar o mecanismo de desgaste ocorrido.

3.2.3. Teste de Desgaste Linear Alternado (TDLA)

Para a realização do Teste de Desgaste Linear Alternado, foram necessárias 6 placas do compósito dentário ensaiados contra pinos cerâmicos. As placas e os pinos foram confeccionados seguindo a metodologia descrita na sessão 3.2.1.

O equipamento utilizado neste ensaio foi desenvolvido no Laboratório de Recobrimentos Protetores COPPE/UFRJ (figura 13) e adaptado para realizar testes de desgaste em materiais odontológicos com condições de ensaio mais próximas ao que ocorre na cavidade oral, uma vez que o equipamento permite ensaiar um material dentário contra outro de igual ou diferente composição num movimento de deslizamento, de forma semelhante ao movimento de lateralidade dos dentes.

A máquina utilizada apresenta os seguintes componentes: um braço que contém um contra-peso e o suporte de cargas, uma mesa micrométrica em que a amostra é posicionada, um eixo vertical que recebe o suporte de poliacetal com o pino, um motor de passo conectado à máquina e também ao microcomputador que controla todo o ensaio.

Primeiramente os corpos de prova utilizados foram devidamente limpos em ultra-som, onde ficaram imersos em álcool etílico por 15 minutos e posteriormente secos por jatos de ar comprimido. Em seguida foram pesados em uma balança de precisão *Mettler Toledo - AB204-S*.

Antes da realização dos ensaios, o braço do equipamento é devidamente equilibrado para que somente a força da carga utilizada atue no sistema. A amostra e o pino desprovidos de poeira, óleo ou qualquer tipo de contaminação são então colocados nos seus devidos lugares, sendo a amostra posicionada sobre a mesa micrométrica presa a esta por meio de fita dupla face e o pino previamente adaptado ao suporte de poliacetal preso ao eixo vertical. Nessa ordem, uma carga de 1Kg é posta sobre o suporte de cargas e a placa nesse momento estabelece um íntimo contato com o pino. Em seguida, registra-se no computador o número de ciclos do ensaio em questão, além de outros parâmetros necessários para sua realização. A amplitude do movimento da mesa micrométrica durante o ensaio é de 0,5mm previamente estabelecida no computador.

Os testes foram realizados a seco e ensaios de 5000, 10000, 12000, 13000, 15000 ciclos foram realizados. Após o teste, os corpos de prova foram limpos em água corrente e

sabão neutro e imersos em álcool etílico para então serem colocados por 15 minutos em ultra-som. Seguidamente, foram secos com jato de ar comprimido e novamente pesados, obtendo-se assim o peso após o ensaio. Os locais de impressão foram escolhidos aleatoriamente.

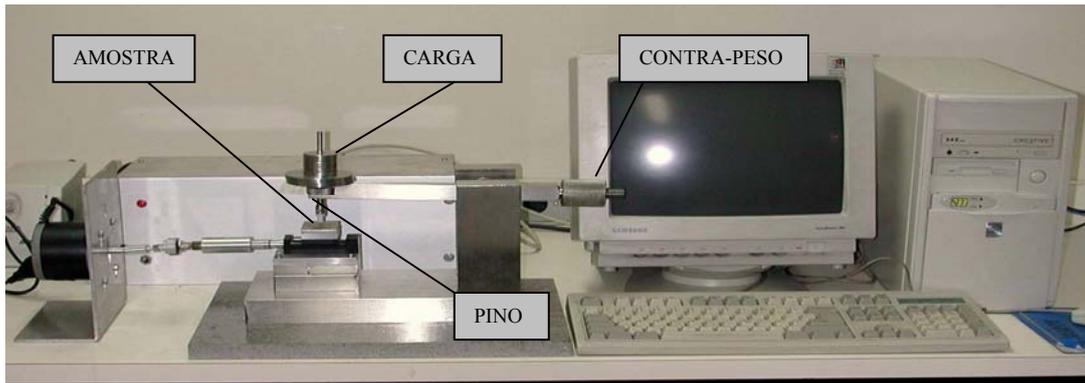


Figura 13 - Representação esquemática do teste de deslizamento.

Depois de realizados todos os testes necessários, a caracterização do material foi feita por meio das seguintes técnicas: a perda de massa dos pinos foi medida pesando-os antes e depois dos testes; a perda de material das placas foi avaliada medindo-se as dimensões do sulco ou cratera produzida utilizando um perfilômetro. Cada cicatriz de desgaste teve seis perfis traçados, três ao longo da direção de deslizamento e três transversais a esta.

Os dados da perfilometria foram transportados para o Programa Origin e de cada perfil foram extraídos valores de área (A) e de profundidade (P) como pode ser verificado no gráfico da figura 14. Após os ensaios, as amostras também foram submetidas à microscopia óptica e eletrônica para análise do mecanismo de desgaste.

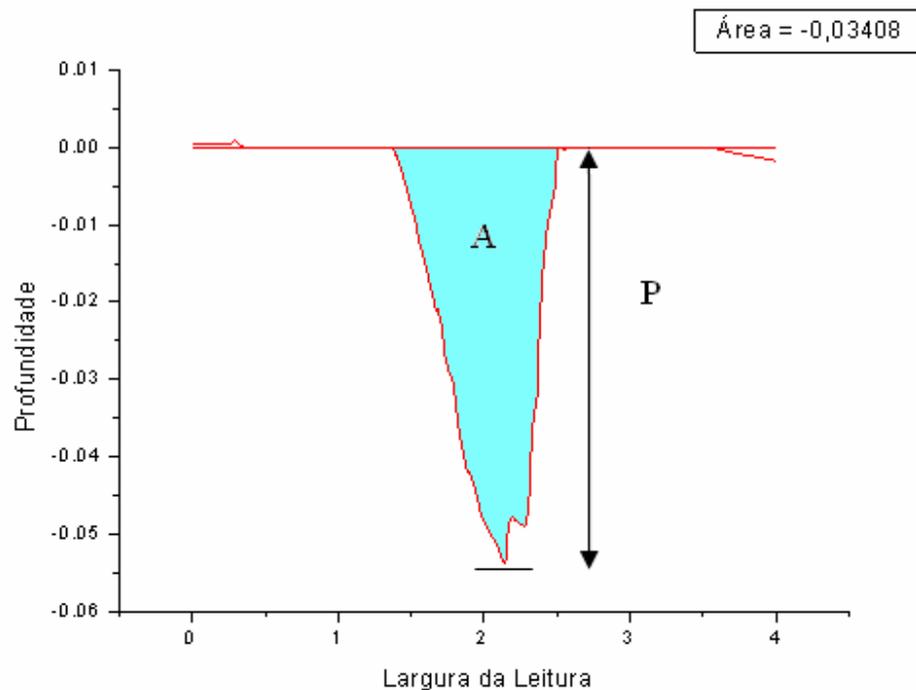


Figura 14 - Perfil obtido em um perfilômetro do sulco produzido em um Ensaio de Desgaste Linear Alternado. Estão assinaladas a profundidade (P) e a área (A).

3.2.4. Microdureza Vickers

A microdureza Vickers foi escolhida para determinação dos valores de dureza do material Resilab®/Wilcos. Os ensaios foram realizados em um microdurímetro Vickers da marca Micromet 2003, Buehler. Utilizou-se para indentação um peso de 50g durante 30 segundos. Um total de 12 indentações foram realizadas em cada corpo de prova. Cada impressão foi observada em microscópio óptico e o valor de dureza do material foi calculado por meio da medida do comprimento médio de suas diagonais, calculado com a aplicação da equação já descrita na seção 2.3.2.

3.2.5. Nanodureza

O equipamento utilizado para esse ensaio de nanodureza foi o NanoIndenter IIs que é fabricado pela Nano Instruments, Inc. (USA), empresa atualmente pertencente a MTS. Este equipamento pertence ao Laboratório de Propriedades Nanomecânicas do Depto. de Física

da UFPR e é idealizado para realizar ensaios de penetração de ponta com sensor de profundidade capaz de operar com cargas entre 0,010 mN e 400 mN. As profundidades de penetração da ponta na superfície podem ser medidas com resolução típica melhor que 1nm.

As principais características do equipamento são:

- Aplicação de cargas de 10 μN até 400 mN (40,7g), com resolução, para pequenas cargas, da ordem de 50 nN (5,1 μg).
- Taxa de carregamento mínima $\leq 1\mu\text{N/s}$ e máxima $\geq 7 \times 10^{10} \mu\text{N/s}$.
- Força de contato: 1.0 μN .
- Resolução do deslocamento: 0.04 nm.
- Profundidade máxima da penetração da ponta: $> 40\mu\text{m}$.

As duas propriedades mecânicas medidas através desse teste são o *módulo de elasticidade (E)* e a *dureza (H)*. Essas grandezas são obtidas a partir de um ciclo completo de aplicação e alívio de cargas (carregamento e descarregamento). A figura 15 mostra uma representação esquemática de uma seção em dois momentos de uma indentação e identifica os parâmetros utilizados na análise:

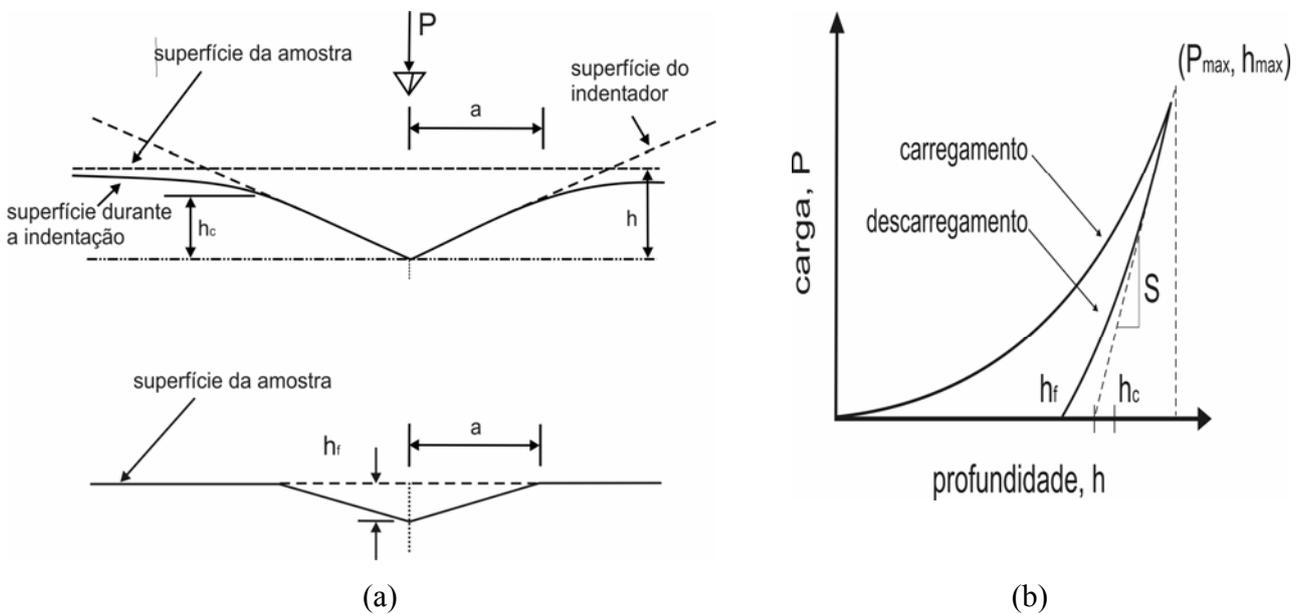


Figura 15 - Representação esquemática: (a) de uma seção transversal da nanoindentação; (b) da carga aplicada versus profundidade de penetração do indentador.

A dureza (H) é definida como a carga máxima (P_{\max}) dividida pela área projetada da impressão de contato (A):

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad \text{equação 2}$$

Para calcular o módulo elástico da amostra E_s , utilizamos a seguinte equação:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu_s^2)}{E_s} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad \text{equação 3}$$

Onde ν_s e ν_i são, respectivamente, as razões de Poisson (definida como a razão entre as deformações específicas transversal e longitudinal) da amostra e do indentador e E_i é o módulo de Young do indentador. No nosso caso, com uma ponta de diamante, $E_i = 1141$ GPa e $\nu_i = 0,07$. O módulo de Elasticidade Reduzido (E_r) é calculado pela seguinte equação:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A}} S \quad \text{equação 4}$$

Onde (A) é a área projetada pela impressão de contato, (S) é a rigidez do material obtida a partir da inclinação da porção inicial da curva de descarga (como pode ser visto na figura 14 (b)) e π é 3,14.

Para esse teste foram selecionadas amostras do grupo RA₁ e RB. Na amostra RA₁ foram realizados dez ensaios e na RB foram realizados oito ensaios. As condições utilizadas para a realização dos testes estão demonstrados na tabelas 13 e 14:

Tabela 13 - Condições utilizadas para realização dos testes, amostra RA₁.

Ensaio	Carga	Tempo	Matriz	Distância entre indentações
RA ₁ 1, 2, 3, 4	2 gr	15s	5x2	30 μm
RA ₁ 5, 6, 7	0,25gr	10s	6x1	30 μm
RA ₁ 8, 9	0,25gr	10s	9x9	15 μm
RA ₁ 10	2gr	15s	2x2	15 μm

Tabela 14 - Condições utilizadas para realização dos testes, amostra RB.

Ensaio	Carga	Tempo	Matriz	Distância entre indentações
RB 1, 2, 3	2 gr	15s	5x2	30 μm
RB 4, 5	0,25gr	10s	6x1	30 μm
RB 6, 7	0,25gr	10s	9x9	15 μm
RB 8	2 gr	15s	2x2	15 μm

Na amostra RA₁ foi realizado um total de 224 indentações e na amostra RB um total de 208 indentações. O penetrador utilizado foi o Berkovich.

3.2.6. Análise Microestrutural

Para que a análise qualitativa pudesse ser realizada de maneira minuciosa, várias técnicas microestruturais foram empregadas, tais como: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) – *Jeol JSM-6460LV*; Espectroscopia de Energia Dispersiva por raios-X (EDS) – *EDX Noran System SIX Modelo 200*; Microscopia de Força Atômica (AFM) – *TopoMetrix Accurex II* e Microscopia Óptica (MO) – *Olympus BX60M*.

a) Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O Microscópio Eletrônico de Varredura, MEV (Scanning Electron Microscope, SEM) é um equipamento que permite a obtenção de informações estruturais e químicas de amostras diversas. Um feixe fino de elétrons de alta energia incide na superfície da amostra onde, ocorrendo uma interação, parte do feixe é refletida e coletada por um detector que converte este sinal em imagem de BSE (ou ERE) - imagem de elétrons retroespalhados - ou nesta interação a amostra emite elétrons produzindo a chamada imagem de ES (elétrons secundários). Nessa interação ocorre também a emissão de raios-X que fornece a composição química elementar de um ponto ou região da superfície, possibilitando a identificação dos elementos presentes.

b) Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raio-X (EDS)

O EDS mede a distribuição da energia e da intensidade dos sinais do raio-X gerados pelo feixe de elétrons que incide na superfície do amostra.

Por meio dessa análise, que é realizada no Microscópio Eletrônico de Varredura pode-se obter os elementos químicos presentes nas amostras até uma profundidade de $2\mu\text{m}$, determinando com a composição química dos materiais analisados.

c) Microscopia de Força Atômica (AFM)

O microscópio de força atômica (AFM - *Atomic Force Microscope*) opera basicamente detectando as forças atrativas e repulsivas que agem entre uma pequena ponta de silício de dimensões quase atômicas quando esta é aproximada de uma superfície. Esta ponta é montada na extremidade livre de uma haste, denominado cantilever. Quando a interação entre ponta e superfície é estabelecida, a amostra é varrida de maneira controlada por uma cerâmica piezelétrica, ao mesmo tempo em que a deflexão do cantilever e o movimento da cerâmica são detectados e processados por um computador que transforma na imagem topográfica da superfície. O esquema de funcionamento do AFM é mostrado na figura 16.

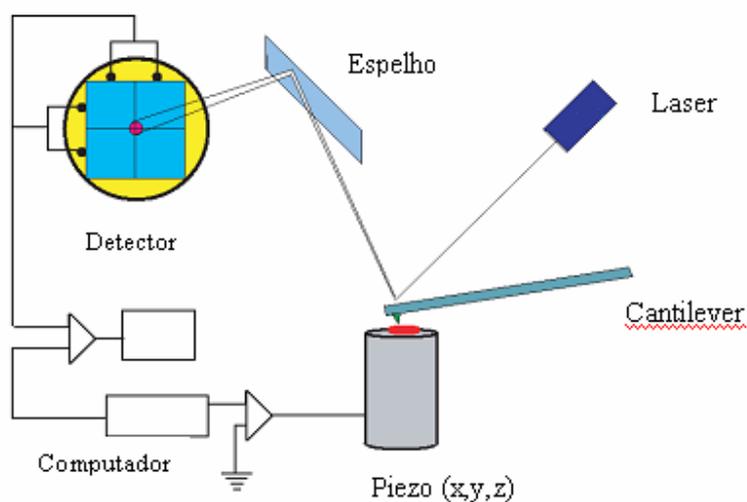


Figura 16 - Esquema de funcionamento de um AFM.

d) Microscopia Ótica (MO)

O Microscópio Óptico (MO) é constituído por um componente mecânico que suporta e permite controlar um componente óptico que amplia as imagens.

A ampliação consiste no grau de aumento da imagem em relação ao objeto. A ampliação total obtida com o microscópio óptico consiste no produto da ampliação da objetiva pela ampliação da ocular. Esta, sem distorção, em geral não ultrapassa 1200x.

O fator mais significativo para a obtenção de uma boa imagem é, contudo, o poder de resolução, que corresponde à distância mínima que é necessário existir entre dois pontos para que possam ser distinguidos ao microscópio. Para o microscópio óptico essa distância é de cerca de 0,2 μm devido ao comprimento de onda das radiações visíveis.

3.2.6. Termociclagem

Os ensaios de microdureza foram realizados antes e após o tratamento de ciclagem térmica. Esse tratamento consiste de dois banhos em água destilada com temperaturas de 5°C e 50°C. A duração de cada banho foi de 30 segundos. Foram realizados 2500 ciclos que tiveram a duração total de pouco mais de 40 horas. A máquina utilizada foi a Nova Ética, modelo/521-6D.

4. Resultados e Discussão

4.1. Caracterização Microestrutural Qualitativa

As amostras foram analisadas qualitativamente pelas técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), por Espectroscopia de Energia Dispersiva por raios-X (EDS) e Microscopia de Força Atômica (AFM).

Na figura 17 está apresentada uma micrografia obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura onde se pode observar partículas com tamanhos variados. Na figura 18, realizada com um aumento maior, observamos a existência de uma grande partícula e ao seu redor inúmeras partículas menores.

Por meio de análises de EDS analisamos a composição dos pontos marcados na figura 18. Na figura 19 observamos a presença dos picos relativos aos elementos silício, oxigênio, ouro e carbono que correspondem à composição do ponto 1. A presença de apenas os picos de oxigênio e de silício nos leva a acreditar que essa partícula grande é constituída por sílica pura, ou seja, vidro. A presença do elemento carbono pode indicar resquícios de matriz polimérica, enquanto o ouro é devido à metalização realizada previamente à análise.

Na figura 20 observamos a presença dos picos relativos aos elementos silício, oxigênio, ouro, carbono, alumínio e bário que correspondem à composição do ponto 2. Segundo foi mencionado na seção 3.1, esse compósito possui a seguinte composição: BISGMA, BISEMA, UDMA, TEGDMA, vidro de borosilicato de alumínio e bário, dióxido de silício de alta dispersão, foto iniciadores, inibidores e pigmentos. Levando em consideração essas informações acreditamos que essa região represente uma mistura de partículas de borosilicato de alumínio e bário e matriz polimérica. Nas análises de EDS não podemos observar a presença elemento boro, já que a técnica não é capaz de detectar elementos químicos com número atômico menor ou igual a cinco.

Com base nos resultados dessas análises conseguimos identificar a presença de dois tipos diferentes de partículas na constituição do compósito estudado: partículas de vidro e partículas de borosilicato de alumínio e bário.

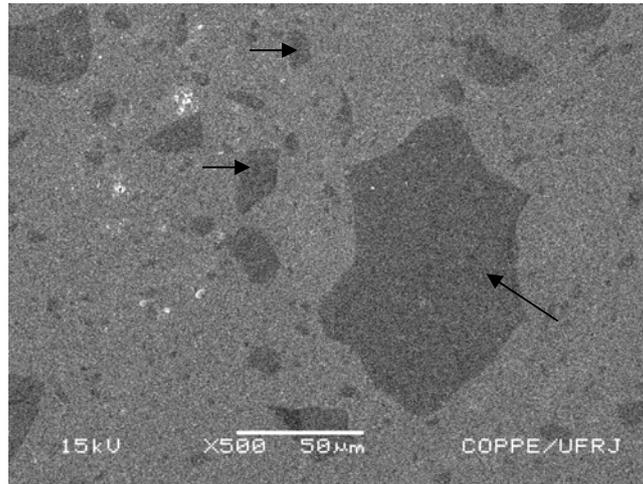


Figura 17 - Micrografia em MEV da superfície polida do composto Resilab®/Wilcos. As setas mostram os diferentes tamanhos das partículas.

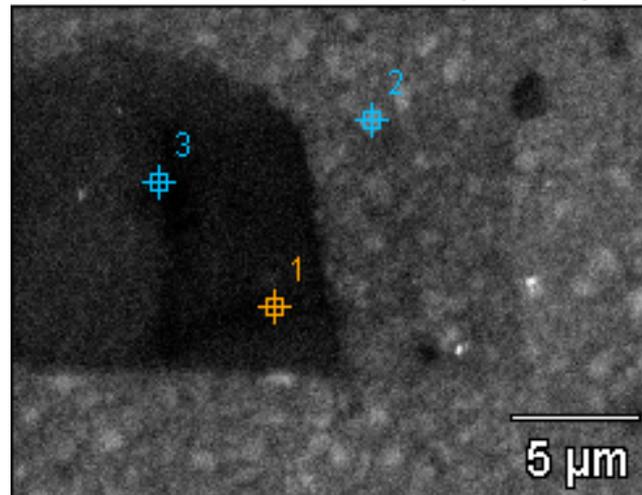


Figura 18 - Micrografia em MEV da superfície polida do composto Resilab®/Wilcos.

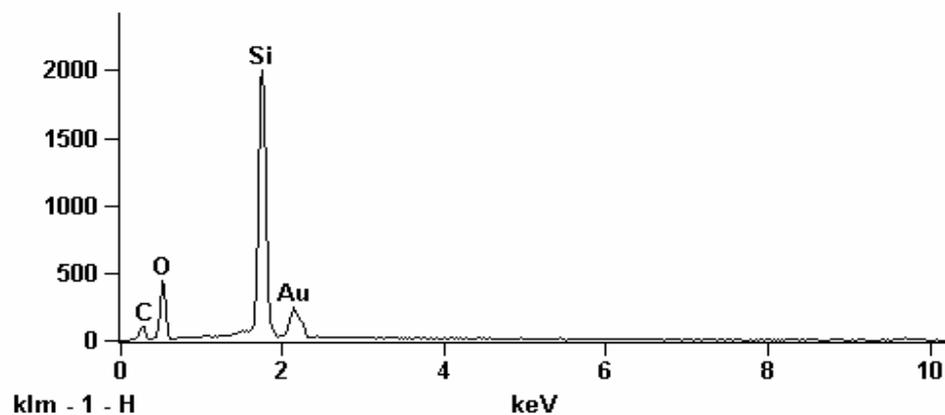


Figura 19 - Análise por EDS dos elementos químicos presentes no ponto 1 da figura 18.

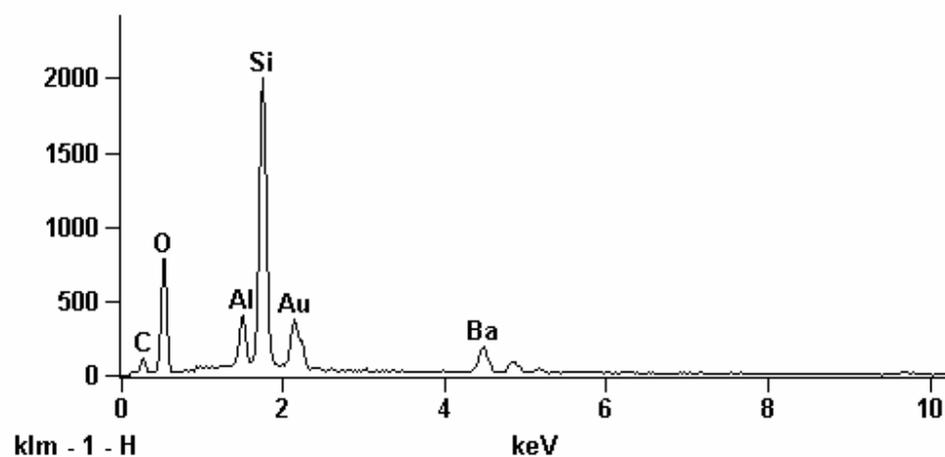
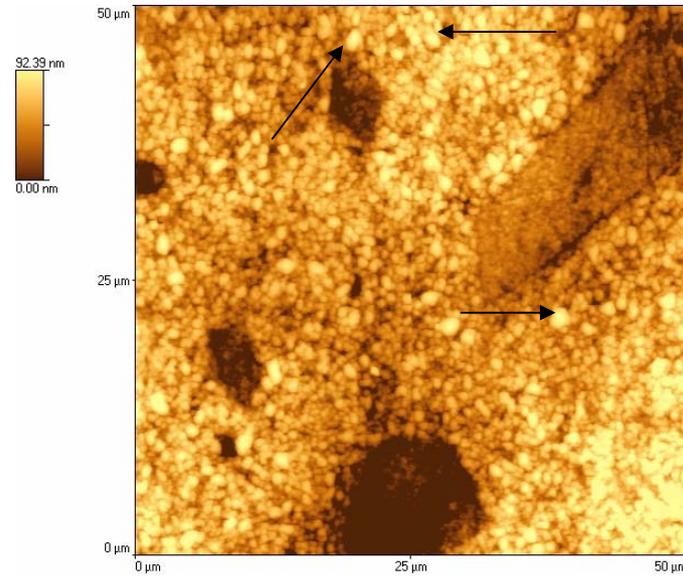


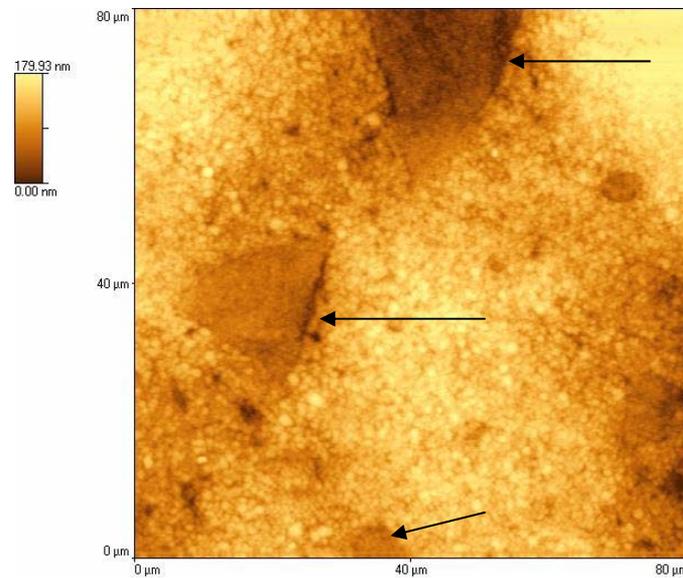
Figura 20 - Análise por EDS dos elementos químicos presentes no ponto 2 da figura 18.

Nas figuras 21 (a) e (b), pode-se observar imagens obtidas por AFM da topografia do compósito, obtido em modo de contato. Na figura 21 (a) podemos observar algumas partículas maiores e mais escuras que provavelmente são as partículas de sílica, e também várias partículas menores e mais claras que seriam as partículas de vidro de borossilicato de alumínio e bário. As setas apontam para as partículas borossilicato de alumínio e bário. Na figura 21 (b) as setas mostram as partículas de sílica. Essas imagens ao serem comparadas

com a imagem da figura 18 confirmam que nesse compósito existem dois tipos diferentes de partículas.



(a)



(b)

Figura 21 - Imagem topográfica em AFM do compósito *Resilab/Wilcos*[®]. Em (a) as setas mostram as partículas de borosilicato de alumínio e em (b) mostram as partículas de sílica.

A figura 22 corresponde à imagem em MEV do pino cerâmico utilizado nesse ensaio. Foi marcado um ponto na superfície de desgaste desse pino para que fossem feitas análises em EDS. O resultado dessa composição está apresentado na forma de gráfico na figura 23.

Na figura 23 observamos os picos correspondentes aos elementos silício, oxigênio, carbono, alumínio, sódio e potássio. De acordo com o fabricante da cerâmica odontológica Empress II®, sua composição é uma mistura de óxidos de alumínio, lantânio, sílica, magnésio, zinco, potássio, lítio e fósforo. Alguns elementos não foram observados.

O elemento Li não foi observado porque a técnica não é capaz de detectar elementos químicos com número atômico menor ou igual a cinco. Já os elementos La, Mg, Zn, e P provavelmente não foram observados por estarem em quantidades muito pequenas ou até mesmo não estarem presentes na composição dessa amostra. Não sabemos o motivo pelo qual o elemento Na está presente na análise química.

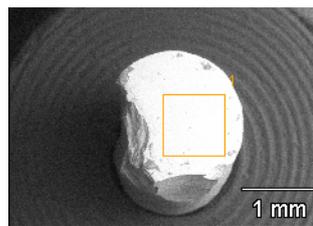


Figura 22 - Imagem em MEV do pino cerâmico.

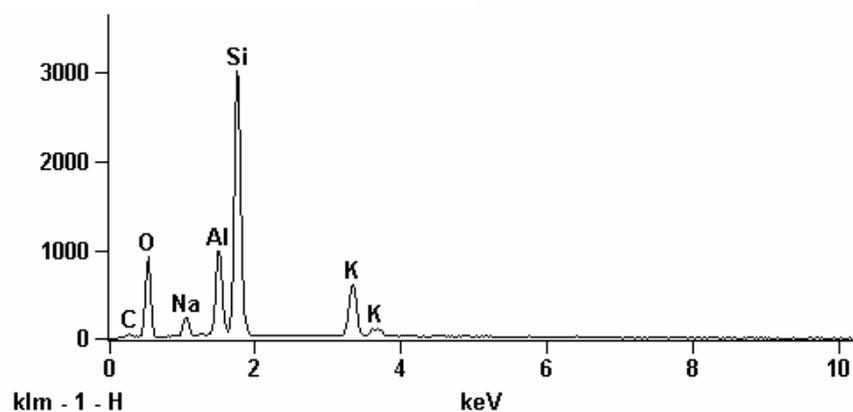


Figura 23 - Análise por EDS dos elementos químicos presentes na cerâmica EmpressII®/Ivoclar.

4.2. Ensaio de Desgaste de Esfera sobre Placa (Ball Crater)

Nesta seção iremos avaliar o mecanismo de desgaste ocorrido nos Ensaios de Desgaste Esfera sobre Placa. Na figura 24 (a), pode-se observar a calota produzidas nesse ensaio de desgaste e a presença de riscos provenientes de um desgaste do tipo abrasivo. Na figura 24 (b), com um aumento maior, observa-se claramente a existência de riscos ou cicatrizes decorrentes da abrasividade do ensaio de desgaste. As setas indicam a direção de deslocamento.

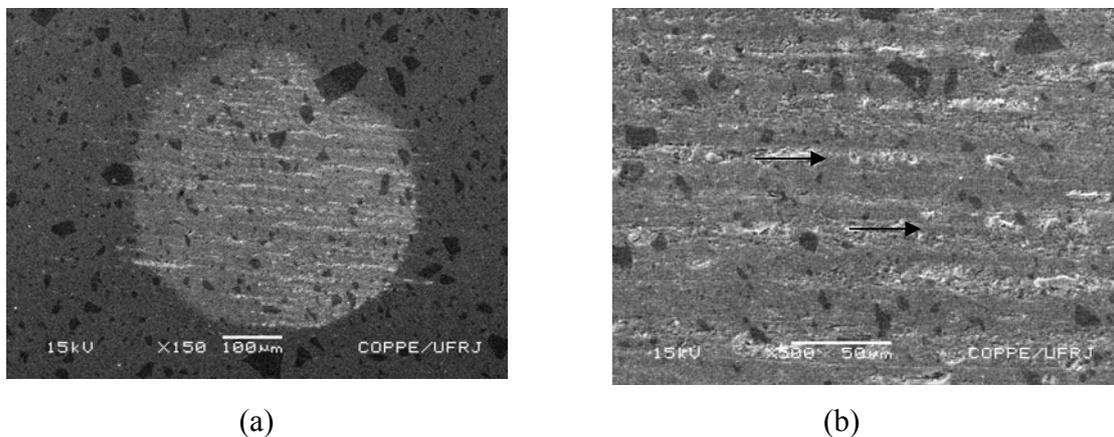
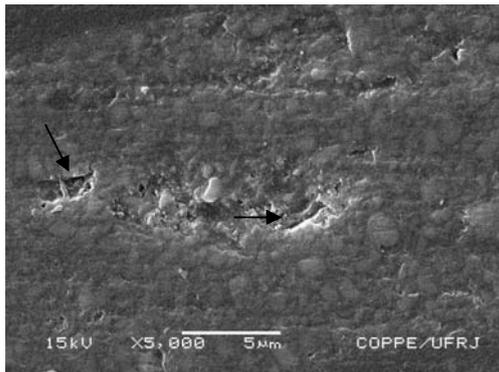


Figura 24 - Fotomicrografias em MEV das calotas: a) presença de riscos ou cicatrizes no interior da calota; b) com um aumento maior, as setas mostram a direção de deslizamento.

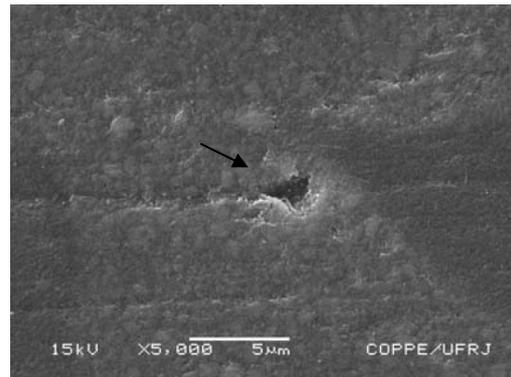
Na figura 25 (a) observa-se que os riscos são na verdade resultantes do arrancamento de pequenas partículas juntamente com a matriz. A figura 25 (a), (b) e (c) mostram que esses arrancamentos resultam em grandes irregularidades, como por exemplo, vazios e crateras. Podemos observar na figura 25 (c) que possui um aumento maior, a rugosidade do material após a formação dessas crateras.

DE SOUZA, J. A. 2006 e MAYWORM, C. D. 2005, também realizaram testes com a técnica de Desgaste de Esfera sobre Placa e em suas análises observaram a ocorrência de cicatrizes, riscos, arrancamento de partículas e por fim formação de crateras. Nesses trabalhos foi utilizada suspensão de alumina como abrasivo, constituindo assim ensaio de três corpos.

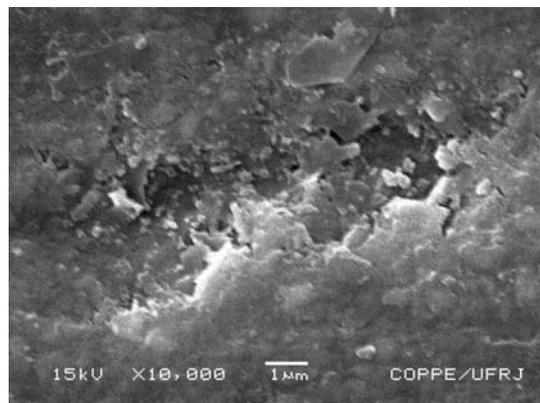
São dois os mecanismos de desgaste que ocorrem nesse teste, desgaste do tipo abrasivo e desgaste do tipo adesivo. Os riscos são decorrentes da abrasividade da esfera metálica, que tem dureza superior à dureza do compósito. Não foi possível observar nenhuma diferença clara do mecanismo de desgaste em relação aos trabalhos de DE SOUZA, J. A. 2006 e MAYWORM, C. D. 2005.



(a)



(b)



(c)

Figura 25 - Fotomicrografia em MEV do interior das calotas (1500 ciclos): a) as setas mostram arrancamento de partículas; b) seta mostrando formação de crateras; c) formação de crateras em um aumento maior.

A figura 26 corresponde a uma superfície desgastada e nela observamos parte de uma grande partícula e ao redor várias partículas menores. Dois pontos foram marcados nessa imagem. Por meio de análises de EDS obtivemos a composição dos pontos 1 e 2 analisados

na figura 26. O resultado dessa análise está apresentado nas figuras 27 e 28. Na figura 27 que corresponde ao ponto 1 observamos a presença dos picos relativos aos elementos silício, oxigênio, ouro, carbono, alumínio, bário e ferro. Comparando esse resultado com o da figura 20, relativo a superfície sem desgaste, verificamos que a única diferença se refere à possível presença de indícios de ferro. Esses indícios sugerem que possa ter havido uma transferência de material da esfera de aço para a superfície do compósito.

Na figura 28 que corresponde ao ponto 2 da figura 26, observamos a presença dos elementos carbono, oxigênio, silício e ouro. O resultado dessa análise química é totalmente equivalente ao da figura 19, não apresentando diferença nenhuma e confirmam o resultados obtidos anteriormente.

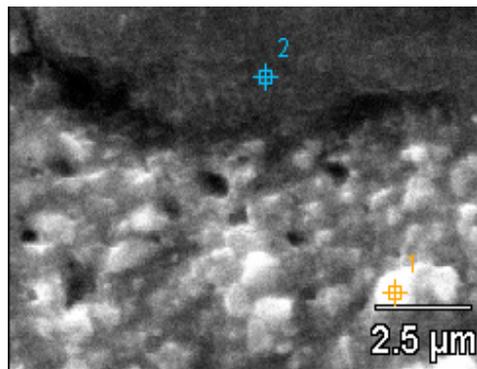


Figura 26 - Micrografia em MEV da superfície desgastada pelo ensaio Ball Crater do compósito Resilab®/Wilcos.

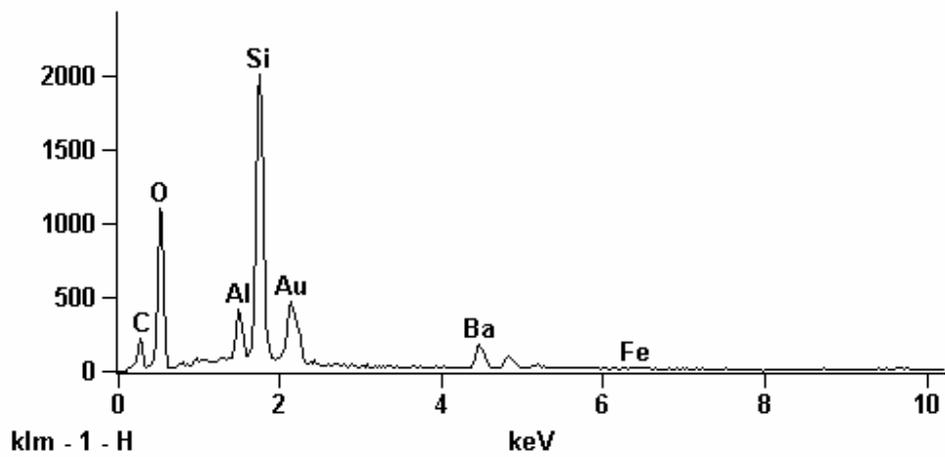


Figura 27 - Análise por EDS dos elementos presentes no ponto 1 da figura 26.

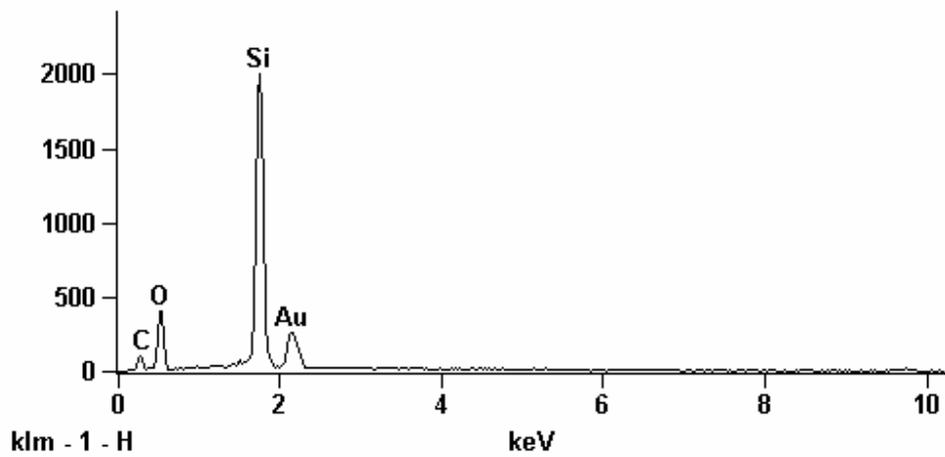


Figura 28 - Análise por EDS dos elementos presentes no ponto 2 da figura 26 .

4.3. Ensaio de Desgaste Linear Alternado.

Conforme foi mencionado na seção 3.2.3. as amostras e os pinos foram pesados antes e após a realização de todos os ensaios utilizando-se uma balança de precisão (0,0001g). A balança não foi capaz de detectar perda de massa após a realização dos testes. Também

nessa seção foi descrita a forma pela qual obtivemos os valores de área e profundidade. Esses resultados são mostrados nas figuras 29 e 30.

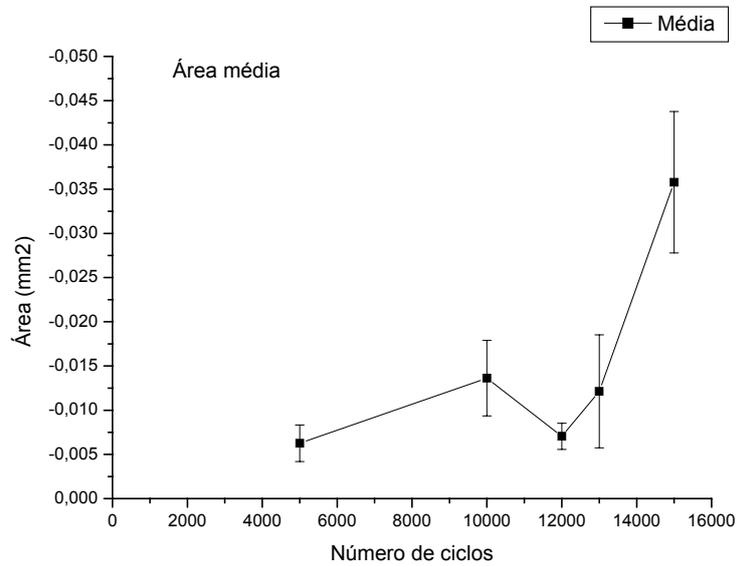


Figura 29 - Valores médios e desvio padrão obtidos para a área (A) em função do número de ciclos.

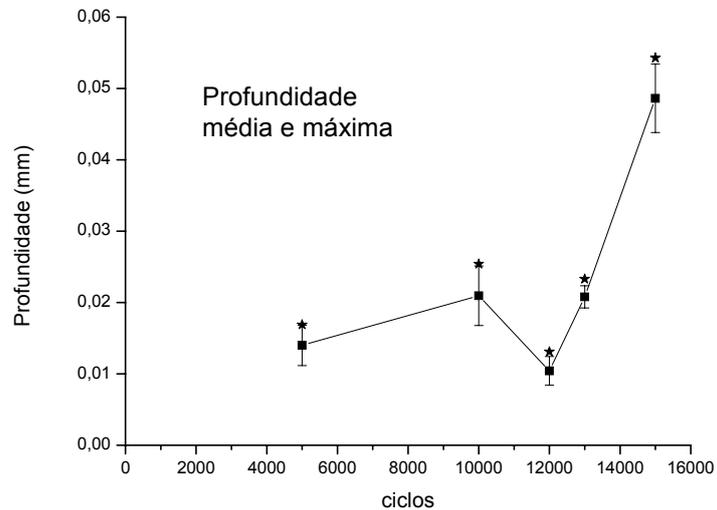


Figura 30 - Valores médios e desvio padrão obtidos para a profundidade (P) em função do número de ciclos.

As figuras 29 e 30 mostram gráficos dos valores médios de profundidade e de área com comportamentos bastante similares. Conforme pode ser constatado, tanto a área quanto a profundidade variam com o aumento do número de ciclos. Observa-se que o desgaste aumenta gradativamente até 13000 ciclos e a partir daí ocorre um aumento mais pronunciado dos valores.

Na figura 31 (a) temos uma micrografia em MEV feita em uma amostra onde foram realizados 5000 ciclos e nela podemos observar vários riscos que indicam a direção de deslizamento, áreas desgastadas e não desgastadas, formação de trincas e início de deslocamento de material. As setas indicam a direção de deslizamento. A figura 31 (b) possui um aumento maior e mostra com mais clareza esses riscos e as placas que são formadas na superfície desgastada. As setas mostram a formação de trincas. A figura 31 (c) é uma imagem mais aproximada da mesma região e as setas mostram a formação de novas trincas.

Quando comparamos as imagens das figuras 24 (b) e 31 (a) observamos que nas duas situações ocorre um desgaste do tipo abrasivo, devido a presença de riscos na direção de deslizamento.

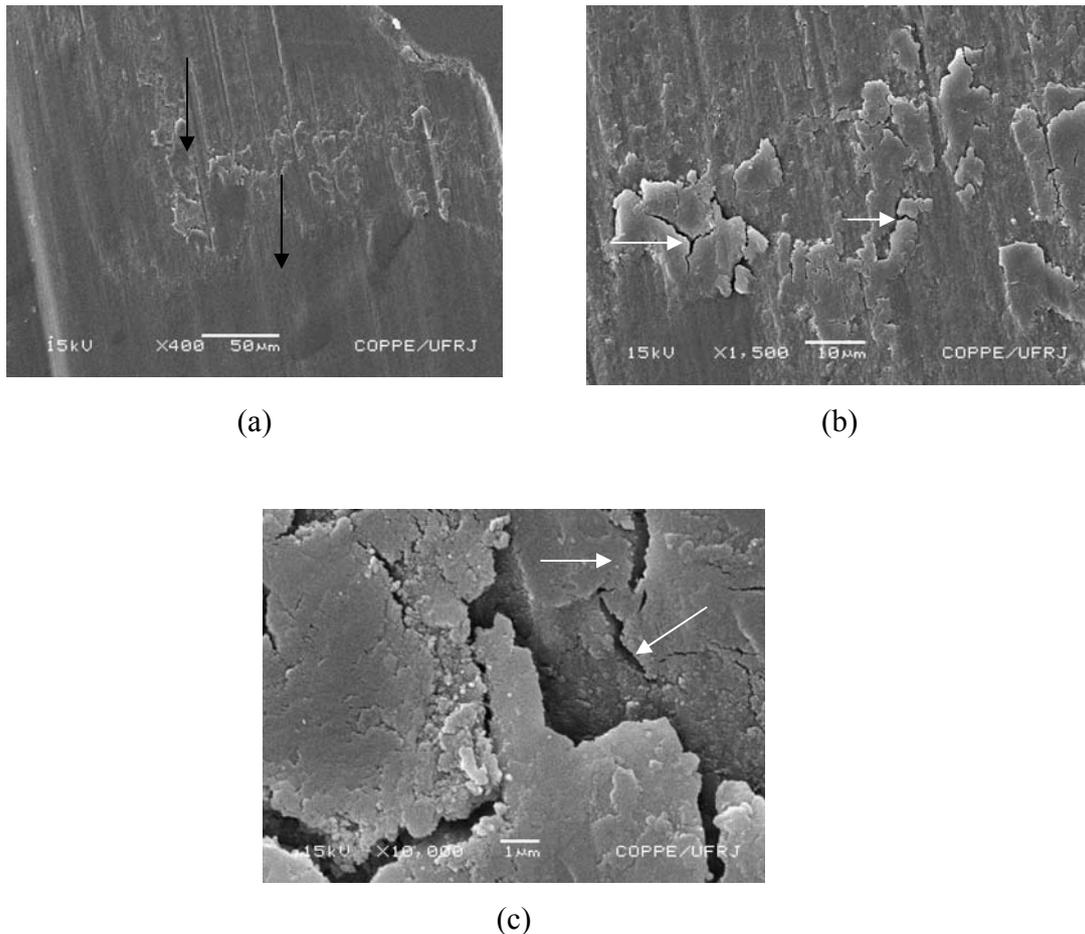


Figura 31 - Análise da superfície de desgaste no ensaio realizado com 5000 ciclos: a) as setas indicam a direção dos deslizamento; b) formação de microtrincas e início do deslocamento do material; c) deslocamento de material e formação de novas microtrincas. As setas indicam formação das trincas.

Na figura 32 podemos observar uma superfície desgastada após um ensaio de 5000 ciclos, onde estão assinalados três pontos onde foram realizadas análises por EDS. Os resultados dessas análises estão apresentados nos gráficos das figuras 33, 34, 35. Na figura 33 observamos a presença dos picos relativos aos elementos silício, oxigênio, ouro, carbono, alumínio, bário, nitrogênio e potássio. Comparando com a análise por EDS apresentada na figura 20, concluí-se que o elemento químico potássio provavelmente foi transferido do pino de cerâmica para a matriz resinosa.

Na figura 34 observamos a composição do ponto 2 que possui os elementos silício, oxigênio, ouro, carbono, alumínio, bário, sódio e potássio. Não sabemos qual é a origem

do elemento sódio, mas quando comparamos a figura 34 com a figura 23, percebemos que esse elemento também está presente na análise por EDS do pino cerâmico.

O ponto 3 foi marcado em uma região que foi pouco desgastada durante o ensaio. Como pode ser visto na figura 35, não notamos a presença do elemento potássio na análise química. Não houve transferência de material nessa região.

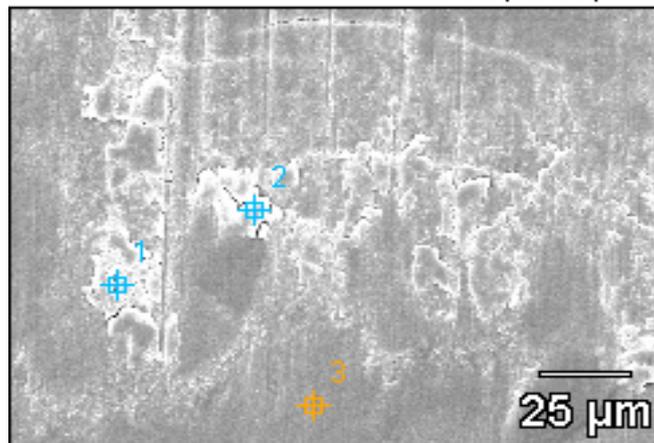


Figura 32 - Fotomicrografia em MEV da superfície de desgaste com a marcação de 3 pontos para análise em EDS.

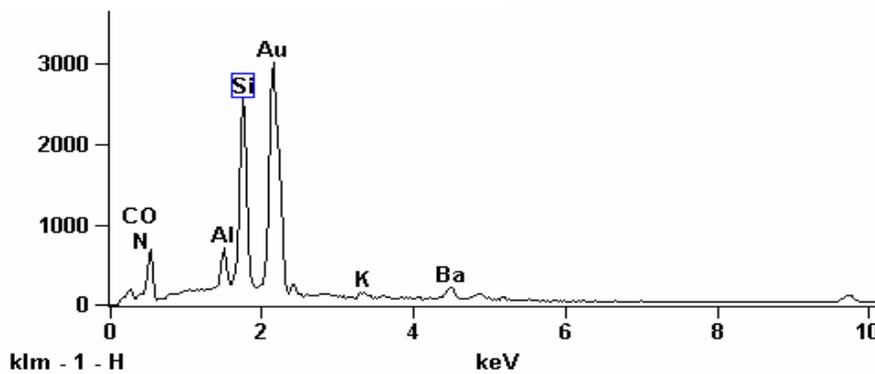


Figura 33 - Análise por EDS dos elementos presentes no ponto 1.

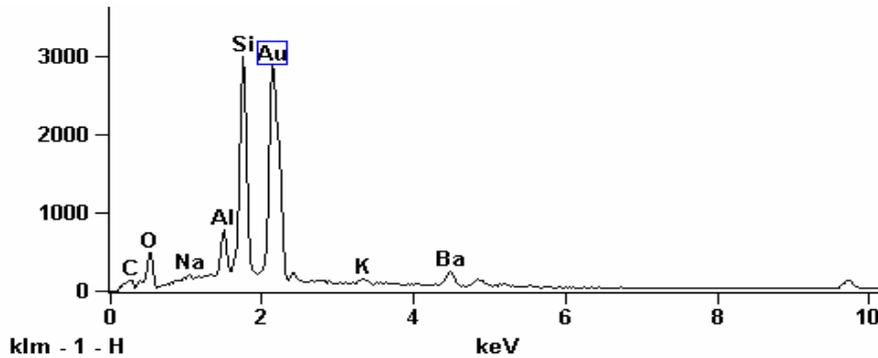


Figura 34 - Análise por EDS dos elementos presentes no ponto 2.

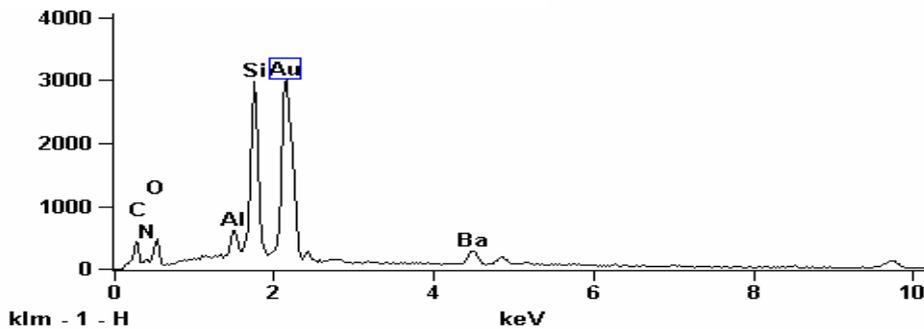


Figura 35 - Análise por EDS dos elementos presentes no ponto 3.

Na figura 38 (a) e (b) podemos observar micrografias em MEV feitas em amostras onde foram realizados 10000 ciclos com diferentes aumentos. Na figura 38 (a) podemos observar algumas regiões com formações de placas e outras regiões nas quais já houveram deslocamentos. As setas mostram as trincas entre as placas. Na análise da imagem da figura 38 (b) podemos observar uma área onde já houve o deslocamento de material. As setas mostram a formação de uma cratera.

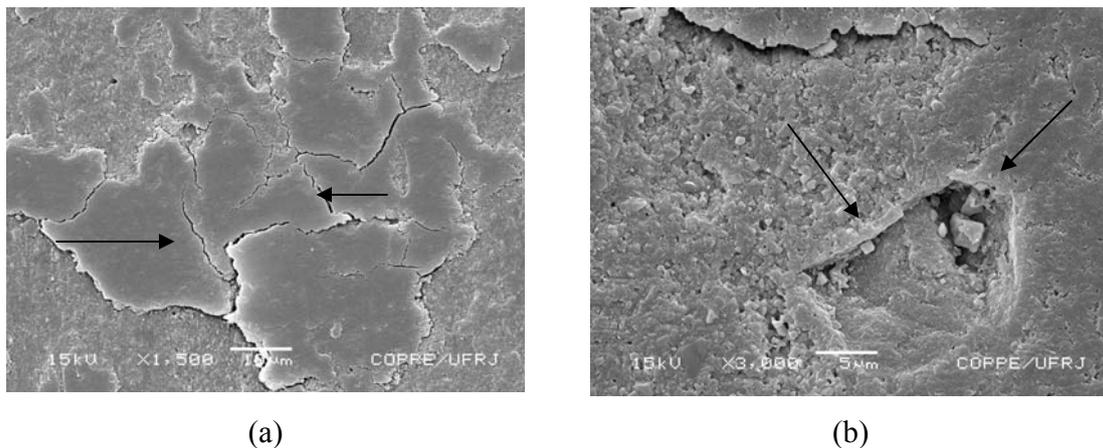
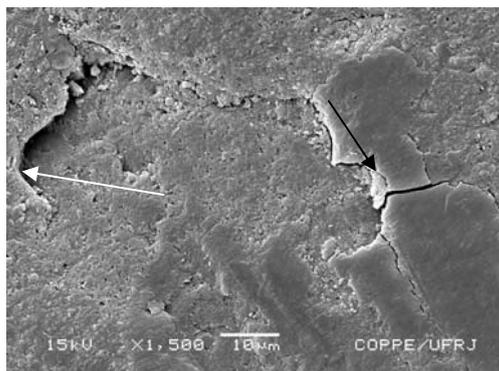
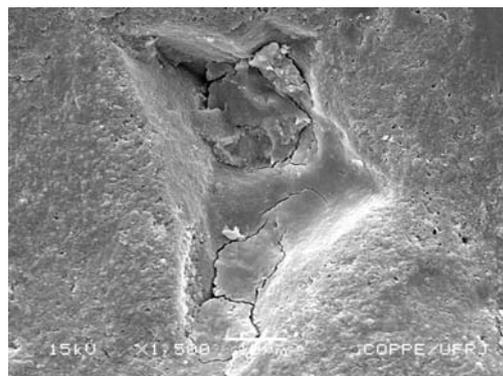


Figura 36 - Análise da superfície de desgaste no ensaio realizado com 10000 ciclos: a) as setas mostram a formação de trincas no material; b) as setas indicam a formação de crateras.

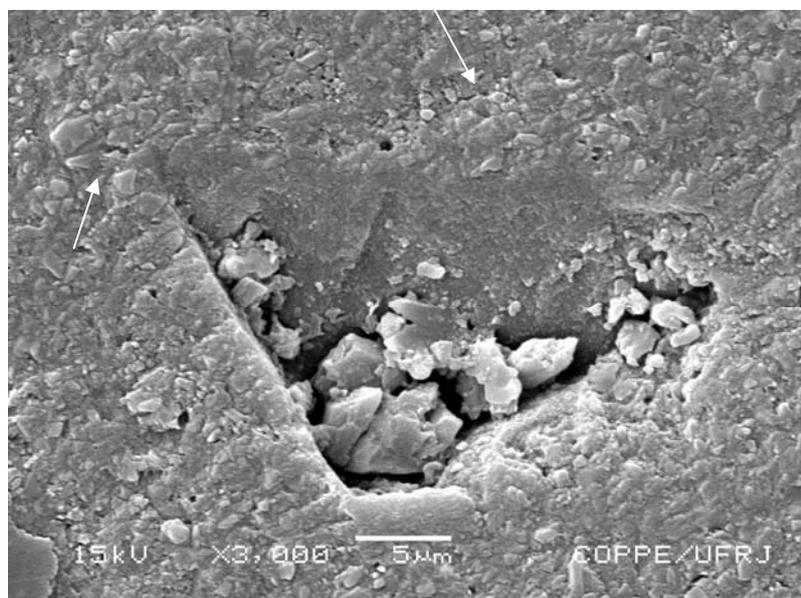
Na figura 37 (a), (b) e (c) podemos observar micrografias em MEV feitas em amostras onde foram realizados 13000 ciclos com diferentes aumentos. Na figura 37 (a) as setas brancas mostram áreas onde o deslocamento já ocorreu e as setas pretas mostram regiões onde ainda existem placas. A imagem da figura 37 (b) sugere o arrancamento de uma partícula de sílica e podemos notar que no interior dessa cratera há a formação de microtrincas. Na figura 37 (c) verificamos a imagem aproximada de uma cratera.



(a)



(b)



(c)

Figura 37 - Análise da superfície de desgaste no ensaio realizado com 13000 ciclos: a) as setas brancas mostram áreas onde o deslocamento já ocorreu e as setas pretas mostram regiões onde ainda existem placas. b) imagem de uma cratera que sugere o arrancamento de uma partícula de sílica; c) imagem aproximada de uma cratera.

Nos ensaios realizados com 15000 ciclos podemos observar por meio das análises de micrografia em MEV uma perda de material em estágio bastante avançado. Já não se vê mais imagens de deslocamentos como se vê na figura 36 (a), por exemplo. A seta na figura 38 (a) mostra a fronteira entre a região desgastada e a região sem desgaste. A imagem da figura 38 (b) revela um desgaste muito acentuado do material com formação de

degraus. As setas na figura 38 (c) mostram que há a formação de novas trincas após o deslocamento. Na figura 38 (d) as setas mostram o arrancamento de partículas. Podemos observar na figura 38 (e) um desgaste muito acentuado do material em um aumento maior. Também utilizando um maior aumento, observamos na imagem da figura 38 (f) setas que mostram várias trincas se formando.

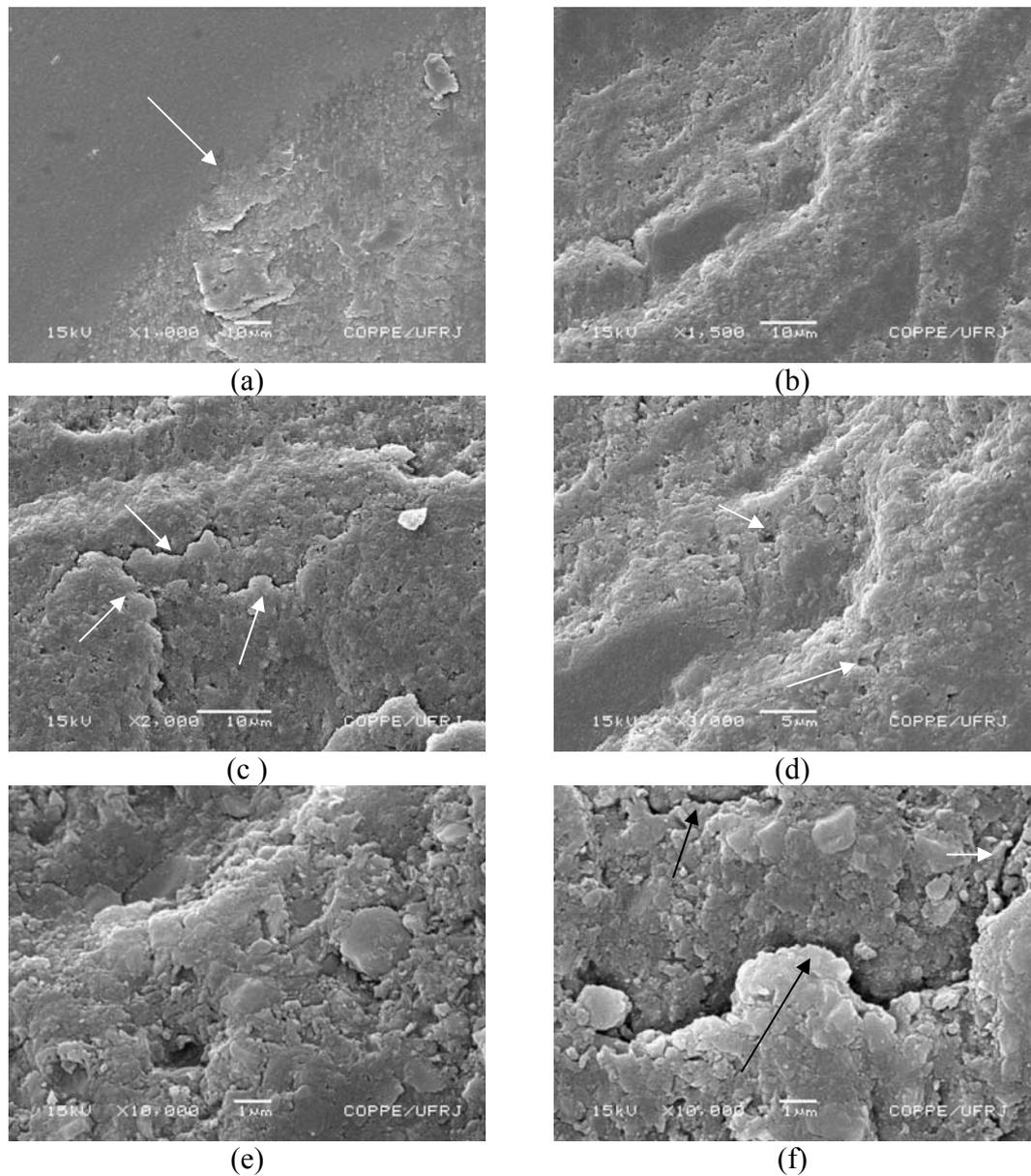


Figura 38 - Análise da superfície de desgaste no ensaio realizado com 15000 ciclos: a) fronteira entre região desgastada e região polida; b) desgaste acentuado do material com formação de degraus; c) imagem com aumento maior mostrando novas trincas após deslocamentos; d) as setas demonstram arrancamento de partículas; e) desgaste muito acentuado do material mostrado em aumento maior; f) as setas mostram imagens de trincas se formando.

O mecanismo de desgaste que ocorre nesse teste (formação de trincas, coalescência destas, e posterior deslocamento de material) pode ser explicado pelo modelo de desgaste por fadiga descrito por DAVIES (1949). A ocorrência de trincas na subsuperfície é provavelmente relacionada ao fato de que o local de máximo estresse está localizado em um ponto abaixo da superfície de desgaste, como pode ser observado na figura 39.

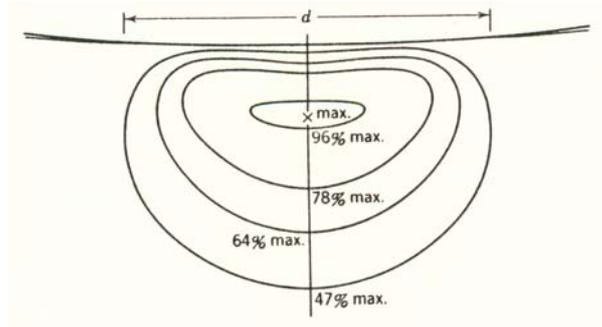


Figura 39 - Posição de estresse máximo segundo DAVIES (1949).

4.4. Ensaio de Microdureza Vickers

Esse ensaio teve como objetivo medir a dureza do compósito pesquisado e avaliar se a ciclagem térmica tem influência significativa nessa propriedade.

Os resultados médios obtidos nos ensaios de dureza Vickers de cada amostra estão representados na tabela 15.

Tabela 15 - Resultados das medidas de dureza Vickers para cada amostra, em cada situação (Grupo RA₁ – sem termociclagem e Grupo RA₂ – com termociclagem).

Tratamento	Amostras	Dureza (HV)		Desvio padrão (HV)	Valor-p
Grupo A ₄	Amostra 1	66,93	68,97 (média)	3,70	0*
	Amostra 2	66,75			
	Amostra 3	73,24			
Grupo A _{4T}	Amostra 1	47,27	50,43 (média)	3,00	0*
	Amostra 2	50,81			
	Amostra 3	53,21			

Quando se compara o valor de dureza antes e depois da termociclagem pode-se observar uma diferença estatisticamente significativa. Pode-se afirmar, com isso, que o compósito é sensível ao meio ao qual foi submetido, pois sua dureza diminuiu. A figura 40 mostra esta relação, onde pode-se observar como a diferença entre os valores de dureza se torna menor na situação onde foi realizado o tratamento térmico dos materiais.

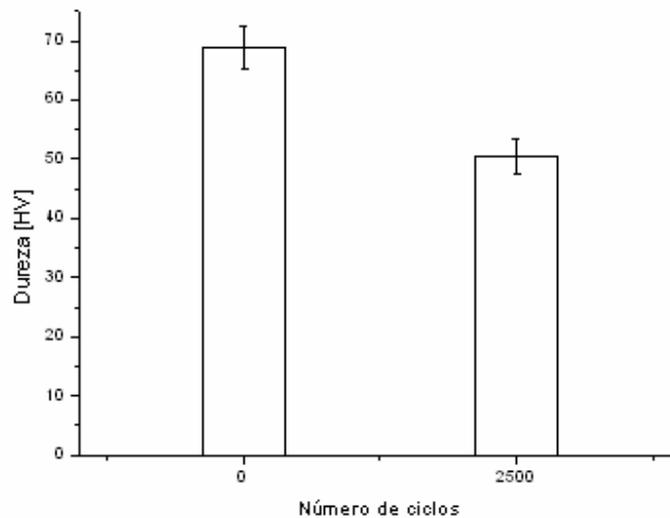


Figura 40 - O gráfico mostra a influência do tratamento térmico do material nos seus respectivos valores de dureza.

Segundo MAYWORM (2005) essa diferença nos valores de dureza poderia ser explicada por uma modificação na microestrutura do compósito. Acredita-se que haja uma degradação do agente de união silano que ocasionaria na perda de partículas e conseqüente amolecimento do material pela maior absorção de fluido.

YAP em 2004 realizou um trabalho onde avaliou a influência da termociclagem na dureza de seis tipos de compósitos. Ao final de seus estudos concluiu que o tratamento térmico não alterou de forma significativa essa propriedade. Enquanto que alguns investigadores não encontram efeito na performance do material após ciclagem térmica (MAIR e VOWLES, 1989, YAP et al, 2001), outros relatam melhora nas propriedades mecânicas (YAP et al, 2002). A discrepância nesses resultados pode ser explicada pela diferença de regimes utilizados na ciclagem térmica, materiais e propriedades mecânicas investigadas.

4.5. Ensaio de Nanodureza.

Esse ensaio teve como objetivo comparar a nanodureza e o módulo de elasticidade do compósito Resilab®/Wilcos nas cores A4 e A1 de forma a avaliar as propriedades das fases constituintes, partículas cerâmicas e matriz polimérica.

Para avaliar se há diferença estatisticamente significativa entre os grupos A_4 e A_1 utilizamos os ensaios realizados com matriz de 9X9, com carga de 0,25 gramas e espaçamento de 15 μm entre as indentações. A figura 41 é uma imagem realizada por meio de microscopia óptica que mostra uma das regiões selecionadas onde as indentações realizadas podem ser observadas.

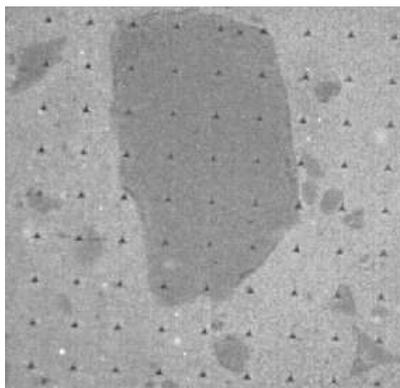


Figura 41 - Imagem em MO do compósito Resilab®/Wilcos com um aumento de 200X. Observar as 81 indentações feitas em uma matriz 9X9.

Na figura 42 podemos observar a distribuição dos valores de nanodureza dos corpos de prova A_4 e A_1 . Ao comparar esses valores verificamos que houve uma diferença considerável entre as duas amostras. O mesmo ocorreu com os resultados do módulo de elasticidade, ao comparar os valores de A_4 e A_1 , verificamos que A_1 possui valores mais altos, conforme pode ser visto na figura 43.

A análise estatística desses resultados foi feita e verificou-se que existe diferença significativa nos valores de nanodureza ($p = 0,001939$), módulo elástico ($p = 0$). Na tabela 16 podemos observar as médias e os desvios padrões dos resultados de nanodureza e na tabela 17 podemos observar as médias e os desvios padrões dos resultados do módulo de elasticidade.

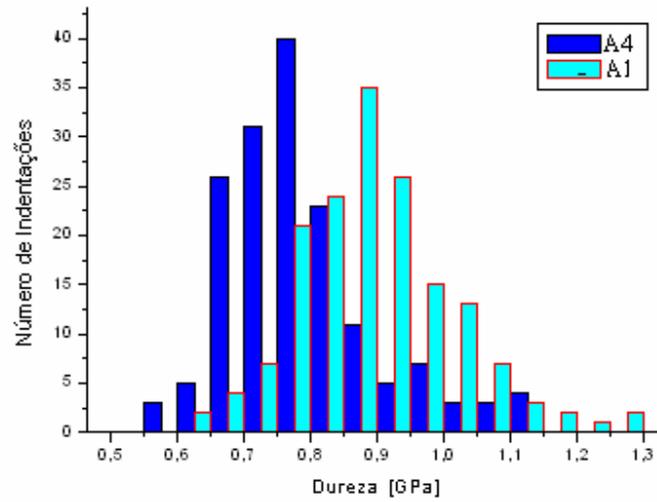


Figura 42 - Histograma mostrando a distribuição dos valores de nanodureza das diferentes cores de resina. Pode-se observar que o grupo A₄ tem valores mais baixos que o grupo A₁.

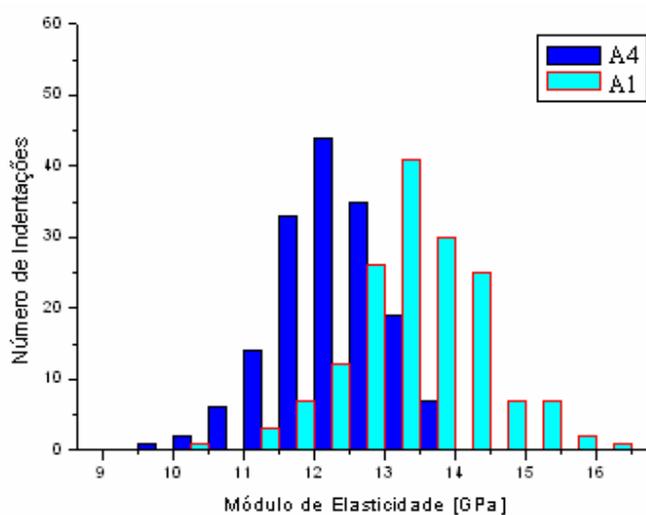


Figura 43 - Histograma mostrando a distribuição dos valores de módulo elástico das diferentes cores de resina. Pode-se observar que o grupo A₄ tem valores mais altos que o grupo A₁.

Tabela 16 – Média e desvio padrão dos resultados de nanodureza.

Amostra	Média (GPa)	Desvio Padrão
A ₄	0,7872	0,1122
A ₁	0,8948	0,0091

Tabela 17 – Média e desvio padrão dos resultados de módulo elástico.

Amostra	Média (GPa)	Desvio Padrão
A ₄	12,2526	0,7439
A ₁	13,4298	0,9618

Para POSKUS et al 2004, a dureza e o módulo elástico são propriedades que estão intimamente relacionadas às cores da resina. As resinas de cores mais claras são mais translúcidas, sendo polimerizadas com maior facilidade. Compósitos bem polimerizados têm valores de dureza mais altos.

Por meio desses valores é possível comparar os resultados da dureza Vickers com os da nanodureza. A média dos resultados da dureza Vickers para a amostra A₄ foi de 0,6897 GPa e a média dos resultados da nanodureza para amostra A₄ foi de 0,7872 GPa. Apesar de serem duas técnicas diferentes para avaliar a dureza do material, os resultados são semelhantes, considerando-se os desvios padrões.

Para tentar estimar o valor da nanodureza e do módulo elástico das duas fases do compósito, as posições das indentações foram observadas nas imagens de MO e depois comparadas com os valores obtidos por meio dos testes. A figura 44 mostra a imagem de uma região onde foi feita uma matriz 5X2, com carregamento de 2 gramas e um espaçamento de 30µm entre as indentações. É importante notar que nessa figura podem ser observadas indentações grandes e indentações pequenas, embora todas tenham sido realizadas com a mesma carga.

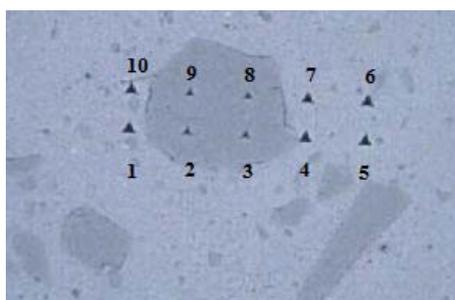


Figura 44 - Imagem em MO do compósito Resilab®/Wilcos com um aumento de 200X. Observar as 10 indentações realizadas em uma matriz 5X2.

Os resultados dos valores de nanodureza e módulo elástico estão apresentados na tabela 18.

Tabela 18 – Valores de nanodureza e módulo elástico para cada indentação relativos à figura 45.

Indentação	Nanodureza (GPa)	Módulo Elástico	Partícula de sílica
1	0,6454	12,2247	Não
2	1,0068	12,4437	Sim
3	0,9382	12,5852	Sim
4	0,6716	12,1547	Não
5	0,6812	12,5566	Não
6	0,7063	12,5961	Não
7	0,6517	12,2182	Não
8	0,8961	12,4568	Sim
9	0,9948	13,1778	Sim
10	0,6993	12,5449	Não

Ao analisarmos a tabela 18 observamos que existe diferença de valores bastante significativa entre as fases, sendo a média dos resultados de nanodureza das indentações dentro da partícula de sílica (0,9589 GPa) bem mais alta que a média da nanodureza das indentações fora desta (0,6759 GPa).

Ao analisarmos os resultados de módulo elástico observamos que a diferença de valores entre as duas fases não é tão grande quanto na nanodureza, mesmo assim, a média das medidas do módulo elástico das partículas (12,495) é um pouco mais alta que a média das medidas do módulo elástico da matriz polimérica (12,382).

Por meio da técnica de nanoindentação também é possível mapear a região onde foi feito o ensaio. As figuras 45 e 46 revelam o mapeamento da nanoindentação e do módulo elástico da região representada pela figura 41.

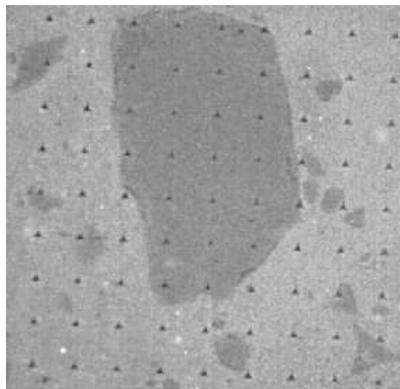


Figura 41 - Imagem em MO do compósito Resilab®/Wilcos com um aumento de 200X, feita em uma matriz 9X9.

Na imagem da figura 46 podemos observar que os valores mais altos de dureza encontram-se localizados na região onde as indentações estão sobre a partícula de sílica. Fica bastante clara essa diferença entre as fases. No gráfico da figura 47 também observamos que os valores mais altos de módulo elástico estão sobre a partícula de sílica, mas essa diferença entre as fases não é tão evidente como na nanodureza.

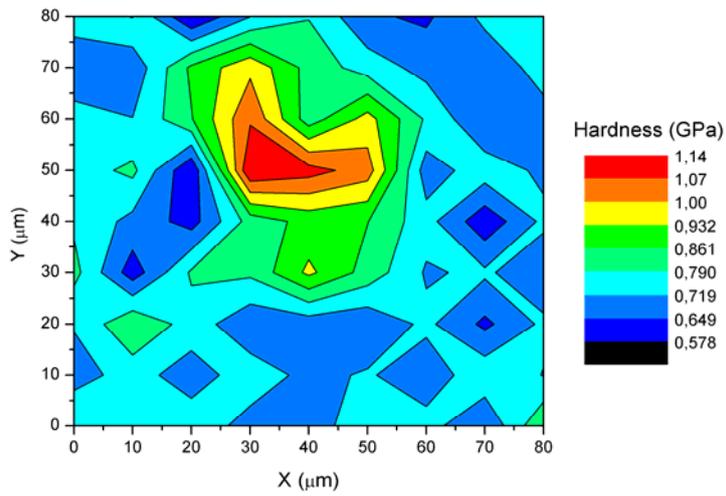


Figura 45 - Gráfico que mostra imagem com os valores de nanodureza obtidos nas indentações do ensaio representado na figura 42.

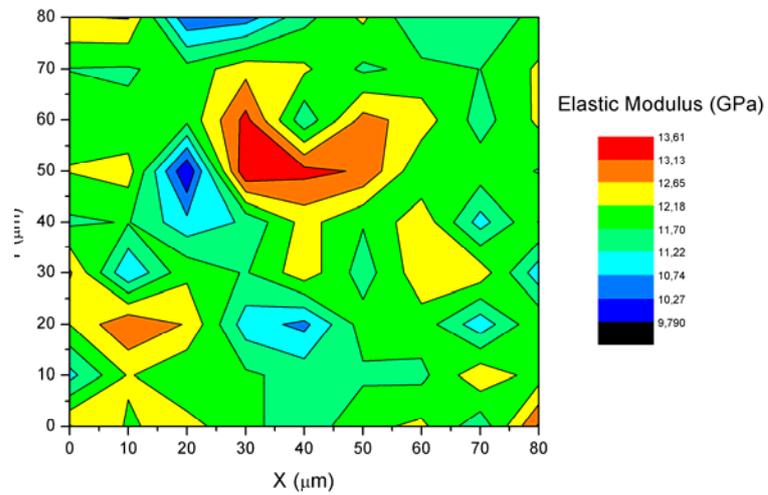


Figura 46 - Gráfico que mostra imagem com os valores de módulo de elasticidade obtidos nas indentações do ensaio representado na figura 42.

5. Conclusões

1. Por meio da análise microestrutural das imagens concluímos que o material Resilab®/Wilcos possui partículas com formatos irregulares e com tamanhos que variavam de 1 a 100 μ m. Nas análises de EDS chegamos à conclusão que esse material possui dois tipos de partículas: vidro de borosilicato de alumínio e bário e vidro (sílica), que seriam as partículas maiores.
2. A análise da superfície de desgaste resultante do teste de Desgaste Esfera sobre Placa evidencia um mecanismo de desgaste abrasivo do material apresentando sinais (cicatrices), além de arrancamento de partículas e formação de crateras.
3. O Ensaio de Desgaste Linear Alternado produz um desgaste por fadiga e abrasivo do compósito. Observa-se arrancamento de partículas e formação de vazios, presença de trincas e deslocamento do material.
4. No Ensaio de Desgaste Linear Alternado tanto a área quanto a profundidade aumentam com o acréscimo do número de ciclos. Quanto maior o número de ciclos, maior é o grau de desgaste do material.
5. Os resultados obtidos no Ensaio de Dureza Vickers mostram que o ciclagem térmico influencia na dureza dos materiais, tornando-os mais macios.
6. Existe diferença estatisticamente significativa nas propriedades de nanodureza e módulo elástico entre os compósitos de cores diferentes. Os compósitos de cor A1 possuem dureza e módulo elástico maiores que o compósito de cor A4.
7. É possível estimar o valor de nanodureza e módulo elástico das diferentes fases do compósito estudado utilizando a técnica de nanoindentação.

11. Referências Bibliográficas

ALVES, O. L., GIMENEZ, I. F., MAZALI, I. O., “Vidros” Cadernos Temáticos Química Nova, Fevereiro, pp. 9-20, 2001.

AMERICAM NATIONAL STANDART INTERNATIONAL/AMERICAM DENTAL ASSOCIATION SPECIFICATION NO. 27. *Resin-based filling materials*. Chicago, IL, 1997.

ANUSAVICE, K. J., *Phillips: Materiais Dentários*. 10^a Ed., Rio de Janeiro, Guanabara Koogam, **1998**.

ANUSAVICE, K. J., *Phillips: Materiais Dentários*. 11^a Ed., Rio de Janeiro, Guanabara Koogam, **2005**.

BARKMEIER, W. W et al. “In vitro wear assessment of high density composites resins, in: Proceedings of the 77th General Session of the IADR; J. Dent. Res. n.78, v. 78, 1999.

BIANCHI, E. C. et al., “Development of new standard procedures for the evaluation of dental composite abrasive wear”. *Wear*, v. 253, pp 533-540, 2002.

BOWEN, R. L., “Dental filling material comprising vinyl silane treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bisphenol and glycidil methacrylate”. US Patent 3000, 112, 1962.

BRYANT, R. W. e HODGE, K. V., “A clinical evaluation of posterior composite resin restorations”. *Aust. Dent. J.* v. 39, n.2, pp 77-81, 1994.

BULL, S. J. e KORSUNSKY, A. M. “Tribology Internacional”. v. 31, n. 9, pp 547, 1998.

BUSHAN, B. e GRUPTA, B. R. “Handbook of tribology – Materials coatings and surface treatments”. Krieger Publishing Company Malabar, FLA, 1997.

CALLISTER, Jr., Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. 5º Ed., Rio de Janeiro, LTC, 2002.

CARDOSO, P. E. C., “Avaliação do desgaste, rugosidade e microestrutura de resinas compostas em função da ciclagem mecânica e fonte ativadora” Tese DSc. Faculdade de Odontologia . USP, São Paulo, Brasil, 1994.

COELHO, R. T., “Avaliação experimental da profundidade do limite de dressagem na retificação de precisão, in: Proceedings of the 11thCongresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, São Paulo, December, 1991.

CHAWLA, K. K., Composite Materials Science and Engineering. 1º Ed., New York, Springer – Verlag, 1997.

CONCEIÇÃO, E. N. et al, Dentística: Saúde e Estética, 2ª Ed., Porto Alegre, Editora Artmed, 2002.

CONDON, J. R. FERRACANI, J. L. “In vivo wear of composite with varied cure, filler level and filler treatment”, J. Dent. Res., v.76, n.7, pp 1405-1411, 1997.

COPELLO, R. C. T. “Análise comparativa das propriedades mecânicas de dois compósitos para uso indireto em restaurações dentárias”. Tese de MSc. COPPE - UFRJ, Rio de Janeiro, 2003.

CRAIG, R. G., POWERS, J. M., Materiais dentários restauradores. 11º Ed., São Paulo, Livraria Editora Santos, 2004.

DAHL, B. L. e OILO, O., “In vivo wear ranking of some restorative materials”, *Quintessence International*, v.25, n.8, pp 561-565, 1994.

DAVIES, R. M., “The determination of static and dynamic yield stresses using a steel ball.” *Proc. Roy. Soc., A* 197, pp. 416-432, 1949.

DE GEE, A. J., WENDT, S. L., WERNER, A., DAVIDSON, C. L., “Influence of enzymes and plaque acids on in vitro wear of dental composites”, *Biomaterials*, v. 17, n.13, 1996.

DELONG, G. R., et al., “The wear of enamel when opposed by ceramic systems”. *Dental Materials*, v. 5, pp 266-271, July, 1989.

DE SOUZA, J. A. “Análise in vitro do desgaste de um compósito odontológico microíbrido utilizando duas metodologias diferentes”. Tese de MSc. COPPE - UFRJ, Rio de Janeiro, 2006.

DICKINSON, G. L., GERBO, L. R., LEINFELDER, K. F. “Clinical evaluation of highly wear resistant composite”. *Am. J. Dent.* v. 6, n.2, pp 85-87, 1993.

DIETER, G. H. *Metalurgia Mecânica*. 2ª Ed., Rio de Janeiro, Editora Guanabara, 1981

FORTIN, D., VARGAS, M. A. “The spectrum of composites: New techniques as Materials”. *J American Dental Association*. v. 131, pp 265-305, June, 2000.

GREGORY, W. A. et al. “Interim luting agents, composite core surface hardness and retention of interim and final restorations”, *Am. J. Dent.* v. 3, pp 207-212, 1990.

HABELITZ et al. “Mechanical properties of human dental enamel on the nanometre scale”. *Archives of Oral Biology*. V. 46, pp. 173-183, 2001.

HIRATA, R. et al. “Alternativas clínicas de sistemas de resinas compostas laboratoriais. Quando e como usar?” J Bras Clin Estet Odonto, ano 4, n. 19, pp 13-21, 2000.

HE, LI. H. e SWAIN, M. S. “Nanoindentation derived stress-strain properties of dental materials”. Dental Materials, v. 5, pp 01-08, 2006.

HOCHING, H. K. XU, et al, “Three-body wear of dental resin composites reinforced with silica-fused whiskers”. Dental Materials, v. 20, pp 220-227, 2004.

HOLMBERG, K. e MATTHEUS, A, “Tribology of coatings, Coatings Tribology- Properties, Techniques and Applications in surface engineering”. 1º ed., Amsterdam, Elsevier Science B.V., 1994.

KOCZOROWSKI, R. e WLOCH, S. “Evaluation of wear of selected prosthetic materials in contact with enamel and dentin”. The Journal of Prosthetic Dentistry, v. 81, n.4, pp 453-459, April, 1999.

KUGEL, G., GARCIA-GODOY, F., “Direct and Indirect Esthetic Adhesive Restorative Materials: A Review”. YBP-HOME – *Healthmantra Home*. www.healthmantra.com/yap, 2003.

JAHNMIR, S. “Wear behavior of dental Ceramics” in: Proceedings of th 7th Portuguese Conference on Tribology, Porto, June 2000 .

LEINFELDER, k. f., “New developments in resin restorative systems”. J. Am. Dent. Assoc.. v. 128, n. 5, pp 573-81, 1997.

LEINFELDER, K. F., “Resinas Compostas”. Dentística Restauradora – Clin. Odontol. Am. Do Norte, 1º ed., cap. 9, Livraria Roca Ltda, 1998.

LEINFELDER, K. F., “Posterior composite resins: the material and their clinical performance”, J. Am. Dent. Assoc. v. 126, pp 663-676, 1995.

LEINFELDER, KARL F.; SUZUKI, SHIRO. “Dispositivo *in vitro* para determinação do desgaste nas resinas compostas para dentes posteriores”. *The Journal of dental American Association*. v.3, n.1, pp 53-62, jan/fev, 2000.

LUTZ, F. e PHILLIPS, “Potential posterior composites. An *in vivo/in vitro* comparison for wear”. J.Dent Res. v. 63, pp. 914-20, 1984.

MAIR, L. H. “The measurement and analysis of clinical abrasion – a modified approach”. Dent. Mater. v. 6, pp 271-275, 1990.

MAIR, L. H., “Effect of surface conditioning on the abrasion rate of dental composites”. J.Dent. v. 19, pp 100-106, 1991.

MAIR, L. H., “Wear in dentistry. Current terminology”. J.Dent. v.20, pp 140-144, 1992.

MAIR, L. H. e VOWLES, R. W. “ Surface permeability and degradation of dental composites resulting from oral temperature changes. Dent Materials, v. 5, pp. 247-255, 1989.

MANHART, J., et al. “Mechanical properties and wear behavior of light-cured packable composite resins”. Dental Materials, v.16, pp 33-40, 2000.

MAYWORM, C. D. “Comparação *in vitro* das propriedades mecânicas de dois compósitos odontológicos de partículas nanométricas”. Tese de MSc. COPPE - UFRJ, Rio de Janeiro, 2005.

MCKINNEY, J. E., “Environmental damage and wear of dental composite restoratives”. In: Vanherle G and DC, eds. *International Symposium on posterior Composite Resin Dental Restorative Materials* . Utrecht, The Netherlands : Peter Szulc, pp 331-347, 1982.

MIYAWAKI, H. et al. “Hardness and fracture toughness of commercial core composites resins”. *Dent Mater J*, n. 12, pp 62-68, 1993.

MONTES, G. M. e DRAUGHN, R.A . “In vitro surface degradation of composites by water and thermal cycling. *Dental Materials*, v.2, pp 193-197, 1986.

NARTALLO, et al. “Estudio comparativo in vitro/clínico de resinas compuestas para sector posterior”. *Ver. asoc. Odontol. Argentina*. v. 8, n.3, pp. 187-192, jul/set. 1992.

POSKUS, L.T., PLACIDO, E., CARDOSO, P.E.C. “ Influence of placement techniques on Vickers and Knoop hardness of class II composite resin restorations.” *Dental Materials*, v.20, pp 726-732, 2004.

RABINOWICZ, E. “Friction and wear of materials”. 2ª Ed., Canadá, Editora W-I Publication, 1995.

RAMMELSBERG, P., EICKEMEYER, G., ERDEL, K., et al., “Fracture resistance of posterior metal-free polymer crowns”. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 84, n. 3, pp 303-308, Sept., 2000.

ROULET, J. F. “The problems associated with substituting composite resins for amalgam: A status report on posterior composites”. *J. Dent*. v. 16, pp 101-11, 1998.

SU, F-H. et al, “Study on the friction and wear properties of glass fabric composite filled with nano- and micro-particles under diferents conditions”. *Materials Science and Engineering*. 2004.

TIRADO, J. I. M. et al. “ The effect of thermocycling on the fracture toughness and hardness of core buildup materials” *Journal Prosthetic Dentistry*, v. 86, n. 5, pp. 474-480, 2001.

US5968856: Sinterable Lithium disilicate glass-ceramics. Aplicante: Ivoclar AG, Liechtenstein (1999)

ZACHARIASEN, W. H. “The atomic arrangement in glass” *Journal American Chemistry Society*. V. 54, pp. 3841-3851, 1932.

WANG, W., DI BENEDETTO, A. T., GOLDBERG, A. J., “Abrasive wear testing of dental restorative materials”, *Wear*. v. 219, pp 213-219, 1998.

WEIG, K. M. “Avaliação mecânica de resinas compósitas dentárias utilizadas em restaurações diretas.” Tese de MSc. COPPE. UFRJ, Rio de Janeiro, 2004.

WILLEMS, G., LAMBRECHTS, P., BRAEM, M., et al., “ A classification of dental composites according to their morphological and mechanical Characteristics”. *Dental Materials* , v. 8, pp 310-319, Sept., 1992.

YAP AU, et al. “Comparative hardness and modulus of tooth-colored restoratives: A depth-sensing microindentation study”. *Biomaterials*, v.25, pp 2179-2185, 2004.

YAP AU, et al. “Effects of cycling temperature changes on hardness of composite restoratives”. *Oper Dent.*, v. 27, pp 349-25, 29, 2002

YAP AU, et al. “Influence of thermal cycling on OCA wear of composite restoratives”. *Oper Dent.*, v. 26, pp 349-356, 2001.

http://www.wilcos.com.br/prod_wilcos_resilab.php.

6. APÊNDICE

Tabela 1: propriedades dos diferentes tipos de compósitos (CRAIG e POWERS, 2004).

PROPRIIDADE	Compósitos universais	Compósitos de micropartículas	Compósitos compactáveis	Compósitos de baixa viscosidade	Compósitos de laboratório	Compósitos para núcleo
Resistência flexural (MPa)	80-160	60-120	85-110	70-120	90-150†	-
Módulo flexural (GPa)	8,8-13	4,0-6,9	9,0-12	2,6-5,6	4,7-15†	-
Limite de fadiga à flexão (MPa)	60-110	-	-	-	-	-
Resistência à compressão (MPa)	240-290	240-300	220-300	210-300	210-280†	210-250†
Módulo de compressão (GPa)	5,5-8,3	2,6-4,8	5,8-9,0	2,6-5,9	-	7,5-2,2
Resistência à tração diametral (MPa)	30-55	25-40	-	33-48	-	40-50
Contração linear de polimerização (%)	0,7-1,4	2-3	0,6-0,9	-	-	-
Estabilidade de cor, envelhecimento acelerado – 450 KJ/m ² (ΔE^*)‡	1,5	-	-	1,5	1,1-2,3	-
Estabilidade de cor, manchado por suco/chá (ΔE^*)‡	4,3	-	-	-	1,7-3,9	-

† Sem reforço de fibra

‡ $\Delta E^* < 3,3$ é considerado imperceptível clinicamente

