

Testes de Materiais Dentários e Biomecânica

SUMÁRIO

Resistência à Compressão	Técnicas de Espectrometria
Flexão	Picnometria
Resistência à Flexão	Métodos de Teste da Resistência de União
Flexão Permanente	Teste de Macrocisalhamento
Resistência à Tração Diametral	Teste de Macrotração
Resistência ao Cisalhamento	Teste de Microtração
Torção	Teste de Microcisalhamento
Resistência à Fadiga	Teste de Push-out
Tenacidade à Fratura	Métodos para Medição da Contração e da Tensão durante a Polimerização de Compósitos Resinosos
Análise Fractográfica	Dilatômetro de Mercúrio
Resistência ao Rasgamento e Energia de Rasgamento	Disco Aderido
Dureza	AcuVol
Teste de Dureza Brinell	Teste MARC (<i>Managing Accurate Resin Curing</i>)
Teste de Dureza Knoop	Fator de Configuração Cavitária
Teste de Dureza Vickers	Análise de Tensões e Desenho das Estruturas Dentárias
Teste de Dureza Rockwell	Análise por Elementos Finitos
Teste de Dureza Barcol	Testes de Tensão de Polimerização
Teste de Dureza Shore A	Tensilômetro
Nanoindentação	Tensômetro
Desgaste	Análise de Trincas
Tempo de Presa	Especificações para Materiais Restauradores
Definição e Importância	Especificações da American Dental Association
Medição	Programa de Aprovação da American Dental Association
Análise Mecânica Dinâmica	Índice de Especificações e Normas Federais
Reologia	
Calorimetria Diferencial de Varredura	

No Capítulo 4, introduzimos conceitos fundamentais de biomecânica e propriedades físicas dos materiais dentários. Os dados apresentados foram coletados com uma variedade de instrumentos de teste. Neste capítulo, descrevemos individualmente os testes com mais detalhes.

RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Quando um objeto é testado em compressão, a falha pode ocorrer como resultado de tensões complexas neste objeto. As forças de compressão aplicadas em cada extremidade do espécime são transformadas em tensões de cisalhamento ao longo de uma área em forma de cone localizada em cada extremidade do cilindro e, como resultado da ação dos dois cones nesse cilindro, são transformadas em tensões de tração na porção central da massa do corpo. Por causa desta configuração de tensões no corpo, torna-se necessário adotar tamanhos e dimensões padronizados para se obterem resultados reprodutíveis. A Figura 5-1 mostra que se um corpo

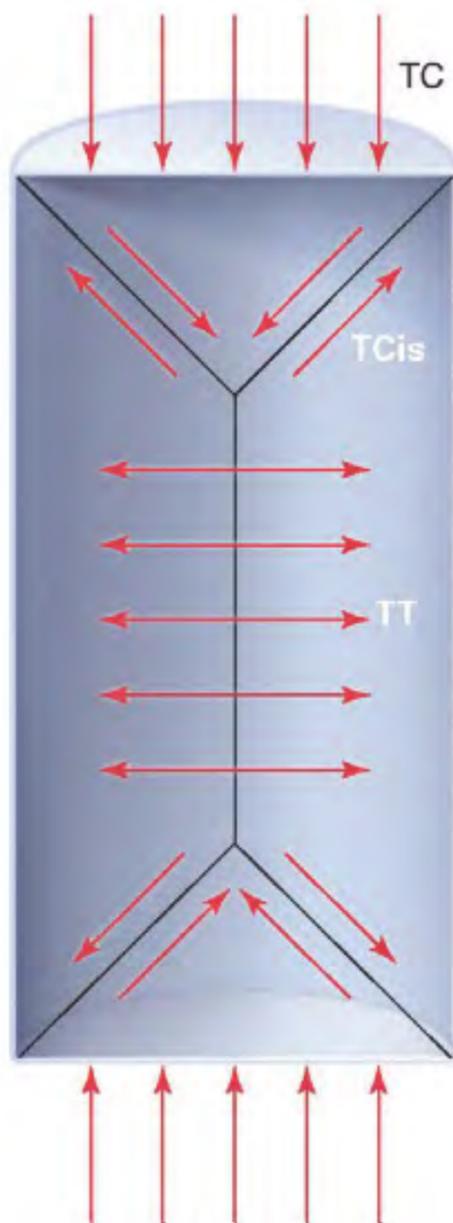


FIGURA 5-1 Padrão de tensões complexas desenvolvido em um cilindro submetido a uma carga de compressão. Tensão de compressão (TC), Tensão de cisalhamento (TCis), Tensão de tração (TT).

TABELA 5-1 Resistência à Compressão de Alguns Materiais Dentários

Material	Resistência à Compressão (MPa)
Esmalte	384
Dentina	297
Amálgama	189
Hidróxido de cálcio	8
Porcelana feldspática	149
Gesso especial	81
Compósito resinoso	225
Cimento de fosfato de zinco	110

de prova é muito curto, a distribuição de tensões se torna mais complicada como resultado da formação de cones sobrepostos nas extremidades do cilindro. Se o espécime for muito comprido, pode ocorrer encurvamento. Portanto, o cilindro deve ter um comprimento equivalente ao dobro do diâmetro para se conseguir resultados mais satisfatórios.

O teste de compressão é o mais adequado para comparar materiais que são frágeis e geralmente pouco resistentes em tração. O teste de compressão é, portanto, uma propriedade útil para comparação de amálgamas dentais, compósitos resinosos e cimentos e para determinar as qualidades de outros materiais como gesso e revestimentos. Valores típicos de resistência à compressão de alguns materiais dentários restauradores são dados na Tabela 5-1.

FLEXÃO

As propriedades de flexão de diversos materiais são muitas vezes mais importantes que suas propriedades de tração ou compressão. As propriedades flexurais de fios de aço inoxidável, limas e afastadores endodônticos e agulhas hipodérmicas são especialmente importantes. Por exemplo, a especificação nº 28 do *American National Standards Institute/American Dental Association* (ANSI/ADA) para limas e afastadores endodônticos exige testes de flexão.

As propriedades de flexão são mensuradas pelo encurvamento de um corpo de prova em formato de barra. Em uma configuração de cantilever simples, a barra é fixada em uma extremidade e uma força é aplicada em uma distância determinada da extremidade que está fixada. Na configuração de cantilever

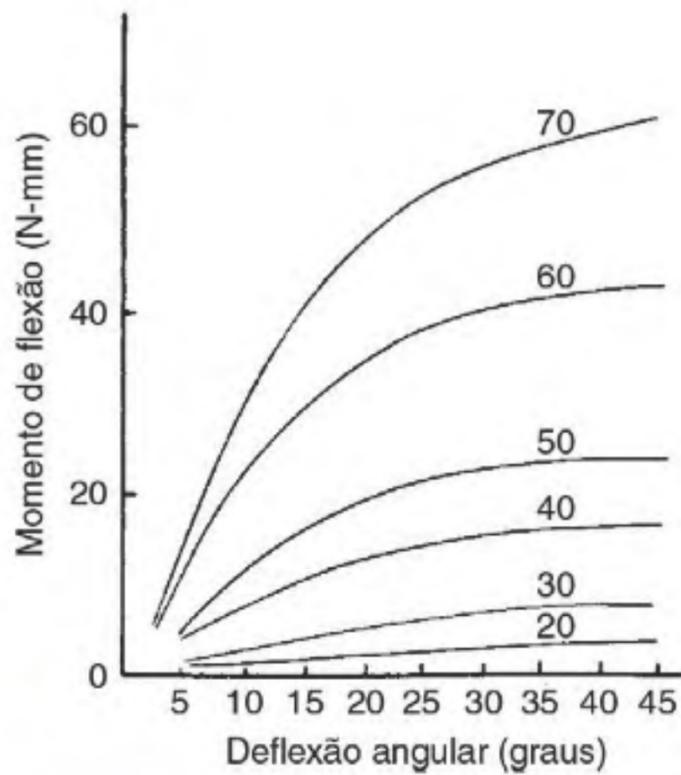


FIGURA 5-2 Curvas de momento de flexão — deflexão angular para afastadores endodônticos de tamanhos de 20 a 70.

duplo, as duas extremidades da barra são fixadas e a carga é posicionada no centro da viga. Em uma configuração de flexão de três ou quatro pontos, a barra é apoiada em dois roletes e a carga é aplicada na parte superior da barra. Os corpos de prova são submetidos a condições que se assemelham à flexão pura, e a teoria das vigas é usada para analisar os dados. Conforme a força é aumentada e o corpo de prova é flexionado, valores correspondentes ao ângulo de flexão e o momento fletor (força x distância) são obtidos. Gráficos do momento fletor *versus* o ângulo de flexão são semelhantes em aparência a curvas de tensão-deformação. Como exemplo, uma série de curvas para vários tamanhos de afastadores endodônticos são mostrados na Figura 5-2. Um instrumento será permanentemente dobrado se o ângulo de flexão exceder o valor que está no fim da porção linear da curva. Os instrumentos maiores são mais rígidos, como mostrado pela inclinação inicial mais acentuada. A porção linear inicial da curva é mais curta para os instrumentos maiores e, portanto, o desvio da linearidade ocorre em ângulos de flexão menores.

RESISTÊNCIA À FLEXÃO

A resistência à flexão de um material é obtida quando se carrega uma barra simples, apenas apoiada (não fixada) em cada extremidade, com uma carga aplicada no meio (Figs. 5-3 e 5-4). Este teste é chamado de *flexão em três pontos (3PC)* ou *teste de flexão*, e a tensão máxima mensurada no

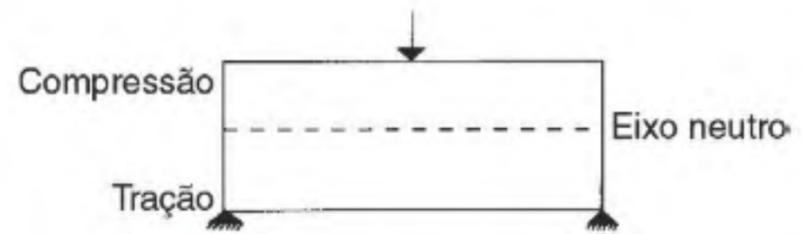


FIGURA 5-3 Esquema do teste de flexão em três pontos. Os três pontos são os dois suportes na região inferior e o ponto central de carregamento na região superior.

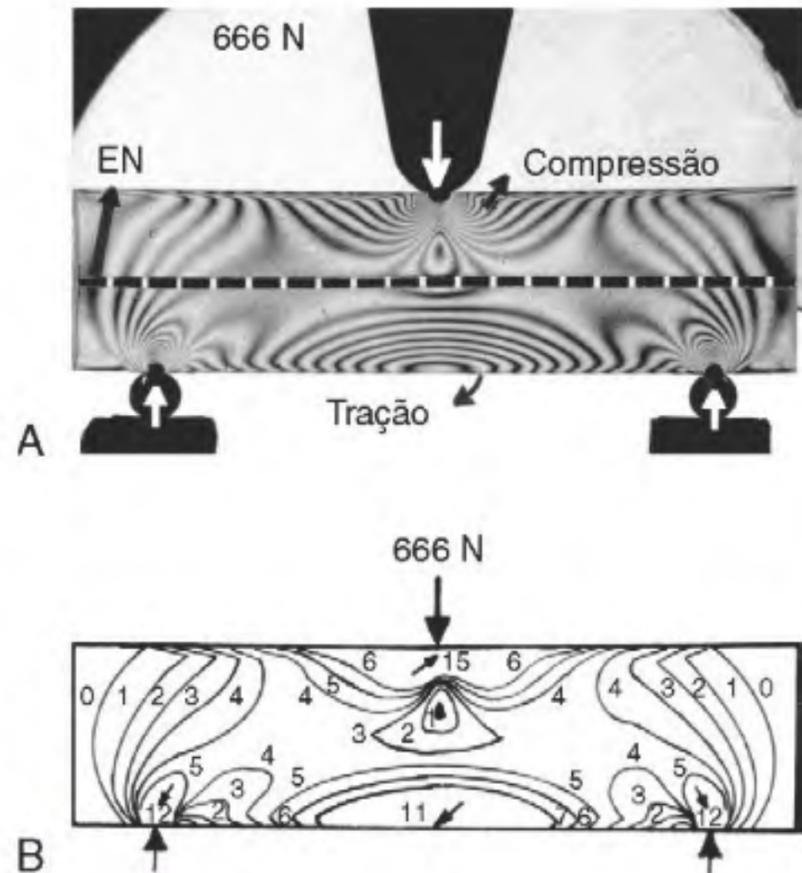


FIGURA 5-4 Análise fotoelástica do teste de resistência à flexão. A, Modelo fotoelástico com franjas isocromáticas. B, Ilustração para mostrar a ordem das franjas isocromáticas. Eixo neutro (EN).

TABELA 5-2 Resistência à Flexão de Alguns Materiais Dentários

Material	Resistência à Flexão (MPa)
Compósito resinoso	139
Amálgama em forma de aparas	124
Porcelana feldspática	65
Gesso especial	17
Ionômero de vidro modificado por resina	42-68
Cimento resinoso	66-121

teste é chamada de *resistência à flexão*. Os valores de resistência à flexão de diversos materiais dentários são mostrados na Tabela 5-2. Este teste determina não só a resistência de determinado material, mas também a quantidade de distorção esperada. O teste

de resistência à flexão é parte da especificação nº 12 (ISO 1567) da ANSI/ADA para resinas para base de prótese total. A resistência à flexão e a deformação correspondente são importantes também em espaços protéticos amplos de próteses parciais fixas, em que as tensões decorrentes de cargas oclusais podem ser severas.

A equação para a tensão máxima desenvolvida em uma barra retangular carregada no centro da distância entre os apoios é a seguinte:

$$\text{Tensão} = 3 \times \text{carga} \times \text{comprimento} / (2 \times \text{largura} \times \text{espessura}^2)$$

Ou

$$\sigma = 3Pl/2bd^2$$

A deformação resultante ou o deslocamento nesta barra ou ponte pode ser calculada a partir da seguinte equação:

$$\text{Deformação} = \text{carga} \times \text{comprimento}^3 / 4 \times \text{módulo de elasticidade} \times \text{largura} \times \text{espessura}^3$$

Ou

$$\delta = Pl/4Ebd^3$$

A flexão em quatro pontos é frequentemente preferida ao teste de flexão em três pontos quando se quer medir módulo de flexão e resistência à flexão. Se um material que se deforma facilmente for testado com dispositivos de carregamento e de suporte inadequados, os elementos podem causar deformações localizadas. Isto é indesejável porque a teoria da viga utilizada para calcular a deflexão assume que ocorre uma deformação uniforme na barra, sem tensões localizadas ou fatores que possam impedir essa deformação. Uma configuração de flexão em quatro pontos utiliza dois elementos de carregamento em vez de um utilizado na flexão em três pontos. Os dois elementos de carregamento aplicam uma carga mais uniforme à barra, o que previne sua deformação em formato de "V" e concentração de tensões no meio do corpo, como acontece quando um único elemento de carregamento é utilizado. Nesta configuração, uma área maior e mais representativa do espécime é testada.

FLEXÃO PERMANENTE

Durante a fabricação, várias restaurações dentárias são submetidas à flexão permanente. O ajuste de grampos de próteses parciais removíveis e a conformação de fios ortodônticos são dois exemplos. Comparações de fios e agulhas de diferentes composições e diâmetros submetidos a repetidas flexões em 90 graus são frequentemente realizadas. O número de dobramentos a que um corpo de prova irá resistir

é influenciado por sua composição e dimensões, assim como seu tratamento durante a fabricação. Esses testes são importantes porque esta informação não é prontamente relacionada aos dados de testes mecânicos padronizados, tais como propriedades em tração ou dureza. Tensões de tração e compressão severas podem ser introduzidas em um material submetido à flexão permanente. É em parte por essa razão que os dados de testes de tração e compressão para um material são tão importantes.

RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DIAMETRAL

Um método alternativo para testar materiais frágeis, em que a resistência à tração é determinada através do teste de compressão, é popular devido a sua relativa simplicidade e reprodutibilidade. O método é descrito na literatura como o *teste de compressão diametral para tração* ou o *teste brasileiro*. Neste teste, um disco de um material frágil é comprimido diametralmente em uma máquina de ensaios mecânicos até a fratura ocorrer, como mostrado na Figura 5-5. A carga de compressão aplicada ao espécime introduz uma tensão de tração no plano da aplicação de força da máquina de teste por causa do efeito de Poisson. A tensão de tração (σ_x) é diretamente proporcional à carga (P) aplicada em compressão através da seguinte fórmula:

$$\sigma_x = 2P/\pi DT$$

Note que este teste é desenhado para materiais frágeis. Se o espécime deforma significativamente

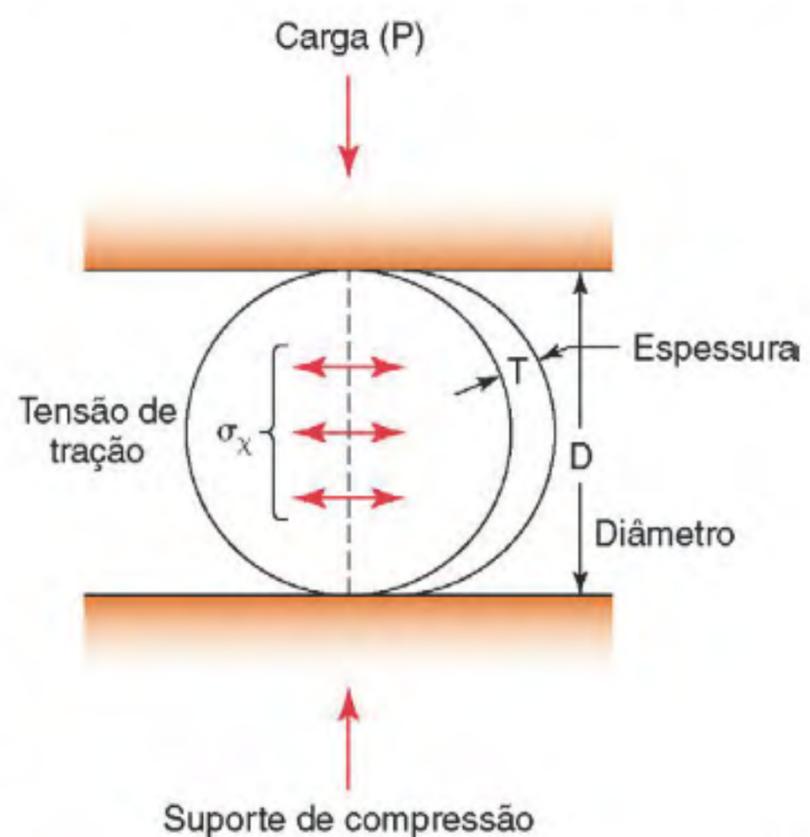


FIGURA 5-5 Como uma força compressiva desenvolve tensões de tração em materiais frágeis.

TABELA 5-3 Resistência à Tração de Alguns Materiais Dentários

Material	Resistência à Tração Diametral (MPa)	Resistência à Tração (MPa)
Esmalte	–	10
Dentina	–	106
Amálgama	54	32
Hidróxido de cálcio	1	2,3
Cerâmica feldspática	–	25
Gesso especial	8	6
Cimentos de fosfato de zinco	8	10

antes de falhar ou fraturar em mais de dois pedaços iguais, os dados podem não ser válidos. Alguns materiais exibem diferentes valores de resistência à tração diametral quando testados em diferentes taxas de carregamento e são descritos como sendo sensíveis à relação taxa de deformação. O teste de tração diametral não é válido para esses materiais. Valores de resistência à tração diametral e à tração para alguns materiais dentários são listados na Tabela 5-3.

RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO

A resistência ao cisalhamento é a tensão máxima a que um material pode resistir antes de falhar em um modo de carregamento em cisalhamento. Isto é particularmente importante no estudo de interfaces entre dois materiais, como uma interface cerâmica-metal ou implante-osso. Um método para testar a resistência ao cisalhamento de materiais dentários é o método da perfuração (punch) ou push-out, em que um carregamento axial é aplicado para empurrar um material através de outro. A resistência ao cisalhamento (τ) é calculada pela seguinte fórmula:

$$\text{Resistência ao cisalhamento } (\tau) = F/\pi dh$$

Em que F é a força de compressão aplicada ao espécime, d é o diâmetro do perfurador e h é a espessura do corpo de prova. Note que a distribuição das tensões causada por este método não é um cisalhamento puro e que os resultados frequentemente diferem por causa das diferenças em dimensões dos corpos de prova, geometria da superfície, composição e preparação, e procedimento mecânico do teste. No entanto, este é um teste simples de ser realizado

TABELA 5-4 Valores de Resistência ao Cisalhamento de Alguns Materiais Dentários Restauradores Testados pelo Método do Push-out

Material	Resistência ao Cisalhamento (MPa)
Esmalte	90
Dentina	138
Resina acrílica	122
Amálgama	188
Porcelana	111
Cimento de fosfato de zinco	13

e tem sido usado extensivamente. Alternativamente, as propriedades de cisalhamento podem ser determinadas submetendo-se um corpo de prova ao carregamento torcional. Valores de resistência ao cisalhamento de alguns materiais estão listados na Tabela 5-4. As especificidades do teste de cisalhamento para interfaces adesivas são discutidas em detalhes na seção de métodos de resistência de união neste capítulo.

TORÇÃO

Outro modo de carregamento importante para a Odontologia é a torção. Por exemplo, quando uma lima endodôntica está presa na ponta e a parte superior é rotacionada, o instrumento é submetido à torção. O fato de a maioria das limas e dos afastadores serem rotacionados no canal radicular durante o tratamento endodôntico torna suas propriedades em torção de particular interesse. A especificação nº 28 para limas e afastadores endodônticos da ANSI/ADA descreve um teste para medir a resistência à fratura por torção com um torquímetro. A torção resulta em tensões de cisalhamento e rotação do espécime. Neste tipo de aplicação, estamos interessados na relação entre o momento torcional ($M_t = \text{força de cisalhamento} \times \text{distância}$) e rotação angular π . Uma série de gráficos em que o momento torcional é medido como uma função de torção angular é mostrada na Figura 5-6. Neste exemplo, os instrumentos foram rotacionados no sentido horário, contra o sentido das espiras do instrumento. Como no caso da flexão, as curvas se parecem com curvas tensão-deformação, com uma porção linear inicial seguida de uma porção não linear. Os instrumentos devem ser usados clinicamente de modo a não apresentarem rotação angular permanente; assim,

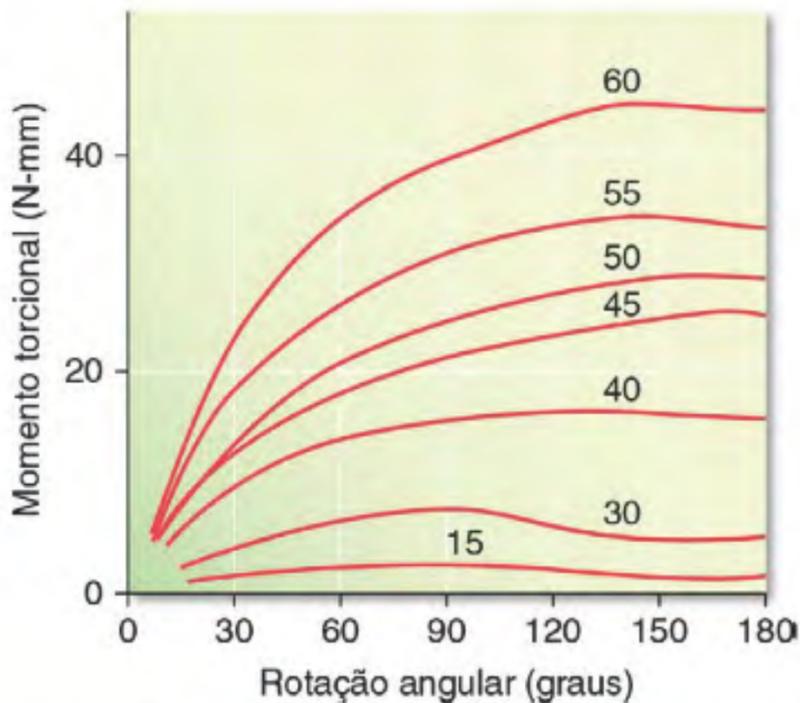


FIGURA 5-6 Curvas de momento torcional-rotação angular para limas endodônticas de tamanhos de 15 até 60.

os ângulos de rotação devem ser limitados a valores dentro da porção linear das curvas momento angular torcional-rotação angular. Os instrumentos maiores são mais rígidos em torção do que os menores, mas sua porção linear é menor. O formato irregular das curvas em alta rotação angular é resultado da distorção dos instrumentos. A torção é uma consideração importante para fixações rosqueadas como aquelas utilizadas em restaurações com implantes. O uso de um torquímetro é recomendado para rosquear parafusos de conectores para prevenir uma sobrecarga sobre o parafuso e uma possível fratura torcional no pescoço do parafuso.

RESISTÊNCIA À FADIGA

Baseado nas discussões prévias, um objeto submetido a tensões abaixo do limite de elasticidade e subsequentemente aliviado dessa tensão deve retornar à sua forma original sem nenhuma mudança em sua estrutura interna ou propriedades. Alguns ciclos de carregamento e descarregamento não afetam sensivelmente um material. Entretanto, quando essa tensão é repetida muitas vezes, a resistência do material pode ser drasticamente reduzida e por fim causar a fratura. *Fadiga* é definida como uma fratura progressiva sob carregamento repetido. Os testes de fadiga são realizados submetendo-se um corpo de prova à aplicação de tensões alternadas abaixo do limite de elasticidade até a fratura ocorrer. Testes de fadiga por tração, compressão, cisalhamento, flexão e torção podem ser realizados.

A *resistência à fadiga* é o nível de tensão em que o material falha sob carregamento repetitivo. Falha

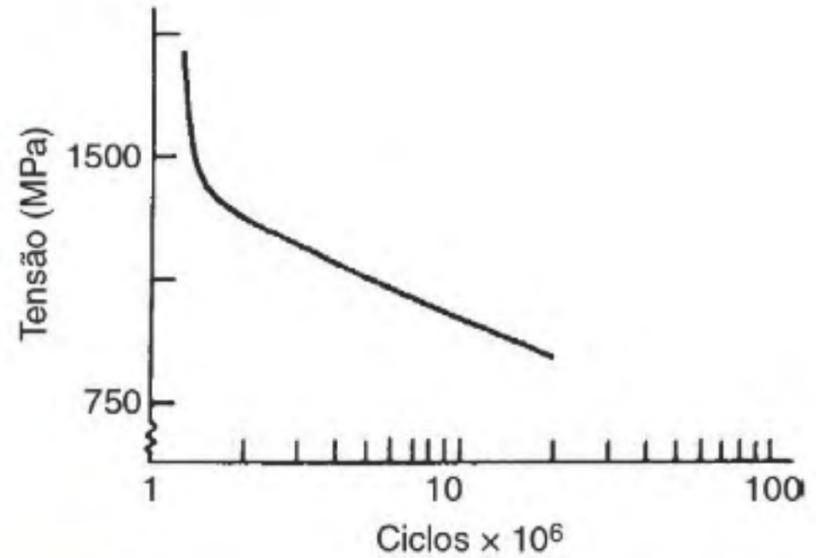


FIGURA 5-7 Curva de fadiga em flexão para liga de cobalto-cromo-níquel utilizada para próteses parciais removíveis.

sob carregamento repetitivo ou cíclico é, portanto, dependente da magnitude de carga e do número de repetições do carregamento. Dados de fadiga são frequentemente representados pela curva S-N, uma curva que representa a tensão (ou deformação) (S) em que o material irá falhar em função do número de ciclos de carregamento (N). Um exemplo de curva S-N é mostrado na Figura 5-7. Quando a tensão é suficientemente alta, a amostra irá fraturar em um número de ciclos relativamente pequeno. Conforme a tensão diminui, o número de ciclos necessários para causar fratura aumenta. Portanto, quando um valor de resistência à fadiga é especificado, o número de ciclos também deve ser especificado. Para alguns materiais, um valor de tensão a que a amostra pode ser submetida a um número infinito de ciclos sem se fraturar é eventualmente utilizado. Esta tensão é chamada *limite de fadiga*.

A determinação de propriedades de fadiga é de importância considerável para restaurações dentais submetidas a forças cíclicas durante a mastigação. A aplicação de cargas durante a mastigação pode ser de aproximadamente 300 mil flexões por ano. Como os materiais dentários podem ser submetidos a tensões moderadas repetidas um grande número de vezes, é importante durante o planejamento da restauração sabermos qual tensão ela pode suportar para um número de ciclos predeterminado. As restaurações devem ser planejadas com uma margem de segurança de forma que as tensões cíclicas desenvolvidas clinicamente estejam abaixo do limite de fadiga.

As fraturas por fadiga se desenvolvem a partir de pequenas falhas que coalescem e por fim levam a uma falha macroscópica e à fratura catastrófica. Áreas de concentração de tensão, como defeitos de

superfície e ranhuras, são particularmente perigosas e podem levar a falhas catastróficas. As propriedades de fadiga são principalmente dependentes da microestrutura do material e da história de fabricação e tratamento; portanto, elas nem sempre se correlacionam a outras propriedades mecânicas. Além disso, o ambiente também influencia, pois o meio em que o material está submerso quando em uso também pode causar degradação. Temperaturas elevadas, umidade, meio aquoso, substâncias biológicas e desvios do pH neutro podem reduzir as propriedades de fadiga. Como resultado, os dados de fadiga, que tipicamente são apresentados com base em testes feitos em laboratório a seco e à temperatura ambiente, nem sempre são relevantes para as condições de uso na cavidade oral. A temperatura elevada, a umidade, o ambiente salino com proteínas e pH variável tendem a reduzir a resistência à fadiga-nível em relação aos valores obtidos no laboratório.

TENACIDADE À FRATURA

O teste de tenacidade à fratura é geralmente realizado utilizando barras em flexão com um entalhe, em cuja extremidade uma falha é introduzida com uma ponta de tamanho nanométrico. Nesta configuração, os materiais podem ser caracterizados pela taxa de liberação de energia, G , e o fator de intensidade de tensão, K . A taxa de liberação de energia é uma função da energia envolvida na propagação da trinca, enquanto o fator de intensidade de tensão descreve a tensão na ponta da trinca. O fator de intensidade de tensão

muda com o comprimento da trinca e com o estresse de acordo com a seguinte fórmula:

$$K = Y\sigma a^{1/2}$$

Em que Y é uma função que é dependente do tamanho e da geometria da trinca. Um material fratura quando a intensidade de tensão alcança um valor crítico, K_c . Esse valor de intensidade de tensão no momento da fratura é chamado de tenacidade à fratura. A tenacidade à fratura dá um valor relativo da habilidade do material de resistir à propagação da falha. As unidades de K_c são unidades de tensão (força/comprimento²) \times unidades de comprimento^{1/2}, ou força \times comprimento^{3/2}, e são tipicamente reportadas como MN m^{-3/2} ou MPa m^{1/2}.

ANÁLISE FRACTOGRÁFICA

A análise fractográfica tem sido usada em engenharia por muitos anos para ajudar a definir a causa de falhas e ajudar em desenhos de estruturas, assim como para melhorar materiais existentes. Sua utilização em odontologia é relativamente recente, mas avanços neste campo têm ajudado a identificar o papel das tensões residuais, temperatura e defeitos preexistentes na longevidade de restaurações dentais.

Materiais frágeis são mais fáceis de analisar com fractografia, pois eles tipicamente falham catastróficamente. As características típicas da propagação de trincas (Fig. 5-8) são prontamente identificadas e a origem da fratura pode ser determinada. A origem da fratura é o ponto em que a pior combinação de severidade do defeito (determinada pelo tamanho e pela forma do mesmo) e solicitações de tensão

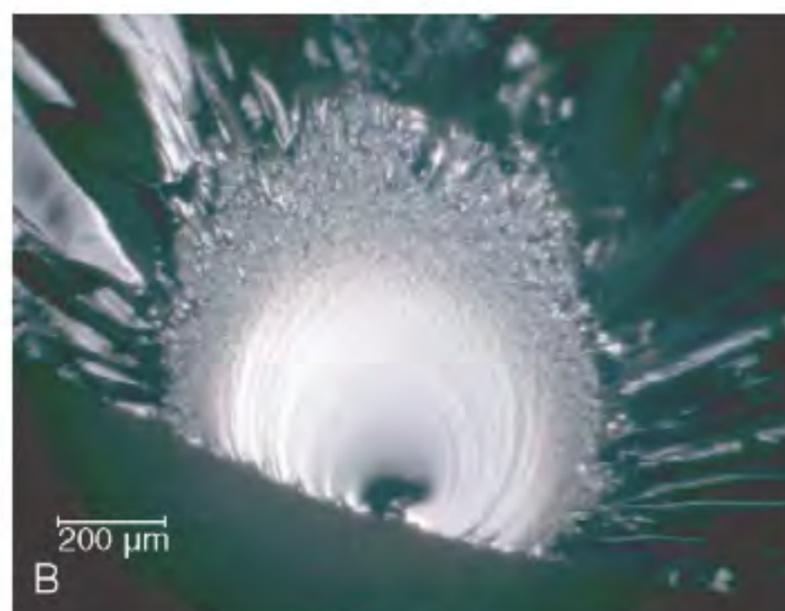
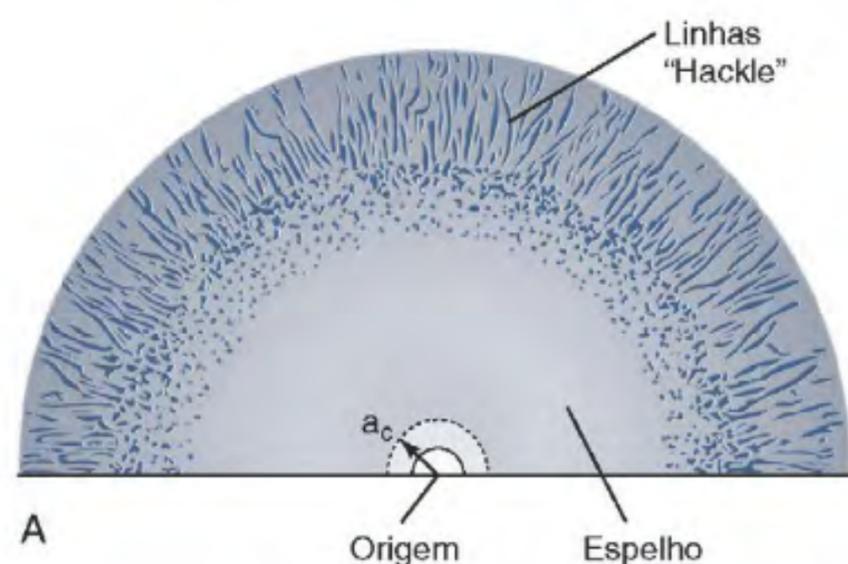


FIGURA 5-8 Características típicas da superfície de fratura frágil. **A**, Ilustração de uma superfície de fratura. **B**, A fotografia mostra uma superfície de fratura em um bastão de quartzo que falhou catastróficamente. É possível identificar uma região “espelho”, com linhas “hackle” apontando a origem da fratura. (Parte B de Quim, GD: *Fractography of Ceramics and Glasses*, NIST, U.S. Department of Commerce, Special publication 960-16,2007).

estão presentes. Diferenças no processamento das cerâmicas, por exemplo, podem levar a estruturas significativamente diferentes, como mostrado na Figura 5-9, em uma estrutura homogênea. O crescimento de defeitos é observado a partir de erros cumulativos durante o processamento. Defeitos maiores que aqueles mostrados na Figura 5-9, D são considerados críticos. Na Figura 5-9, D, o problema é maximizado pela presença de um defeito muito agudo que concentra tensões.

Nas situações clínicas, um planejamento ruim de próteses também podem levar à falha, mesmo na ausência de um defeito preexistente. A análise

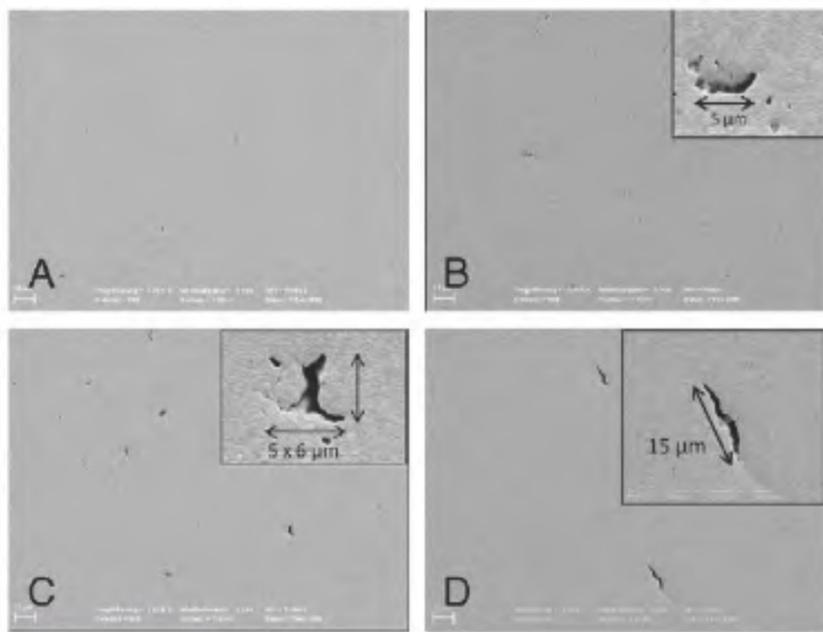


FIGURA 5-9 Micrografias de microscópio eletrônico de varredura (MEV) de materiais cerâmicos. A, Mostra um material bem processado, com poucos ou nenhum defeitos presente. A sequência de B até D mostra materiais com defeitos cada vez maiores e mais nítidos, resultante de processamento ruim (cortesia de Scherrer SS, Universidade de Genebra).

fractográfica permite que a origem seja identificada, mas, nesses casos, as características da fratura são muito mais complexas. Na Figura 5-10, o lascamento causou uma falha catastrófica na margem onde a estrutura da porcelana estava excessivamente fina.

RESISTÊNCIA AO RASGAMENTO E ENERGIA DE RASGAMENTO

Resistência ao rasgamento é uma medida de resistência de um material a forças de rasgamento. A resistência ao rasgamento é uma importante propriedade de polímeros dentários utilizados em finas camadas, como materiais de moldagem flexíveis em áreas proximais, materiais maxilofaciais e reembasadores resilientes para próteses totais. Espécimes para o teste de resistência ao rasgamento são geralmente de formato de arco e com entalhe. A resistência ao rasgamento de amostra com entalhe é calculada dividindo a carga máxima pela espessura do espécime. A unidade para resistência ao rasgamento é N/m.

Por causa da natureza elástica dos materiais testados, a resistência ao rasgamento depende da taxa de carregamento. Taxa de carregamento altas resultam em valores maiores de resistência ao rasgamento. Clinicamente, a remoção rápida de um molde de alginato é recomendada para aumentar a resistência ao rasgamento e também para minimizar deformações permanentes. Valores típicos de resistência ao rasgamento para alguns materiais dentários estão listados na Tabela 5-5.

A *energia de rasgamento (T)* é uma medida da energia por unidade de área de superfície recém-rasgada e é determinada a partir da força (*F*) necessária

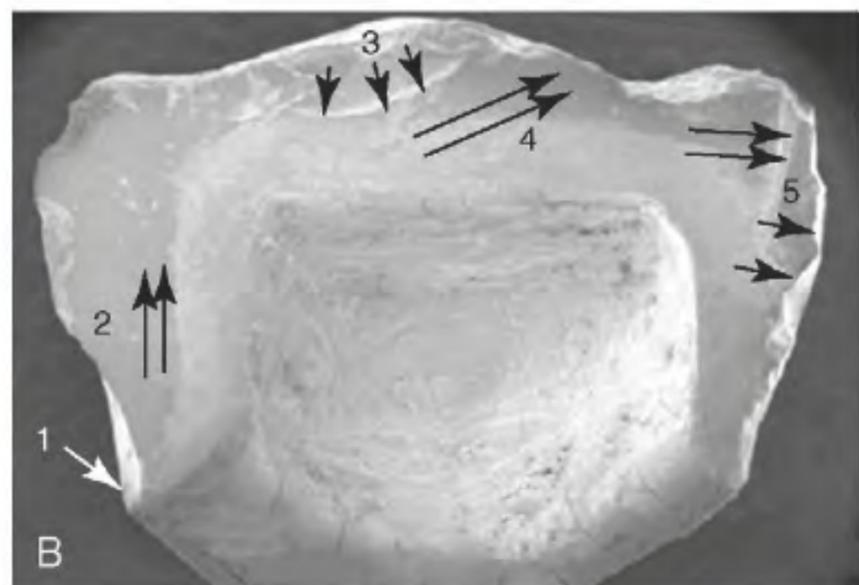
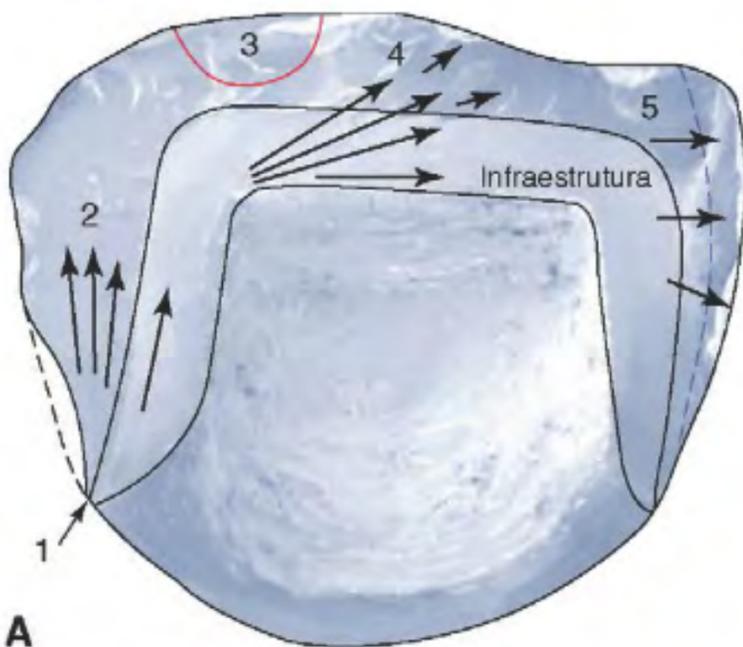


FIGURA 5-10 Determinação da origem da fratura em uma restauração cerâmica. Uma ilustração esboçada dos achados em estereomicroscópio (A) assim como uma imagem do mapeamento em MEV da direção geral da propagação da fratura de parte de uma coroa fraturada de Procera AllCeram quebrada (B). (De Scherrer SS, et al: *Dent. Mater.* 24, 1107-1113, 2008.)

TABELA 5-5 Resistência ao Rasgamento de Alguns Materiais Dentários

Material	Resistência ao Rasgamento (KN/m)
Reembasadores de prótese	2,6 – 45
Material de duplicação à base de ágar	0,22
Materiais de moldagem	
Ágar-ágar	1,0
Alginato	0,47
Polissulfeto	3,6
Protetores bucais de polivinilacetato-poliétileno (EVA)	114

TABELA 5-6 Energia de Rasgamento* (T) de Alguns Materiais Dentários

Material	Energia de rasgamento (J/m ² [mergs/cm ²])
MATERIAIS DE MOLDAGEM	
Silicone de adição	390-1150 [0,39 – 1,15]
Alginato	66 [0,066]
Poliéter	640 [0,64]
Polissulfeto	1.100 – 3.000 [1,1 – 3,0]
MATERIAIS MAXILOFACIAIS	
Poliuretano	1.800 [1,8]
Poli(cloreto de vinila)	11.000 [11]
Silicone	660 [0,66]

para propagar o rasgamento em uma amostra em forma de “calça” como segue:

$$T = (F/t) (\lambda + 1)$$

Em que t é a espessura da amostra e λ é uma relação de extensão. Valores típicos de energia de rasgamento determinados para alguns materiais de moldagem e materiais maxilofaciais estão listados na Tabela 5-6.

DUREZA

O teste de dureza consiste na aplicação de uma força ou um peso padronizado a um indentador. Este produz uma indentação de um formato simétrico

que pode ser medida através de um microscópio para determinação da sua profundidade, área ou largura. As dimensões da indentação são então relacionadas a valores de dureza tabelados. Com uma carga fixa aplicada a um aplicador padronizado, as dimensões da indentação variam inversamente com a resistência à penetração do material testado. Assim, cargas menores são utilizadas para materiais menos duros.

Teste de Dureza Brinell

O teste de dureza Brinell é um dos métodos mais antigos utilizados para testar metais e ligas usadas em Odontologia. O método depende da resistência à penetração de uma esfera de aço ou carbeto de tungstênio, tipicamente com 1,6 mm de diâmetro, quando submetida a uma carga de 123 N. Durante o teste de dureza Brinell de um material, o penetrador permanece em contato com a amostra, testado por um período fixo de 30 segundos, depois do qual é removido e o diâmetro da indentação é cuidadosamente medido. Um diagrama mostrando o princípio do teste de dureza de Brinell, junto a uma vista microscópica de indentações em uma liga de ouro, é mostrado na Figura 5-11. Como o teste de dureza Brinell produz uma área de indentação relativamente grande, ele é bom para determinar valores médios de dureza e é pobre para determinar valores muito localizados.

Teste de Dureza Knoop

O teste de dureza Knoop foi desenvolvido para satisfazer as necessidades de um método de micro-indentação. Esse método é adequado para plásticos finos ou folhas de metal, ou materiais frágeis em que a força aplicada não exceda 3,6 Kgf (quilograma-força; 35 N). O método Knoop foi projetado de modo que cargas variadas possam ser aplicadas ao instrumento de indentação. A área de indentação resultante, portanto, varia de acordo com a força aplicada e a natureza do material testado. A vantagem desse método é que materiais que apresentam grandes variações em dureza podem ser testados simplesmente variando a carga do teste. Como a aplicação de cargas muito leves produzem micro-indentações extremamente delicadas, esse método pode ser utilizado para examinar materiais que variam em dureza ao longo de uma área de interesse. As principais desvantagens desse método são a necessidade de amostras altamente polidas e planas e o tempo necessário para completar a operação, o qual é consideravelmente maior do que o requerido por outros métodos menos precisamente controlados.

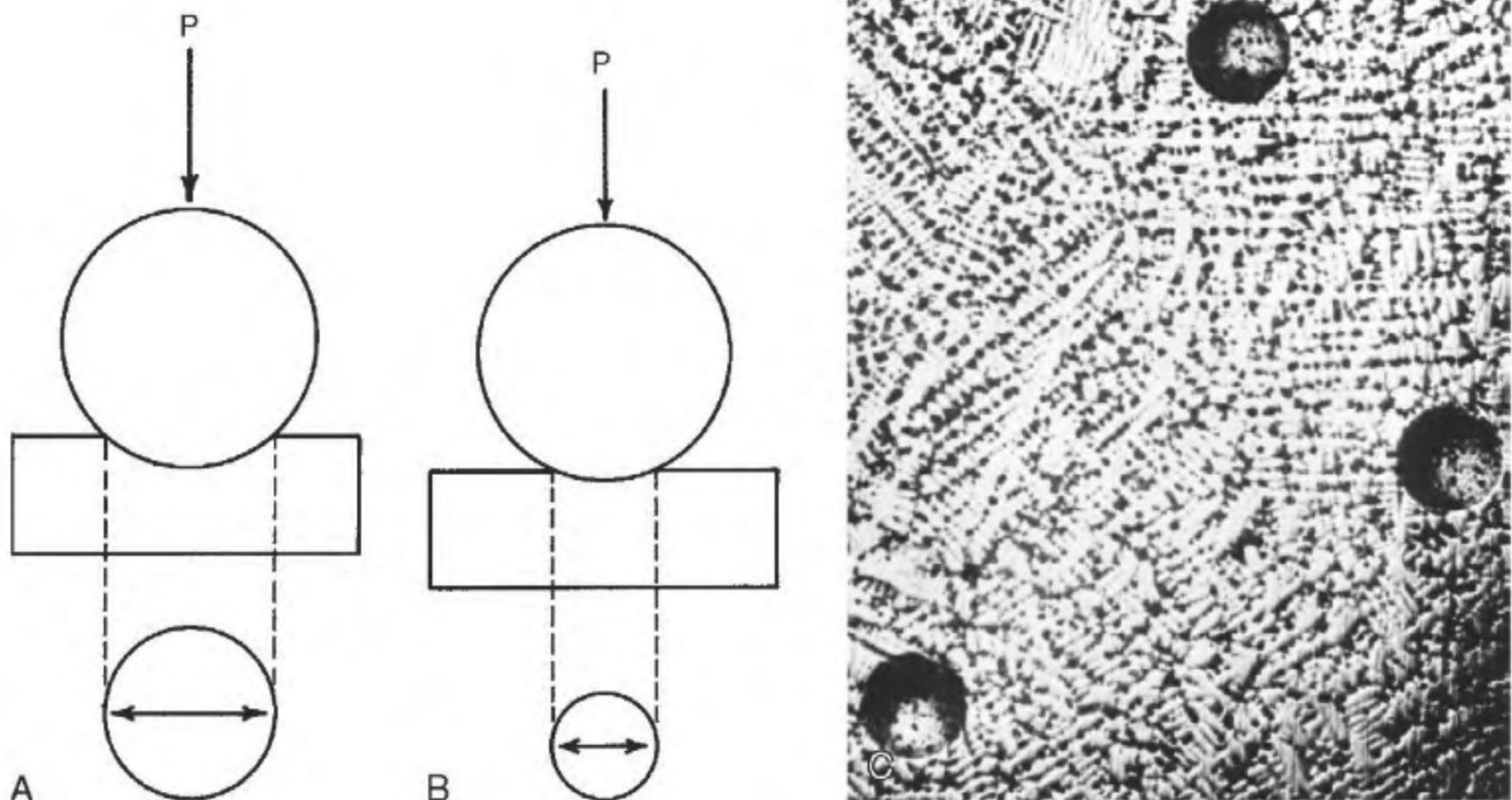


FIGURA 5-11 Teste de dureza Brinell. **A**, Indentação em material macio. **B**, Indentação em material mais duro. **C**, Vista microscópica das indentações.

TABELA 5-7 Número de Dureza Knoop (KHN) de Alguns Materiais Dentários

Material	KNH (Kg/mm ²)
Esmalte	343
Dentina	68
Cimento	40
Liga de cobalto-cromo para prótese parcial removível	391
Acrílico para prótese total	21
Porcelana feldspática	460
Abrasivo de carboneto de silício	2.480
Cimento de fosfato de zinco	38

Os valores KHN (número de dureza Knoop) de alguns materiais estão listados na Tabela 5-7.

Teste de Dureza Vickers

O teste de dureza Vickers utiliza como indentedor um diamante de base quadrada. O princípio deste método é semelhante aos testes Knoop e Brinell, exceto pelo fato de que o indentedor de diamante com formato de pirâmide de 136 graus é forçado no material com a aplicação de uma carga definida. O indentedor produz uma indentação

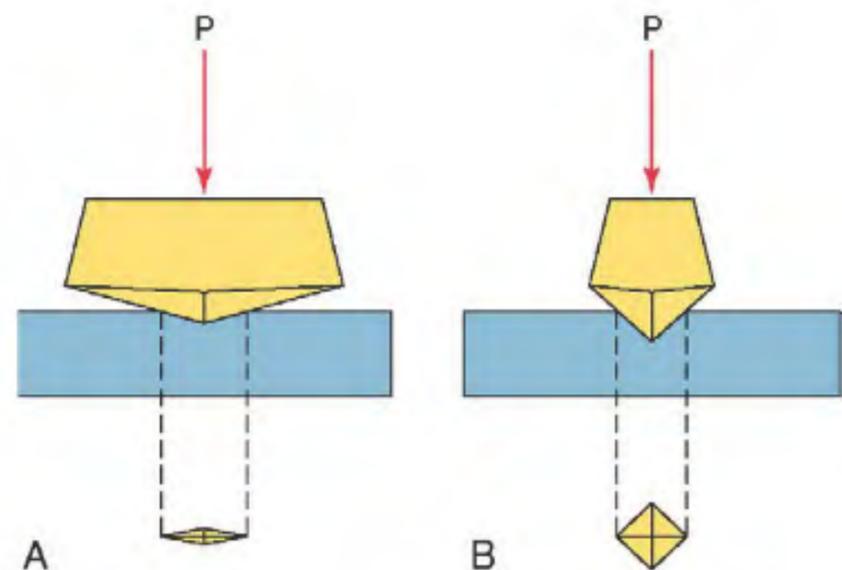


FIGURA 5-12 **A**, Princípio da medição da dureza Knoop. **B**, O teste de indentação com o diamante em formato de pirâmide (Vickers).

quadrada, cujas diagonais são medidas como mostrado na Figura 5-12.

Teste de Dureza Rockwell

O teste de dureza Rockwell foi desenvolvido como um método rápido para determinação de dureza. Um indentedor metálico esférico ou cônico é normalmente utilizado, e a profundidade da indentação é medida com um micrômetro adaptado ao indentedor. Os indentedores podem apresentar vários diâmetros, assim como diferentes cargas

TABELA 5-8 Profundidade de Indentação e Porcentagem de Recuperação de Alguns Polímeros Dentais

Material	Profundidade de Indentação (μm)	% de Recuperação
Dentes de estoque	93	88
Selante de fósulas e fissuras	85-158	74-86
Compósito resinoso	56-72	70-83

podem ser aplicadas (60 a 150 Kgf [588 a 1.470 N]), com cada combinação descrita como uma escala especial de Rockwell, Rockwell A a G, denominadas R_A , R_B , e assim sucessivamente.

O método Rockwell superficial tem sido utilizado para testar plásticos usados em Odontologia. Esse método usa uma carga relativamente baixa (30 Kgf [294 N]) e uma esfera de diâmetro grande (12,7 mm) em comparação aos métodos Rockwell padrão. O teste é feito primeiramente aplicando-se uma pré-carga de 3 Kgf (29,4 N). Uma carga maior de 30 Kgf (294 N) é em seguida aplicada ao espécime por 10 minutos antes da leitura ser feita. Como os plásticos dentais são viscoelásticos, uma recuperação da indentação ocorre assim que a carga maior é removida. A porcentagem de recuperação pode ser determinada na mesma amostra pela seguinte equação:

$$\text{Porcentagem de recuperação} = \frac{(A - B)}{A} \times 100\%$$

Em que A é a profundidade da indentação causada pela aplicação da carga maior por dez minutos e B é a profundidade da indentação dez minutos após a carga maior ter sido removida. Valores de profundidade de indentação e porcentagem de recuperação para alguns plásticos odontológicos estão listados na Tabela 5-8. A vantagem do teste de dureza Rockwell é que a dureza é lida diretamente, e isso é bom para testar materiais viscoelásticos. As desvantagens são a necessidade de pré-carregamento, maior tempo e a possibilidade da indentação desaparecer imediatamente após remoção da carga.

Teste de Dureza de Barcol

O teste de dureza Barcol é um método utilizado para estudar a profundidade de polimerização de compósitos resinosos. O indentador Barcol é uma agulha com diâmetro de 1 mm que é pressionada por uma mola contra a superfície a ser testada. A leitura na escala diminui à medida que o indentador penetra a superfície. A profundidade de polimerização de um compósito é testada pela preparação de espécimes

TABELA 5-9 Valores de Dureza Shore A para Alguns Polímeros Dentais

Material	Dureza Shore A
Reembasador resiliente de prótese	48-85
Protetores bucais de polivinilacetato-polietileno (EVA)	67
Elastômero maxilofacial de silicone	25

variando em espessura entre 0,5 e 6 mm ou mais, em incrementos de 0,5 mm. Então, a superfície superior de uma amostra é ativada por um fotopolimerizador. A dureza Barcol da superfície superior é comparada à da superfície inferior. A profundidade de polimerização é definida como a espessura máxima na qual a leitura Barcol da superfície inferior não difere mais do que 10% da leitura da superfície superior. Pesquisas mostram que um decréscimo de 10% na dureza Barcol de uma resina composta resulta em um decréscimo de 20% na resistência à flexão.

Teste de Dureza Shore A

Os testes de dureza descritos previamente não podem ser usados para determinar a dureza de elastômeros porque a indentação desaparece após a remoção da carga. Um instrumento chamado *durômetro Shore A* é utilizado na indústria da borracha para determinar a dureza relativa de elastômeros, em que a dureza é medida em termos da elasticidade do material. O instrumento consiste em um indentador rombo com 0,8 mm de diâmetro na ponta que se estreita a partir de um cilindro de 1,6 mm. O indentador é ligado por uma alavanca a uma escala que é graduada de 0 a 100 unidades. Se o indentador penetra completamente no espécime, uma leitura de 0 é obtida, e se não ocorre penetração, obtém-se uma leitura de 100 unidades. Devido ao fato de elastômeros serem viscoelásticos, uma leitura precisa é difícil de ser obtida, pois o indentador continua a penetrar o elastômetro em função do tempo. O método usual é pressionar o indentador para baixo firme e rapidamente e gravar a leitura máxima para a dureza Shore A. O teste tem sido utilizado para avaliar reembasadores resilientes de prótese, protetores bucais e elastômeros maxilofaciais, cujos valores estão listados na Tabela 5-9.

NANOINDENTAÇÃO

Os testes tradicionais de dureza utilizam cargas da ordem de alguns quilogramas e resultam em indentações de cerca de 100 μm. Embora sejam

TABELA 5-10 Propriedades dos Tecidos Dentários Determinadas em Testes de Nanoindentação

Tecido	Nanodureza		Dureza Dinâmica		Módulo de Elasticidade
	GPa	Kg/mm ²	GPa	Kg/mm ²	GPa
Esmalte	4,48 (0,44)*	457 (45)	2,90 (0,23)	295 (23)	(87,7 95,9)
JAD	2,37	242			53,2
Dentina	0,70 (0,12)	71 (12)	0,55	56(9)	24 (3,9)

valiosos para avaliações iniciais de materiais e para determinar valores relativos entre diferentes materiais, esses testes estão sujeitos a limitações. Alguns materiais têm constituintes microestruturais ou, no caso de compósitos microparticulados, fases das partículas que são substancialmente menores que a dimensão do indentador. Para medir precisamente as propriedades dessas microfases, é necessário que se consiga criar indentações em menor escala e controlar espacialmente a localização as indentações. Estas técnicas, comumente referidas como *nanoindentação*, são capazes de aplicar cargas que variam de 0,1 a 5.000 mg-f (miligrama-força), resultando em indentações de tamanho aproximado de 1 µm. Adicionalmente, a profundidade de indentação é continuamente monitorada, eliminando a necessidade de realizar uma imagem da indentação para calcular as propriedades mecânicas. Embora mais comumente utilizada para medir dureza de fases de micrométricas, a técnica é também útil para medir o módulo de elasticidade. Para materiais frágeis, o limite de escoamento e a tenacidade à fratura podem ser determinados.

Os valores de nanodureza, dureza dinâmica e módulo de elasticidade do esmalte e da dentina humana estão listados na Tabela 5-10, juntamente com a nanodureza e o módulo de elasticidade para a região da junção amelodentinária. A nanodureza da dentina de 71 kg/mm² (696 MPa) concorda com o valor Knoop de 68 kg/mm² (666 MPa) reportado na Tabela 5-7; entretanto, a nanodureza de 457 kg/mm² (4,48 GPa) para o esmalte é consideravelmente maior que o valor Knoop de 343 Kg/mm² (3,36 GPa). Essa diferença pode ser resultante da indentação bem menor usada no teste de nanoindentação em relação ao tamanho dos prismas do esmalte. Os valores de dureza dinâmica são inferiores aos correspondentes à nanodureza porque eles são calculados a partir do máximo deslocamento, enquanto os valores de nanodureza são calculados a partir de deformações permanentes. O módulo de elasticidade de 87,7 e 24 GPa para esmalte e dentina pela nanoindentação estão razoavelmente de acordo com os valores de amostras de testes de compressão de 84,1 e 18,3 GPa,

respectivamente. É de interesse especial o módulo de elasticidade de 53,2 GPa para a região de junção dentina–esmalte, o qual é intermediário entre os valores para esmalte e dentina. O teste de nanoindentação é especialmente útil no estudo dessa pequena região, o que não é possível com testes de compressão ou tração.

Nano-DMA (*dynamic mechanical analysis* ou análise mecânica dinâmica) é possível com alguns nanoindentadores pela medição da resistência à força de indentação durante a remoção da força. Esse método permite a medição do módulo de armazenagem e de perda em materiais viscoelásticos. DMA é descrita de forma mais completa ainda neste capítulo.

DESGASTE

O desgaste tem sido estudado (1) pelo teste em serviço ou clínico, (2) por medições de serviço simulado, (3) por sistemas que utilizam várias máquinas de desgaste, (4) por medições de propriedades mecânicas relacionadas, tais como a dureza, e (5) por exame da quantidade e do tipo de falha superficial a partir de um único ou de um pequeno número de golpes deslizantes.

Teste de abrasão de dois corpos têm sido utilizados para classificar a resistência ao desgaste dos materiais restauradores. Como mostrado na Tabela 5-11, a resistência à abrasão de compósitos resinosos depende da natureza das partículas de carga (vidro ou quartzo) e da silanização das cargas. Os testes de abrasão de três corpos são frequentemente utilizados para comparar a resistência à abrasão da estrutura dentária à dos dentifrícios ou materiais de profilaxia. O esmalte é cerca de cinco a vinte vezes mais resistente à abrasão do que a dentina. O cimento é o menos resistente. Medições de perda de esmalte durante uma profilaxia de 30 segundos têm mostrado que o flúor é removido da superfície do esmalte e têm permitido uma estimativa de remoção do esmalte de 0,6 a 4 µm, dependendo do abrasivo.

TABELA 5-11 Abrasão de Dois Corpos de Materiais Restauradores Dentários

Material	Abrasão de dois corpos ($10^{-4}\text{mm}^3/\text{mm}$ de percurso)
AMÁLGAMA	
Esférico	7,0
AgSn/ AgCu	5,6
COMPÓSITO RESINOSO	
Partículas de vidro	7,7
Partículas de vidro – sem silano	13,8
Partículas de quartzo	3,8
Partículas de quartzo – sem silano	5,6
Microparticuladas	12,0
Resina de diacrilato	17,0
Selante de fósulas e fissuras	21,5
Resina acrílica sem carga	13,3

Infelizmente, raras vezes existe uma relação de 1:1 entre o desgaste observado clinicamente e aquele medido no laboratório. Assim, a maioria dos testes se esforça para classificar os materiais na ordem que são vistos clinicamente. Os testes tradicionais de desgaste medem o volume de material perdido, mas não revelam os mecanismos de desgaste, enquanto uma técnica de única passagem deslizante pode caracterizar os modos de falha na superfície. Em geral, os dados de desgaste não se correlacionam bem com dados de outra propriedade mecânica, fazendo com que seja mais difícil inferir propriedades de desgaste a partir de outros testes laboratoriais mais simples.

TEMPO DE PRESA

Definição e Importância

O tempo necessário para a reação ser completada é chamado *tempo de presa final*. Se a taxa de reação é muito rápida ou se o material tiver um tempo de presa pequeno, a mistura pode endurecer antes que o operador possa manipulá-la corretamente. Por outro lado, se a taxa de reação for muito lenta, um tempo excessivamente longo é necessário para completar a operação. Portanto, um tempo de presa apropriado é uma das características mais importantes de materiais como o gesso.

O *tempo de trabalho* se refere ao tempo após o qual o material não pode ser manipulado sem originar distorções no produto final. Um exemplo para o

gesso é o tempo decorrido em que a massa semifluida já não pode escoar facilmente dentro dos finos detalhes de um molde. Um exemplo para materiais de moldagem é o tempo decorrido em que a pasta se torna muito rígida para registrar os detalhes dos tecidos duros e moles.

O *tempo de presa final* é definido como o tempo em que um material como o alginato pode ser retirado sem distorção ou rasgamento. Para o gesso, esse é o tempo em que ele pode ser separado do molde sem fratura. O *tempo de presa inicial* é o tempo em que certo estágio arbitrário de consistência sólida é alcançado no processo de presa.

Medição

O tempo de presa inicial é geralmente medido arbitrariamente por algumas formas de teste de penetração, embora ocasionalmente outros tipos de testes tenham sido desenvolvidos. Por exemplo, a perda de brilho da superfície da massa misturada do gesso comum ou do gesso pedra é uma indicação deste estágio na reação química e algumas vezes pode ser usada para indicar a presa inicial da massa. Da mesma forma, o tempo de presa pode ser mensurado pelo aumento da temperatura da massa, porque a reação química é exotérmica.

O aparelho de Vicat mostrado na Figura 5-13 é comumente utilizado para medir o tempo de presa inicial de produtos de gesso. Ele consiste em um bastão que pesa 300 g com uma agulha de 1 mm



FIGURA 5-13 Penetrômetro Vicat utilizado para determinar o tempo de presa inicial de produtos de gesso.

de diâmetro. Um anel é preenchido com a mistura cujo tempo de presa será medido. O bastão é abaixado até que ele toque a superfície do material, em seguida a agulha é solta, permitindo-se que penetre a massa. Quando a agulha não penetra a parte superior do recipiente, o material terá alcançado o Vicat ou o tempo de presa inicial. Outros tipos de instrumentos, como a agulha de Gillmore, podem ser utilizados para obterem-se os tempos de presa inicial e final de produtos de gesso.

ANÁLISE MECÂNICA DINÂMICA

Através da análise mecânica dinâmica (*dynamic mechanical analysis*, DMA) algumas propriedades muito úteis dos materiais podem ser mensuradas, como o módulo de elasticidade dinâmico (E') e a temperatura de transição vítrea (T_g) em polímeros. Os cálculos desses valores estão descritos nas normas de teste ASTM D 4092 (ASTM internacional). O teste pode ser realizado em várias conformações: tração, flexão em cantilever único ou duplo, flexão em três pontos, compressão ou cisalhamento e é adequado para líquidos e sólidos (na forma de barras ou pós), aumentando a gama de aplicação a vários materiais diferentes. Uma deformação sinusoidal é aplicada ao material a uma certa frequência, enquanto a temperatura é aumentada ou diminuída ao longo do tempo através de um intervalo tipicamente entre -50 e 220°C para a maioria dos polímeros, entre 25 e 600°C para a maioria dos vidros e cerâmicas e entre 50 e 600°C para metais. Conforme o teste progride, a força resultante é registrada por um transdutor e um gráfico de tensão-deformação é gerado. O módulo complexo (E^*) é calculado a partir da inclinação desta curva e, a partir de E^* , os módulos de armazenagem (E') e de perda (E'') são obtidos, como previamente explicado no Capítulo 4.

A relação entre E' e E'' fornece o fator de perda, $\tan \delta$. Em uma reta de aumento de temperatura, a evolução típica das propriedades é a seguinte: à medida que o movimento molecular é favorecido pelo aumento de temperatura, o módulo de perda ou viscoso aumenta e o módulo de armazenamento ou elástico diminui. A temperatura em que o máximo no pico de $\tan \delta$ é observado é T_g e define o ponto de transição do material de um estado elástico para um estado borrachoide. Através da análise de largura do pico de $\tan \delta$, também é possível ter uma ideia do grau de homogeneidade da estrutura do material. Picos de $\tan \delta$ mais amplos indicam materiais mais homogêneos, e a presença de dois picos de $\tan \delta$ na mesma reta é uma forte evidência da presença de duas fases dentro da

estrutura. Embora virtualmente todos os materiais utilizados em Odontologia apresentem T_g s bem acima da temperatura corporal ou ambiente, uma boa correlação entre outras propriedades mecânicas e T_g faz com que este seja um preditor útil da resistência e da estrutura dos materiais.

REOLOGIA

A reologia é o estudo da deformação e da fluidez dos materiais. Semelhante ao DMA, este teste envolve a aplicação de uma deformação de cisalhamento oscilatória ao material, posicionado entre placas circulares (paralelas ou em uma configuração cone-placa), a uma determinada frequência, geralmente sob condições isotérmicas. Neste caso, o módulo de cisalhamento complexo (G^*) é calculado e transformado em módulo de cisalhamento de armazenagem (G') e perda (G''). Como previamente discutido no Capítulo 4, a relação entre módulo de cisalhamento e taxa (ou frequência) de cisalhamento fornece a viscosidade. Viscômetros são versões muito simples de reômetros. Os tempos de trabalho e presa em cimentos e compósitos com carga para uso direto têm sido tradicionalmente determinados pela reologia, com o aumento da viscosidade sendo monitorado durante a presa.

Mais recentemente, a determinação do ponto de gel em polímeros tem sido realizada com esta técnica. O ponto gel define o ponto na reação de conversão em que ocorre a transição do material de um líquido viscoso para um sólido viscoelástico, e pode ser correlacionado ao cruzamento entre as curvas de desenvolvimento G' e G'' durante a polimerização. No cruzamento, as propriedades elásticas começam a predominar sobre a resposta viscosa e isto é um reflexo do desenvolvimento da rede polimérica. Isto é especialmente importante durante a polimerização dos compósitos dentários, ocorrendo sob confinamento pela adesão às paredes cavitárias. Para os dimetacrilatos convencionais encontrados na maioria das formulações comerciais, a vitrificação se segue logo após a geleificação, como representado pelo gráfico da cinética da reação. Neste ponto, as tensões na interface aderida tornam-se mais significantes e, portanto, materiais com geleificação mais demorada são desejados. Assim, essa técnica é muito prática para o desenvolvimento de novos materiais.

CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA

A calorimetria diferencial de varredura (*Differential Scanning Calorimetry*, DSC) é outra ferramenta para determinar uma série de temperaturas de

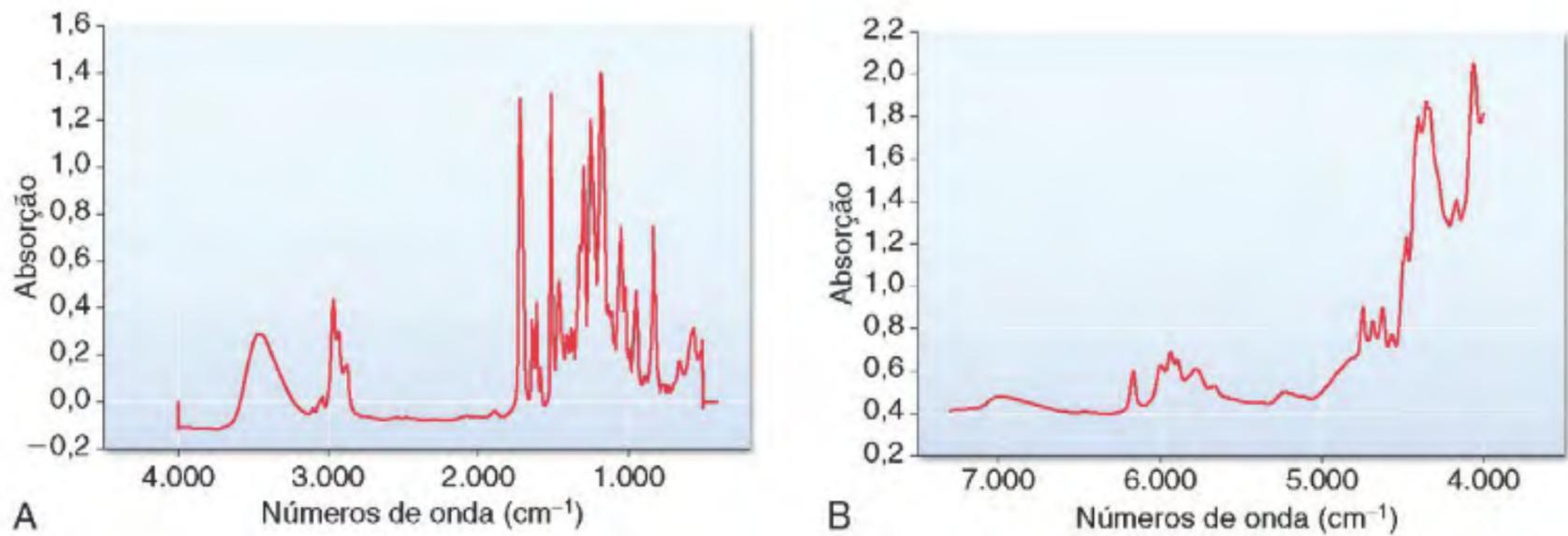


FIGURA 5-14 Espectro no infravermelho do Bis-GMA nas regiões de IV médio, a, e IV próximo, b.

transição dos materiais, como a T_g e a temperatura de fusão (T_m). O calorímetro mede a diferença de fluxo de calor entre a amostra e uma referência controle ao longo de um intervalo amplo de temperaturas ou ao longo de um fenômeno não isotérmico, como a polimerização e a fusão de metais, respectivamente. Durante um experimento utilizando variações de temperatura, picos endotérmicos são observados à medida que o material passa pela transição vítrea e fusão. A endotermia é provocada pelo súbito aumento no número de graus de liberdade molecular nestas transições, as quais requerem ganho de energia do ambiente. Para reações dinâmicas exotérmicas, como é o caso de polimerizações ativas, o calor liberado pelo material durante experimentos exotérmicos pode estar correlacionado à quantidade de ligações duplas vinílicas formadas e ao grau de conversão em tempo real. Este método mede uma manifestação indireta da reação (entalpia) e, portanto, não é preciso para a avaliação de estruturas químicas.

TÉCNICAS DE ESPECTOMETRIA

A espectroscopia no infravermelho transformada de Fourier (FTIR) é uma ferramenta muito útil para a caracterização molecular e para acompanhar reações químicas. Cada ligação química entre os átomos de um material tem uma vibração característica específica, que produz interferência em ondas eletromagnéticas, em comprimentos de onda altamente específicos. Conforme a luz é transmitida através da amostra, as ligações químicas podem ser identificadas com o uso de um detector de infravermelho (IV) de bancada. O algoritmo transformado de Fourier produz um espectro com bandas características ao longo de uma série de comprimentos de onda,

fornecendo uma imagem muito precisa da estrutura molecular. Utilizando este método, materiais recém-sintetizados podem ser caracterizados e reações podem ser acompanhadas através do aparecimento ou desaparecimento de determinadas bandas. Isto é de particular interesse para reações de polimerização, por exemplo, de monômeros vinílicos, em que a vibração de estiramento da dupla ligação de carbono C-H pode ser acompanhada. O espectro do Bis-GMA, um monômero muito comumente utilizado em materiais restauradores dentais, no infravermelho médio e próximo, é mostrado na Figura 5-14, A e B. Esta ligação tem picos tanto nas regiões do infravermelho médio ($400\text{-}4.000\text{ cm}^{-1}$) quanto nas regiões do infravermelho próximo ($4.000\text{-}7.000\text{ cm}^{-1}$). Outros picos de interesse incluem vibração de estiramento de C-H de anéis aromáticos. A amostragem na região do infravermelho médio é um pouco complicada porque as absorções são tipicamente muito altas, requerendo a utilização de amostras bem finas. Outra preocupação é que a água e o dióxido de carbono têm absorções muito fortes nesta região e, portanto, o sistema necessita ser purgado (limpo) com um gás inerte para permitir medições precisas. Para compósitos dentários, outro obstáculo é a banda muito ampla das partículas de vidro, que encobre muitas bandas de interesse no infravermelho médio. Isto requer o uso de placas de sal como substrato. Na região do infravermelho próximo, absorções são relativamente mais fracas, então amostras relativamente mais espessas podem ser utilizadas. Adicionalmente, o vidro ou o dióxido de carbono não mostram absorção nesta região, eliminando a necessidade de purga e permitindo o uso de amostras prensadas entre lâminas de vidro para uma preparação mais conveniente dos espécimes. Isto também permite o uso de fibras ópticas para monitoramento remoto da conversão de duplas ligações de carbono.

Técnicas espectrocópicas podem ser combinadas com outros instrumentos de teste para monitorar a conversão ou para caracterização molecular simultaneamente ao desenvolvimento de outras propriedades. Por exemplo, espectroscopia no infravermelho próximo pode ser combinada com reometria para determinar o grau de conversão exato do polímero no momento da geleificação. O mesmo é verdade para a contração volumétrica e para mensuração de tensões de contração, descritas na seção MÉTODOS PARA MEDIÇÃO DE CONTRAÇÃO E TENSÕES DURANTE A POLIMERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS RESINOSOS, mais adiante.

PICNOMETRIA

A picnometria é uma técnica utilizada para determinar a densidade dos materiais. A picnometria em água é baseada no princípio de Arquimedes e baseia-se na flutuabilidade de um material na água. Esta é considerada uma medição bruta porque pequenos poros aprisionados no material não são ocupados pelas moléculas de água e o oxigênio dissolvido não é purgado da amostra. Assim, os valores obtidos tendem a ser subestimados. A picnometria a gás, por outro lado, utiliza a diferença em volume ocupado pelo material e por moléculas de gás hélio em uma câmara de volume conhecido. Se a massa do material é conhecida, a densidade é então calculada através de uma simples reação $d = m/V$ (d = densidade; m = massa; V = volume). Como as moléculas de hélio são bem menores que as da água, elas podem ocupar espaços vazios do material e também deslocar parte do oxigênio dissolvido e umidade, fornecendo uma precisa medida da densidade. Também é possível calcular

a contração volumétrica durante a polimerização comparando-se a densidade do material nos estado monomérico e polimérico.

MÉTODOS DE TESTE DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO

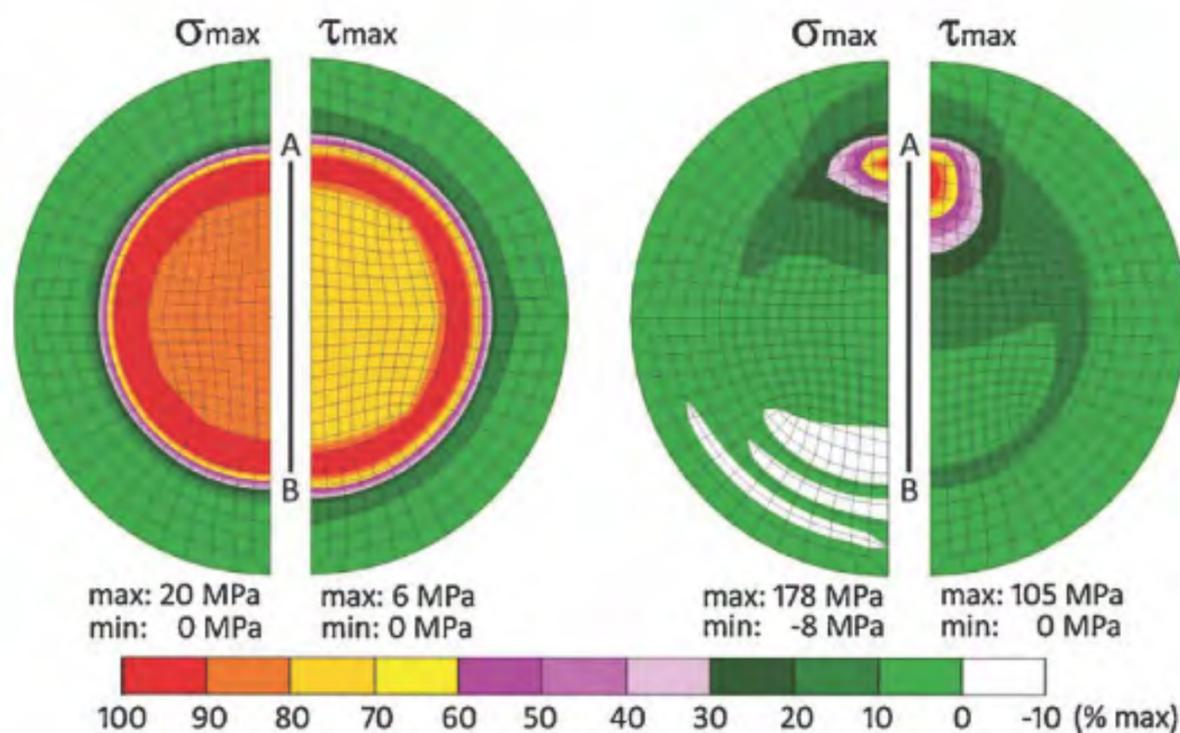
Testes de resistência de união são abundantes na literatura odontológica, em parte porque eles são relativamente fáceis de executar e não necessitam de muitos equipamentos. Eles, no entanto, apresentam várias limitações que reduzem sua utilidade como um critério de seleção na prática clínica. Esses obstáculos são brevemente explicados a seguir.

As tensões na interface não são uniformemente distribuídas – a resistência de união é relatada como o valor de tensão nominal (em MPa), isto é, a força que causou a falha (em Newtons) dividida pela área de união total (em mm^2). Isto frequentemente não é preciso, pois a distribuição da tensão na interface é heterogênea. O descolamento ocorre devido à concentração de tensões ao redor de uma falha de tamanho crítico, ou um vazio, na interface que faz com uma trinca se propague. O nível real de tensão que inicia a propagação da trinca pode ser muitas vezes maior que o valor nominal (ou médio). Portanto, o valor nominal da resistência de união não representa a tensão de ruptura (Fig. 5-15).

Alta incidência de falhas mistas e coesivas — a concentração de tensões de tração no substrato dentário durante a aplicação da carga pode causar a propagação da trinca para a dentina ou o esmalte, impedindo a avaliação da resistência interfacial.

Resultados de diferentes estudos não são comparáveis — valores de resistência de união para um material específico podem variar muito entre os estudos

FIGURA 5-15 Distribuição de tensões (tensão máxima principal, σ_{max} , e tensão máxima cisalhante, τ_{max}) no lado da dentina de uma interface dentina/compósito carregada em tração (esquerda) ou cisalhamento, utilizando um cinzel de 0,2 mm aplicado a 0,2 mm da interface (direita). Linha A-B indica o diâmetro da área adesiva (De Braga RR, Meira JB, Boaro LC, et al: Dent Mater. 26 (2), e38, 2010).



devido a diferenças no substrato de adesão, preparo do espécime, condições de armazenagem e método de aplicação da carga. Infelizmente, existe pouquíssima padronização entre os laboratórios de pesquisa. Comparações entre diferentes estudos devem ser feitas cuidadosamente.

Carência de significância clínica dos testes de resistência de união — baseado no que foi descrito anteriormente, não pode ser determinado um valor mínimo de resistência de união que pode ser associado a um bom desempenho clínico. Entretanto, podem ser encontradas na literatura tendências semelhantes para alguns sistemas adesivos. Sistemas que exibem desempenho insatisfatório *in vitro* geralmente têm desempenho clínico ruim.

A resistência de união de uma interface pode ser testada por uma variedade de métodos. Utilizando as dimensões da área de adesão, os métodos de resistência de união podem ser classificados como macro (4-28 mm²) ou micro (aproximadamente 1 mm²). A interface pode ser carregada tanto em tração quanto em cisalhamento.

Teste de Macrocisalhamento

Em um teste de macrocisalhamento, um cilindro de compósito é construído no substrato de adesão. Após um tempo predeterminado de armazenagem, o espécime é posicionado em uma máquina universal de ensaios na qual um cinzel biselado, uma haste de extremidade plana ou um fio é acoplado ao atuador usado para deslocar o cilindro de compósito do substrato.

É importante notar que em testes de cisalhamento é uma tensão de tração que realmente causa o rompimento da adesão. Em outras palavras, o termo *teste de cisalhamento* refere-se ao modo de carregamento, e não à tensão que causa a falha interfacial. Quando a distância entre dispositivo de aplicação da carga e a interface aumenta, as tensões de tração também aumentam devido à criação de um momento fletor no cilindro de compósito.

A localização e configuração do dispositivo de carregamento influenciam a distribuição de tensões na interface adesiva e, portanto, afetam a resistência de união. Simulações em computador utilizando o método de elementos finitos mostram que, para uma tensão nominal de 15 MPa, a máxima tensão de tração na interface é 178 MPa quando um cinzel é usado para carregamento. Com o fio, a máxima tensão de tração é 69 MPa. Quanto maior é a concentração de tensões na área de aplicação da carga, menor é a resistência de união. Portanto, a utilização de cinzéis biselados resulta em valores de resistência de união mais baixos do que quando se utiliza o fio,

onde a carga é distribuída por uma área maior. Valores típicos de resistência de união à dentina com testes de cisalhamento situam-se entre 10 a 50 MPa. Falhas coesivas e mistas são muito frequentes e podem afetar mais de 55% dos espécimes.

Outro aspecto interessante é o módulo de elasticidade do compósito utilizado para confeccionar o cilindro do corpo de prova. Quanto maior a diferença entre o módulo de elasticidade do compósito e o módulo de elasticidade do substrato, maior é a concentração de tensões na interface. Isto diminui os valores de resistência de união obtidos.

Teste de Macrotração

A distribuição de tensões no teste de tração é mais uniforme do que em testes de cisalhamento. Isto fornece uma estimativa mais fiel do nível de tensão que iniciou o descolamento. Nos testes de macrotração, um alinhamento perpendicular da interface de adesão ao eixo de carregamento é muito importante. Caso contrário, tensões de flexão serão desenvolvidas. A preparação da amostra é, portanto, mais difícil para testes de tração do que para testes de cisalhamento.

Assim como o teste de cisalhamento, uma diferença entre os módulos de elasticidade entre o compósito e o substrato também influencia os valores de resistência de união. Valores de resistência de união à dentina típicos são em torno de 10 MPa. Falhas coesivas e mistas podem acontecer em 35% das amostras.

Teste de Microtração

Os testes de microtração utilizam amostras em formato de palito ou de ampulheta com uma área de colagem de aproximadamente 1 mm². Este método fornece uma incidência bem menor de falhas mistas e coesivas comparado a outros métodos (menos de 20%). A preparação do espécime é mais trabalhosa do que para testes "macro", porque envolve o seccionamento com discos diamantados de grandes interfaces de união em fatias finas. Essas fatias são desgastadas para obter amostras em ampulheta ou novamente seccionadas para obterem-se palitos. Dependendo das condições de teste ou dos materiais, um número significativo de falhas pré-teste podem ocorrer. Não há consenso entre os pesquisadores do tratamento estatístico dessas falhas pré-teste.

Vários equipamentos de teste estão disponíveis para os testes de microtração. As amostras podem ser coladas utilizando adesivo de cianoacrilato ou acoplados ativa ou passivamente aos dispositivos

de teste com garras. O método de garra interfere na distribuição de tensões no corpo de prova. Os valores de resistência de união à dentina variam de entre 30 e 50 MPa. Valores obtidos a partir deste método são bem maiores do que aqueles encontrados com testes de macrotração porque o tamanho crítico para falha é menor em uma microinterface. A teoria da mecânica das fraturas mostra que o tamanho da falha crítica é inversamente relacionado à intensidade de tensão necessária para iniciar a propagação da trinca.

Um aspecto relativo à preparação da amostra esmalte/compósito é a inclusão de defeitos na periferia da interface adesiva durante o seccionamento com discos diamantados. Esses defeitos concentram tensão e iniciam a falha em cargas relativamente baixas e contribuem para valores de resistência "falsos".

Testes de Microcisalhamento

Cilindros de compósitos são construídos no substrato utilizando tubos de silicone de 0,5 mm em altura e 0,7 mm em diâmetro. Geralmente, até seis segmentos de tubo são colados à uma superfície e preenchidos com compósito. O procedimento do teste é semelhante ao dos de macrocisalhamento. De modo semelhante, todos os problemas relacionados à distribuição de tensões também se aplicam. Os valores de resistência de união são em torno de 20 MPa e a incidência de falhas mistas e coesivas é de 50%.

Teste de Push-out

Outra opção para testar a resistência de união é o teste de push-out. Quando utilizado para testar a resistência de união de adesivos à dentina, uma fatia de 1–2 mm de espessura de dentina é perfurada para criar um orifício cônico. A superfície interna da perfuração é tratada com um adesivo e, em seguida, preenchida com compósito. Após armazenamento, o cilindro de compósito é empurrado através da dentina a partir do lado de menor diâmetro e a resistência de união é calculada pela divisão da força de extrusão pela área lateral do tronco de cone. Este método simula a condição clínica mais aproximadamente do que os testes de cisalhamento/tração porque incluem o confinamento do compósito durante a contração da polimerização e a tensão de polimerização associada. Alguns autores se referem a esse método como "micropush-out" quando envolve discos de dentina radicular e o canal radicular é preenchido pelo material testado.

MÉTODOS PARA MEDIÇÃO DA CONTRAÇÃO E DA TENSÃO DURANTE A POLIMERIZAÇÃO DE COMPOSITOS RESINOSOS

Existem muitos métodos descritos na literatura para medição da contração que acompanha a presa dos compósitos resinosos restauradores. Alguns deles registram a variação total de volume durante a polimerização, enquanto outros medem suas fases específicas. Em compósitos, a contração que ocorre após o desenvolvimento de uma rigidez mensurável da pasta é referida como a contração pós-gel. Alguns métodos são também afetados pela restrição imposta à amostra, que define o vetor de força da contração. Finalmente, alguns métodos registram a contração linear, enquanto outros registram a contração volumétrica. Os valores de contração linear podem ser convertidos em contração volumétrica simplesmente pela multiplicação do valor linear por três, se o material for isotrópico. Os dados de diferentes métodos não podem ser diretamente comparados por causa desses aspectos, embora a alteração dimensional durante a polimerização seja uma propriedade básica dos materiais. Alguns métodos mais frequentemente utilizados são descritos a seguir.

Dilatômetro de Mercúrio

O método do dilatômetro de mercúrio utiliza a variação da altura da coluna de mercúrio causada pela contração do compósito para calcular a contração volumétrica total. A amostra de compósito é colocada em uma lâmina de vidro e imersa em mercúrio, preenchendo um tubo capilar de vidro. Um transdutor linear diferencial variável (*linear variable differential transducer, LDVT*) flutua na superfície, no topo da coluna de mercúrio. Após a estabilização da sonda, o compósito é fotopolimerizado a partir da região inferior, através da lâmina de vidro, e a mudança em altura da coluna é monitorada em tempo real. Uma desvantagem desse método é a sensibilidade à temperatura do mercúrio na coluna. Para corrigir isto, um termopar monitora a variação da temperatura do mercúrio causada pelo calor liberado pela lâmpada polimerizadora e a variação correspondente na altura da coluna é ajustada no final da execução do teste. Os valores de contração são calculados utilizando a massa inicial da amostra e a gravidade específica do compósito.

Disco Aderido

Para o método do disco aderido, um disco de compósito, 8 × 1,5 mm, é colocado dentro de um anel de bronze de aproximadamente 16 mm em

diâmetro e 1,5 mm de altura colado a uma lâmina de vidro. O compósito, que não toca o anel de bronze, é coberto com uma lâminula (aproximadamente 0,1 mm de espessura). Uma sonda LVDT é colocada em contato com o centro do anel de bronze (Fig. 5-16). A amostra de compósito é fotopolimerizada a partir

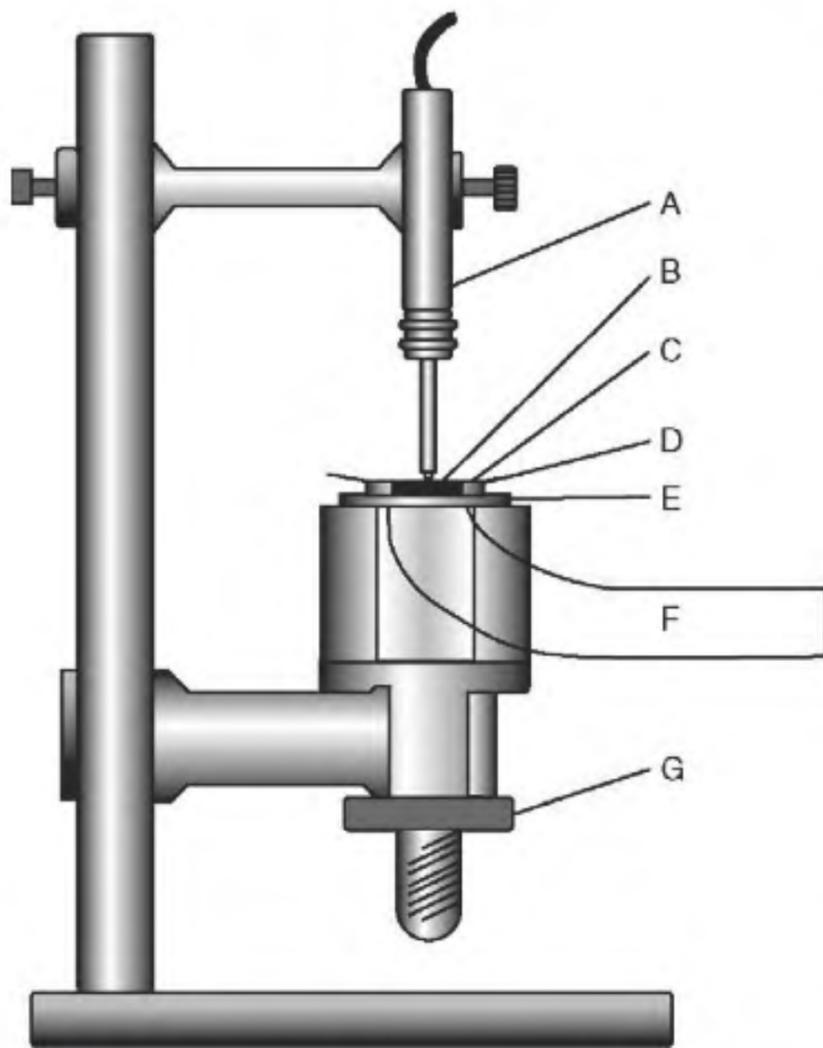


FIGURA 5-16 Visão esquemática de um corte transversal de um dispositivo de teste para contração. A, Transdutor; B, Amostra de teste; C, Lamínula; D, Suporte de anel de cobre; E, Placa rígida de vidro; F, Fotopolimerizador; G, Parafuso de ajuste da altura (De Watts DC, Cash AJ; *Dent Mater.* 7, 281, 1991).

da parte inferior do espécime, através da lâmina de vidro. Conforme o compósito polimeriza e se contrai, ele puxa a lamínula para baixo e sua deflexão é monitorada pela sonda TLDV. Os dados de deslocamento (em μm) são obtidos a partir da saída do sinal do transdutor (em mV) e são aplicados a uma curva de calibração. A contração é calculada dividindo-se a deflexão mensurada da lamínula pela altura inicial do compósito. Como a amostra de compósito necessita possuir certa rigidez para defletir a lamínula, esse método é mais indicado para medir a contração pós-gel. No entanto, os valores registrados são geralmente maiores que aqueles obtidos por outros métodos usados na determinação da contração pós-gel.

AcuVol

É um dispositivo de vídeo desenvolvido para medir a contração de compósitos que utiliza uma câmera CCD (*charge-coupled device*) para capturar e analisar perfis do corpo de prova. Uma amostra de compósito de $12\ \mu\text{L}$ é acomodada em formato de semiesfera e posicionada em um pedestal de Teflon®. A ponta da unidade de fotopolimerização é colocada 1 mm acima da amostra. As curvas de contração-tempo são obtidas de uma única vista ou com a amostra rodando no pedestal (modo de multivistas). O modo de multivista permite a correção de assimetrias na superfície da amostra. Os valores medidos expressam o volume de contração do compósito e são bastante semelhantes àqueles obtidos com o dilatômetro de mercúrio.

Teste MARC (*Managing Accurate Resin Curing*)

O teste MARC mede a contração do compósito em uma configuração confinada (Fig. 5-17). As

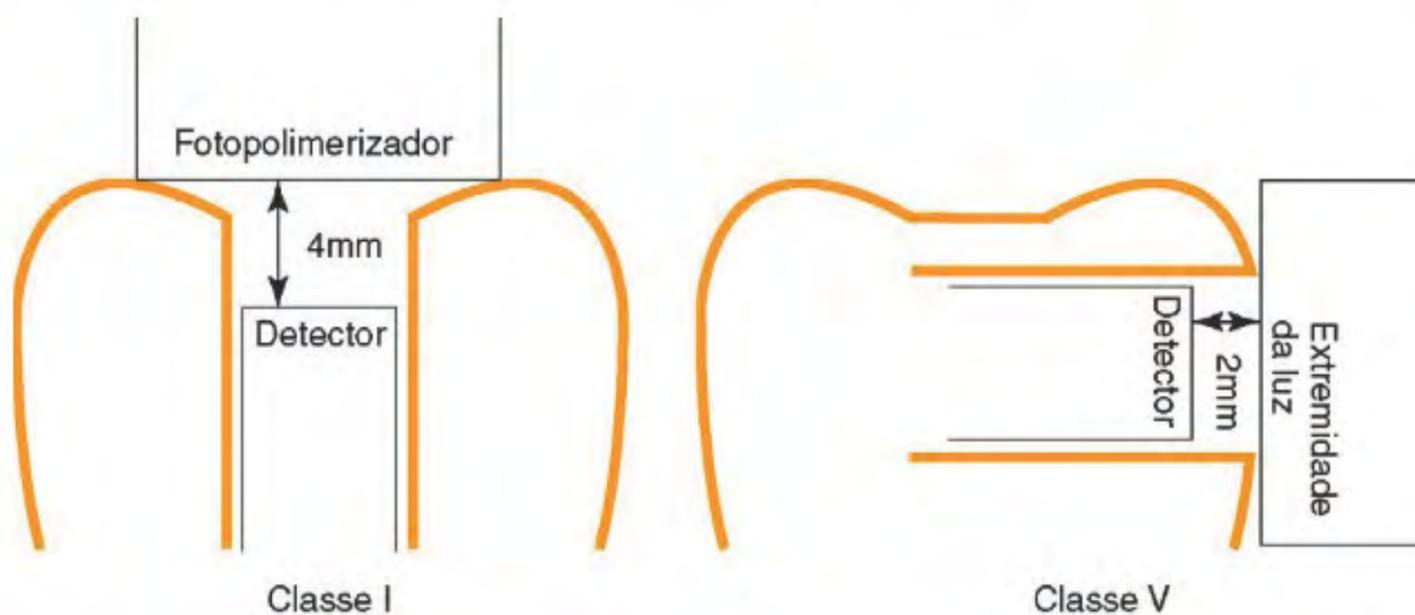


FIGURA 5-17 MARC (*Managing Accurate Resin Curing*). Esquema da localização dos detectores de luz colocados em preparos Classe I e Classe V. Os dentes são colocados dentro de um manequim simulador da cabeça (De Price RBT, Felix CM, Whalen JM; *J. Can. Dent. Assoc.* 76:a94,2010).

paredes internas de um anel de vidro, 5 mm de diâmetro e 2 mm em altura, são condicionadas com ácido hidrófluídrico. O volume e a densidade do anel são medidos, e ele é então revestido por um primer de cerâmica e uma camada de resina sem carga. O anel é preenchido com o compósito e, após a polimerização, o espécime é novamente medido para volume e densidade. O volume do compósito polimerizado é calculado pela diferença entre os volumes do anel de vidro preenchido com compósito e o anel vazio. A contração de polimerização é calculada como a porcentagem de variação entre o volume interno do anel de vidro e o volume de compósito polimerizado.

Fator de Configuração Cavitária

Quando uma resina composta ou um cimento de ionômero de vidro polimerizam aderidos às paredes de um preparo cavitário e sua reação de presa é acompanhada de contração volumétrica e desenvolvimento de módulo de elasticidade, tensões se desenvolvem no material, na interface dente/restauração e na estrutura dentária. As tensões são induzidas no dente pela resistência deste à contração. Essas tensões têm relevância clínica porque podem ser criados espaços na interface ou, se a adesão é suficientemente forte, causar deformação do dente ou deflexão de cúspides. Infelizmente, a tensão de polimerização não pode ser diretamente medida em dentes restaurados. Somente os efeitos

de contração podem ser avaliados, por exemplo, por testes de microinfiltração *in vitro*, de resistência de união e de deflexão de cúspides.

A tensão de polimerização dos compósitos é definida pela combinação de propriedades do dente e dos materiais restauradores envolvidos: a geometria (ou anatomia) do dente e da restauração, a qualidade da interface adesiva e a técnica restauradora utilizada (preenchimento em bloco único ou em incrementos e protocolo de polimerização). Entre os fatores relacionados à geometria da restauração, o fator de configuração cavitária (fator C), definido pela relação entre as áreas aderidas e não aderidas da restauração, é um índice utilizado para expressar o nível de confinamento imposto ao material restaurador durante sua contração (Fig. 5-18). Este índice foi desenvolvido com base em experimentos laboratoriais em que a força de contração gerada por espécimes cilíndricos de compósito foi determinada para diferentes razões de aspecto (ou seja, relação entre altura e diâmetro). Para um dado material e condição laboratorial, quanto maior o fator C do corpo de prova, maior a tensão nominal calculada.

Baseada nesses achados, uma restauração de classe I representa uma situação menos favorável que uma configuração classe II devido ao seu maior fator C. Uma cavidade classe I tem uma relação de área de superfície aderida/não aderida maior do que uma cavidade classe II típica. Pelo mesmo motivo, restaurações de classe V em forma de caixa

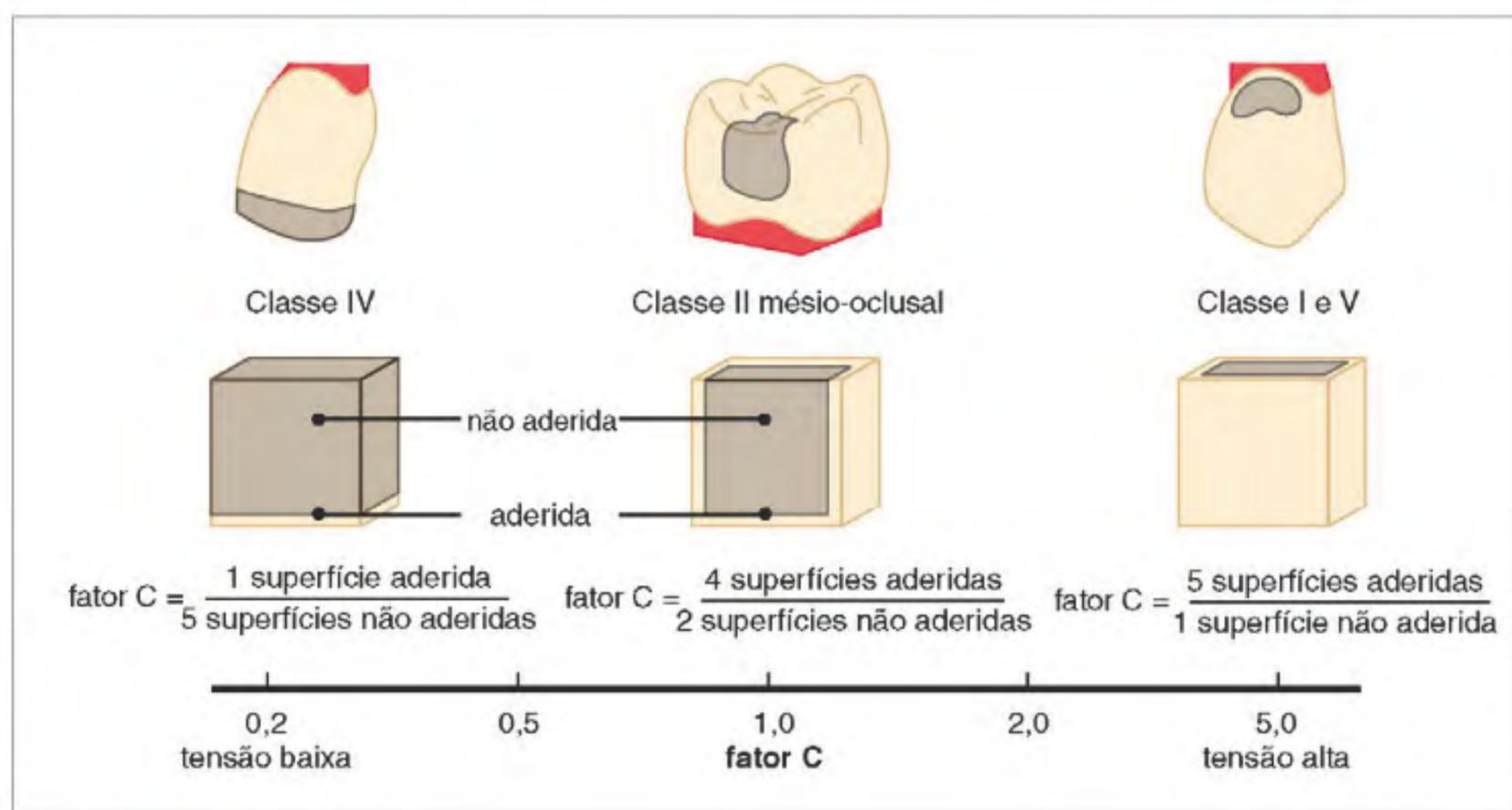


FIGURA 5-18 Fator C. Relação entre preparos retangulares, valores C correspondentes e preparos cavitários padrão (Modificado de Feilzer, AJ, De Gee AJ, Davidson CL: *J Dent Res.* 66(11), 1636-1639,1987).

devem gerar maiores tensões do que aquelas confeccionadas em cavidades com fundo arredondado. Esses pressupostos parecem ser válidos em linhas gerais. No entanto, a aplicabilidade do fator C em situações clínicas, de forma generalizada, deve ser cuidadosamente considerada, pois a complexidade das situações clínicas não permite a predição de níveis de tensão baseado somente no fator C.

Outro aspecto importante relacionado à distribuição de tensões em um dente restaurado é a quantidade de estrutura dentária remanescente. Em uma restauração classe II extensa, a rigidez reduzida das paredes cavitárias aumenta a concentração de tensões no dente. Uma classe II pequena com relação de área aderida/não aderida semelhante, por outro lado, mostra altas tensões na interface de adesão e no compósito. Portanto, duas restaurações com o mesmo fator C podem apresentar distribuição das tensões muito diferentes e, possivelmente, diferentes resultados clínicos. Embora alguns estudos *in vitro* tenham verificado um efeito significativo do fator C na resistência de união na interface e na microinfiltração, outros não confirmaram esses achados. Até mesmo no mesmo estudo, a influência do fator C na integridade interfacial pode variar dependendo do sistema adesivo testado. Um estudo clínico a longo prazo também não verificou um efeito significativo do fator C na longevidade de restaurações de compósito classe I.

ANÁLISE DE TENSÕES E DESENHO DAS ESTRUTURAS DENTÁRIAS

As propriedades mecânicas dos materiais utilizados em restaurações dentárias devem ser capazes de suportar as tensões e deformações causadas pelas forças mastigatórias repetitivas. O desenho das restaurações é particularmente importante para tirar proveito das melhores propriedades do material restaurador. Um bom planejamento evita tensões ou deformações que excedam as propriedades de resistência do material em situações clínicas.

Tensões nas estruturas dentárias têm sido estudadas por técnicas tais como análise de revestimentos friáveis, extensômetros (*strain gages*), holografia, fotoelasticidade bidimensional e tridimensional, análise por elementos finitos e outros métodos numéricos. Estudos de análise de tensões em *inlays*, coroas, bases de restaurações, próteses fixas, próteses totais, próteses removíveis, pinos endodônticos e implantes têm sido relatados, assim como estudos sobre dentes, ossos e tecidos moles orais. A literatura de análise de tensões é muito

extensa e além do propósito deste texto para ser revisada. Somente um breve resumo da análise por elementos finitos é apresentado aqui.

Análise por Elementos Finitos

O método ou análise por elementos finitos (FEM, *finite element method* ou FEA, *finite element analysis*) é um método numérico e oferece vantagens consideráveis sobre os métodos de modelagem física (Fig. 5.19). O método é útil para analisar geometrias complexas e pode determinar as tensões e deformações em toda a extensão de um objeto tridimensional. Neste método, um número finito de elementos estruturais discretos é interligado por um número finito de pontos ou nós. Esses elementos finitos são formados quando a estrutura original é dividida em diversas áreas com formas definidas, onde para cada elemento é atribuído as propriedades mecânicas do material a ser simulado. As informações necessárias para calcular a tensão e o deslocamento no modelo de elemento finito são (1) a descrição do nó e do elemento, (2) o módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson para os materiais associados a cada elemento, (3) o tipo de condição de contorno de cada elemento, (4) a descrição de forças aplicadas aos nós externos, e (5) uma descrição do comportamento mecânico do material, por exemplo, linear ou não linear elástico, viscoelástico, isotrópico, anisotrópico e ortotrópico.

Observe que os métodos de elementos finitos são puramente numéricos e são baseados em muitas

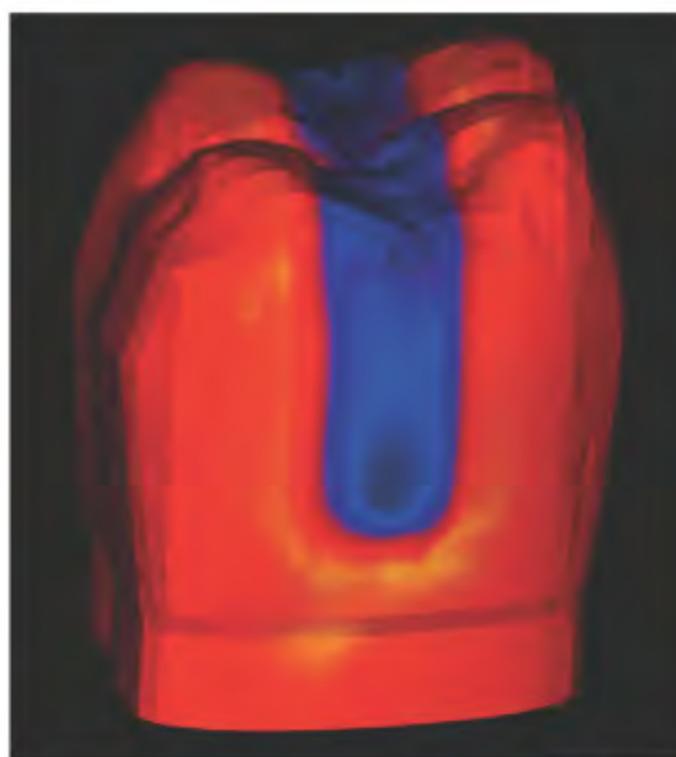


FIGURA 5-19 Análise por elemento finito das tensões resultantes da contração de polimerização de uma restauração Classe II de compósito (Cortesia de Sr. Svann Borgersen, Eagan, MN).

hipóteses limitantes. A análise de elementos finitos é utilizada no delineamento de experimentos laboratoriais, incluindo tamanho do espécime e desenho do acessório fixação. Ela também é útil para interpretar resultados desses experimentos. A simulação por FEA pode reduzir o número de testes necessários e otimizar o delineamento de experimentos por meio de previsões de resultados e desempenho. Quando a análise por elementos finitos é realizada, é importante entender os materiais que estão sendo testados e como avaliar os dados da simulação. Essa é uma ferramenta poderosa, mas que pode ser facilmente mal utilizada se os conceitos envolvidos não estiverem completamente entendidos e se o modelo numérico não estiver validado através de experimentos físicos ou outros métodos.

TESTES DE TENSÃO DE POLIMERIZAÇÃO

Os testes de tensão de polimerização *in vitro* foram projetados para avaliar as tensões desenvolvidas na interface adesiva devido à polimerização de um compósito resinoso unido às paredes cavitárias. O princípio básico é comum para todos os testes: a resina ou o compósito é unido a duas superfícies, sob graus variados de confinamento, e então polimerizado. À medida que a polimerização se desenvolve, a contração inerente que se segue tende a aproximar as duas superfícies aderidas, de forma semelhante ao que acontece no preparo cavitário. Força e/ou deslocamento são exercidos sobre o substrato adesivo e a tensão é calculada com base na área da secção transversal do espécime. Uma consideração importante nesses métodos é a complacência do sistema, que define a quantidade de deformação permitida pelo sistema de teste à medida que as tensões são desenvolvidas. Isto depende do módulo de elasticidade do substrato adesivo, bem como da rigidez do instrumento de teste. O fator de configuração da cavidade também pode ser acomodado de forma relativamente fácil em todos os sistemas, dentro de limites, pelo ajuste do diâmetro do bastão que constitui o substrato adesivo e da altura do corpo de prova. Apesar de todos os testes serem úteis para classificar os materiais em relação ao desenvolvimento de tensão, eles não simulam as condições clínicas, e correlações diretas com as observações *in vivo* devem ser cuidadosamente consideradas.

Tensilômetro

Nesse sistema de teste, o material é unido entre dois bastões, sendo aço, vidro e polimetilmetacrilato

(em ordem decrescente de módulo de elasticidade) os materiais mais comuns (Fig. 5-20). As hastes são conectadas a uma máquina ou a um sistema universal de testes com um extensômetro, onde um bastão é conectado ao atuador e o outro é fixo. Este é o único sistema no qual um extensômetro é ligado aos bastões para manter uma distância constante entre as duas interfaces adesivas durante o teste. A complacência do sistema é muito baixa, e isto pode ser adicionalmente controlado pelo ajuste do módulo de elasticidade dos bastões. A célula de carga na máquina de ensaio universal grava a força exercida pelo material durante a polimerização sob estas condições de confinamento, e a tensão é calculada dividindo-se a carga pela área da secção transversal inicial do corpo de prova.

Tensômetro

Semelhante aos procedimentos que utilizam o tensilômetro, com o tensômetro o material testado é aderido entre dois bastões de vidro. Um bastão é fixado à base do instrumento e o outro bastão é ligado à barra do cantilever (Fig. 5-21). À medida que o material polimeriza, ocorre uma deflexão na barra, registrada por uma sonda LVDT. Neste sistema, não existe célula de carga. Uma curva de calibração de pressão x deslocamento é criada antes do teste. Depois, pela aplicação da curva de calibração e da teoria da deflexão de vigas, a tensão é calculada e corrigida para a área da secção transversal da amostra. O extensômetro não é utilizado neste caso, e a complacência do sistema é controlada pelo módulo de elasticidade da barra em cantilever e/ou pela localização da haste de vidro em relação ao fulcro da barra. Cabos de fibra ótica podem ser utilizados para a determinação do grau de conversão do compósito através das técnicas de espectrometria near-IR, descrita anteriormente neste capítulo, para mensuração concomitante da extensão da polimerização e do desenvolvimento de tensão em tempo real.

Análise de Trincas

Tensões de contração localizadas podem ser calculadas pela análise da propagação das indentações iniciais feitas num material frágil. Utilizando um indentador, trincas iniciais são produzidas adjacentes a uma cavidade preparada no material frágil que simula o esmalte dentário, tal como vidro ou cerâmica. À medida que o compósito aderido às paredes da cavidade polimeriza, tensões de tração são desenvolvidas e a trinca se propaga. Os comprimentos das trincas são mensurados antes e após a polimerização, e a tensão resultante é calculada

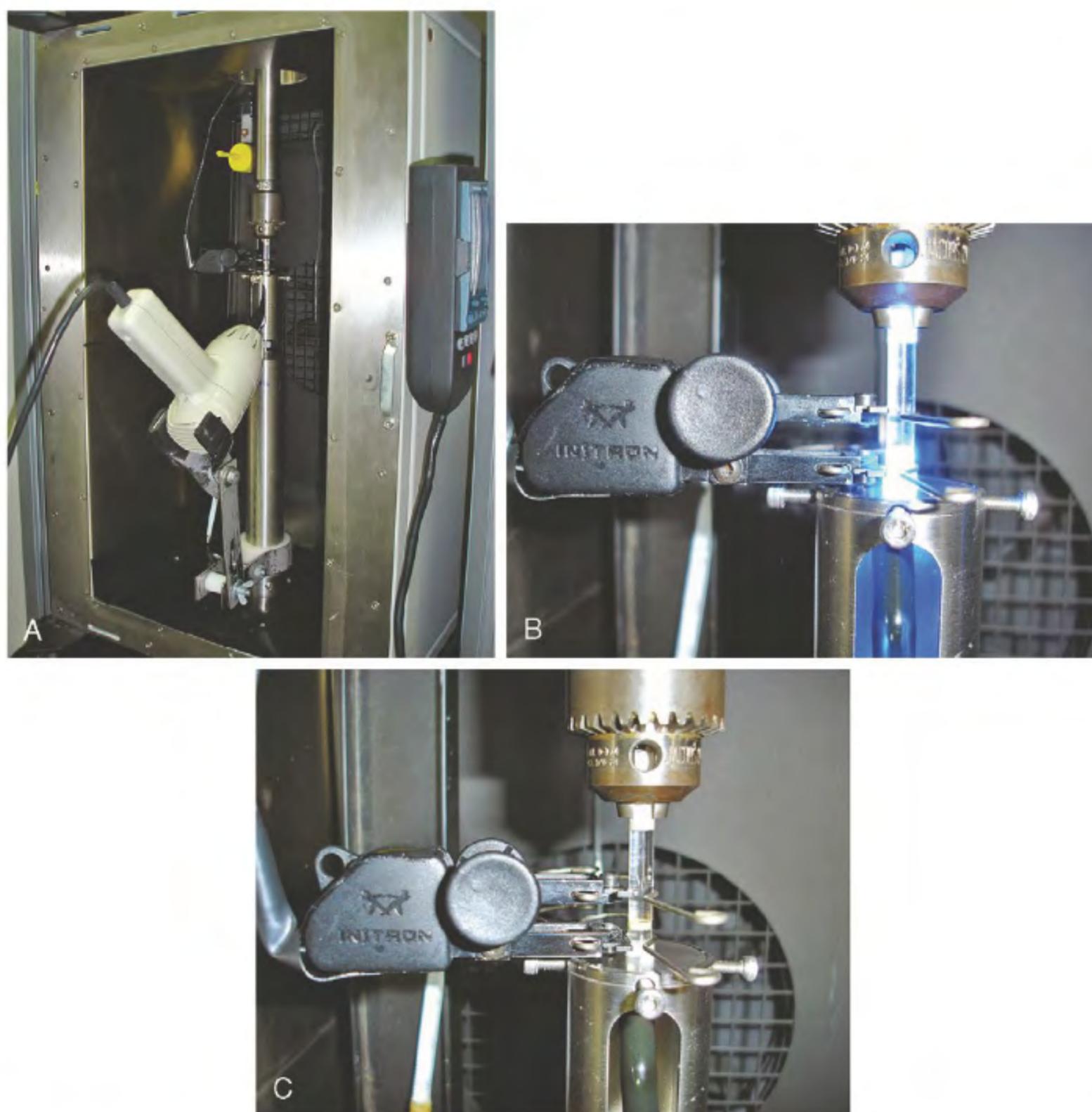


FIGURA 5-20 Tensilômetro para mensuração da tensão de polimerização durante a cura de compósitos, mostrando a fonte de luz, o corpo de prova e o extensômetro para mensuração do deslocamento.

com base na mudança no comprimento da trinca e da tenacidade à fratura do substrato frágil.

ESPECIFICAÇÕES PARA MATERIAIS RESTAURADORES

As propriedades descritas neste e em outros capítulos servem como a base para uma série de especificações que foram desenvolvidas para materiais restauradores, instrumentos e equipamentos. Um grupo é o Instituto de Normas Nacionais Americanas (*American National Standards Institute, ANSI*)/ Comitê de Normas sobre Produtos Odontológicos da American Dental Association. As normas desenvolvidas e aprovadas por esse comitê são revisadas pelo

Conselho de Assuntos Científicos da ADA, o qual é responsável pela adoção das especificações. Até o momento, 68 especificações foram adotadas (Tabela 1 do Apêndice). Um grupo mais amplo, denominado de *Especificações e Normas Federais*, é designado para regular os requisitos das agências de serviços federais governamentais para aquisição e utilização dos materiais. Normas deste tipo têm estado disponíveis desde a metade do século passado, e especificações adicionais continuam a ser acrescentadas em cada grupo. Uma série de especificações similares estão disponíveis para produtos na Austrália, Japão e em alguns outros países. Em 1963, um programa para normas internacionais que combinava os esforços da Federação Odontológica Mundial (FDI) e a Organização Internacional para Normatização (ISO) foi

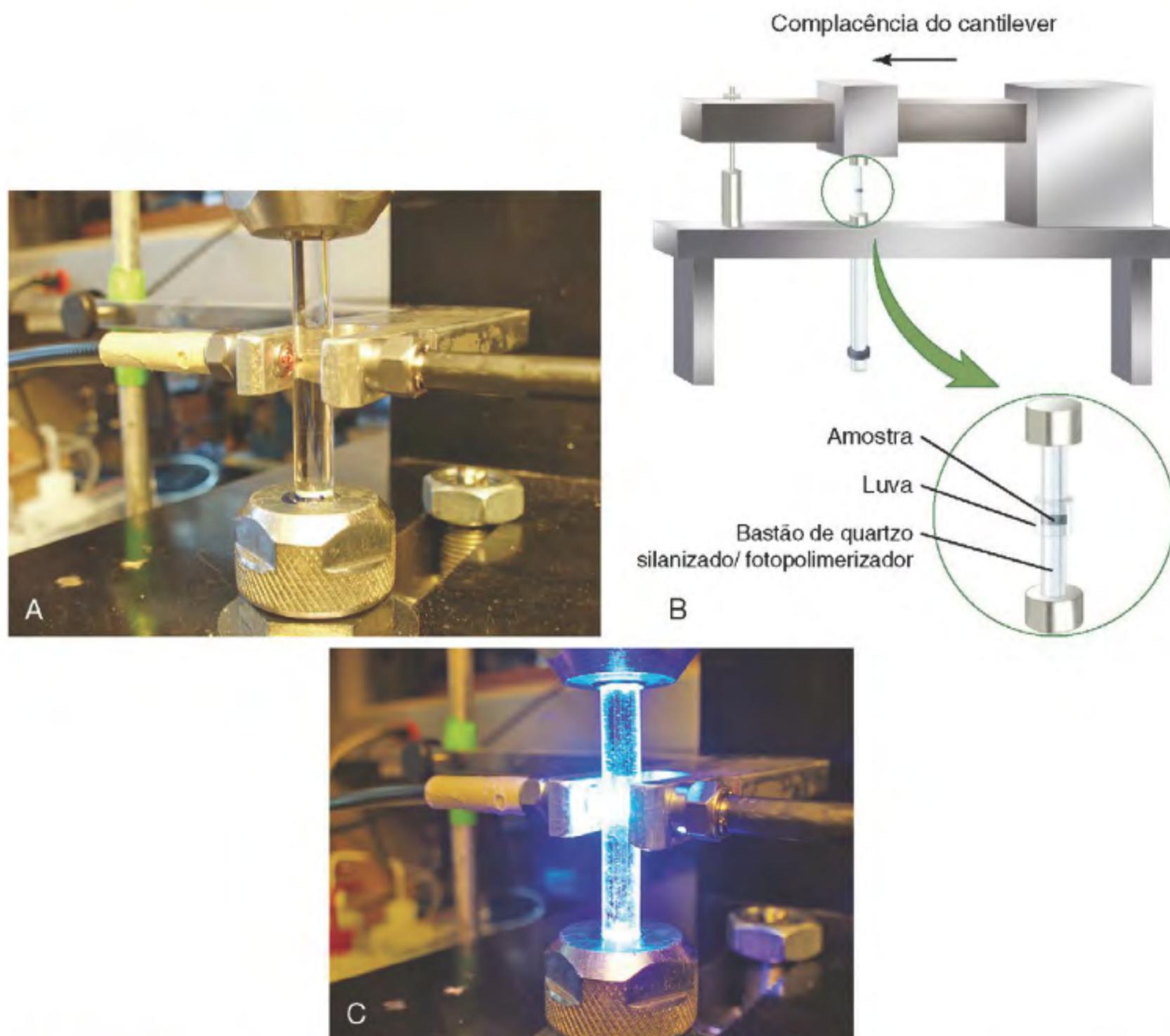


FIGURA 5-21 Tensômetro ADAF para mensuração da tensão de polimerização durante a cura dos compósitos. Configuração do teste antes da exposição da luz (A); durante a exposição da luz (C); ilustração do dispositivo de teste (B) e a ampliação da região mostrada nas partes A e C.

estabelecido. A prática de utilização de testes físicos através da aplicação de métodos descritos nas normas é bem estabelecida e provavelmente continuará a existir. Tanto o estudante de odontologia quanto o dentista devem não somente saber da existência de normas para certos materiais, mas também aprender quais qualidades são controladas por cada especificação. Através das especificações, a qualidade de cada produto é mantida e melhorada.

ESPECIFICAÇÕES DA AMERICAN DENTAL ASSOCIATION

A primeira especificação da American Dental Association foi para liga de amálgama, formulada e publicada em 1930. Desde este período, outras

especificações foram ou estão sendo formuladas, como indicado na Tabela 1 do Apêndice.

Cópias das especificações e planilhas para auxílio no registro de dados estão disponíveis no Conselho de Assuntos Científicos da American Dental Association em Chicago. O site do Conselho lista os nomes comerciais e os fabricantes dos produtos odontológicos aceitos. Esta publicação pode também ser obtida na American Dental Association.

Um exame de cada especificação revela um padrão geral de normatização comum para cada material.

1. Estas características incluem um item sobre o objetivo e a classificação do material, o que define a aplicação e a natureza de cada material.

2. Cada especificação inclui informações sobre outras especificações aplicáveis.
3. As exigências de cada material consideram os fatores como uniformidade, cor ou características gerais de trabalho do material, assim como as limitações gerais de valores dos testes.
4. Os métodos de amostragem, inspeção e procedimentos de teste incluem detalhes da preparação dos espécimes e dos testes físicos a serem realizados.
5. Cada especificação inclui informação sobre o preparo para entrega, com instruções relativas a embalagem, instruções de uso e marcações com o número de lote e a data de fabricação.
6. Cada especificação inclui notas que fornecem informações adicionais sobre o uso pretendido e referências à literatura ou outros itens especiais.

Os principais itens de cada uma dessas especificações são descritas nos capítulos seguintes.

PROGRAMA DE APROVAÇÃO DA AMERICAN DENTAL ASSOCIATION

A American Dental Association, através do Conselho de Assuntos Científicos, mantém um programa de aceitação para produtos direcionados aos consumidores, como adesivos para próteses, fio dental e escovas de dente.

ÍNDICE DE ESPECIFICAÇÕES E NORMAS FEDERAIS

O Índice de Especificações e Normas Federais inclui especificações para diversos materiais odontológicos restauradores que não estão descritas em nenhum outro lugar. Essas especificações são utilizadas primeiramente pelos serviços federais para manutenção de alguns controles de qualidade de produtos odontológicos e são valiosas para os fornecedores destes materiais. Em alguns casos, serão feitas referências a especificações e normas federais específicas nos próximos capítulos.

PROBLEMAS SELECIONADOS

PROBLEMA 1

Como a remoção rápida de um molde de alginato maximiza sua resistência ao rasgamento?

Solução

Assim como outros materiais de moldagem, a viscoelasticidade natural dos materiais faz com que a taxa de deformação seja um fator importante na determinação da sua resistência final. Com a remoção rápida do molde, não há tempo suficiente no estado deformado, e isto aumenta não só a resistência ao rasgamento como também aumenta a estabilidade dimensional.

PROBLEMA 2

Por que é importante conhecer as propriedades dos materiais quando submetidos a diferentes tipos de carregamento (tração, compressão, cisalhamento)?

Solução

Porque os materiais na cavidade oral vão ser submetidos a formas complexas de carregamento, e tanto a escolha do material quanto o desenho da restauração deverão equilibrar o tipo de sollicitação

mecânica com o material que se comportará da melhor maneira naquela situação.

PROBLEMA 3

Nos compósitos resinosos, por que o grau de conversão do polímero é uma propriedade útil? Como isto pode ser correlacionado com outras propriedades do material?

Solução

O grau de conversão, avaliado tanto diretamente através de técnicas de espectrometria quanto indiretamente através de calorimetria de varredura dinâmica, se relaciona com a resistência e a contração do material. Em termos gerais, quanto maior a conversão, maior a resistência ao desgaste, maiores as propriedades mecânicas gerais e a contração volumétrica. Isto também gera tensões na interface adesiva da restauração, o que pode aumentar a incidência de fendas e cáries recorrentes. Muitas pesquisas têm sido realizadas para tentar minimizar tais tensões e ao mesmo tempo mantendo-se uma alta conversão para conservação das propriedades mecânicas aceitáveis durante o uso.

Bibliografia

Análise Mecânica Dinâmica e Reologia

- Rubinstein M, Colby RH: Networks and gelation. In *Polymer Physics*, New York, 2008, Oxford University Press.
- Graessley WW: Linear viscoelasticity. In *Polymeric Liquids and Networks: Dynamics and Rheology*, New York, 2008, Taylor and Francis Group.
- Macosko CW: Linear viscoelasticity. In *Rheology: Principles, Measurements and Applications*, New York, 1994, Wiley-VCH.
- Menard KP: *Dynamic Mechanical Analysis: a Practical Introduction*, Boca Raton, 2008, Taylor & Francis.
- Chiou BS, English RJ, Khan SA: UV cross-linking of thiole-ene polymers: A rheological study, *Photopolymerization* 673:150–166, 1997.
- Chiou BS, Khan SA: Real-time FTIR and in situ rheological studies on the UV curing kinetics of thiol-ene polymers, *Macromolecules* 30(23):7322–7328, 1997.
- Cook WD, Brockhurst P: The Oscillating Rheometer — What Does It Measure, *J Dent Res* 59(5):795–799, 1980.
- Winter HH: Can the gel point of crosslinking polymers be detected by the G' - G'' crossover? *Pol Eng Sci* 27:1698, 1987.
- Botella A, Dupuy J, Roche AA, et al: Photo-rheometry / NIR spectrometry: An in situ technique for monitoring conversion and viscoelastic properties during photopolymerization, *Macr Rapid Comm* 25:1155, 2004.
- Odian G: *Principles of polymerization*, New York, 2004, Wiley-Interscience, p. 11-114.
- Ferracane JL, Moser JB, Greener EH: Rheology of composite restoratives, *Journal of Dental Research* 60(9):1678–1685, 1981.
- Urabe I, Nakajima S, Sano H, Tagami J: Physical properties of the dentin-enamel junction region, *Am J Dent* 13(3):129–135, 2000.

Técnicas de Espectrometria

- Silverstein R, Webster F, Kiemle D: *Spectrometric identification of organic compounds*, Hoboken, NJ, 2005, John Wiley & sons, 72-79.
- Ferracane JL, Greener EH: Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins—methods comparison, *J Dent Res* 63(8):1093–1095, 1984.
- Stansbury JW, Dickens SH: Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy, *Dent Mater* 17(1):71–79, 2001.
- Wells-Gray EM, Kirkpatrick SJ, Sakaguchi RL: A dynamic light scattering approach for monitoring dental composite curing kinetics, *Dent Mater* 26(7):634–642, 2010, Jul:Epub 2010 Apr 7.

Picnometria

- Viana M, Jouannin P, Pontier C, Chulia D: About pycnometric density measurements, *Talanta* 57:583, 2002.

Teste de Tensão de Polimerização

- Condon JR, Ferracane JL: Assessing the effect of composite formulation on polymerization stress, *J Am Dent Assoc* 131(4):497–503, 2000.

- Condon JR, Ferracane JL: Reduced polymerization stress through non-bonded nanofiller particles, *Biomaterials* 23(18):3807–3815, 2002.
- Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL: Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration, *J Dent Res* 66(11):1636–1639, 1987.
- Ferracane JL, Mitchem JC: Relationship between composite contraction stress and leakage in Class V cavities, *Am J Dentistry* 16(4):239–243, 2003.
- Lu H, Stansbury JW, Bowman CN: Towards the elucidation of shrinkage stress development and relaxation in dental composites, *Dent Mater* 20(10):979–986, 2004.
- Lu H, Stansbury JW, Dickens SH, et al: Probing the origins and control of shrinkage stress in dental resin composites. II. Novel method of simultaneous measurement of polymerization shrinkage stress and conversion, *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 71(1):206–213, 2004.
- Lu H, Stansbury JW, Dickens SH, et al: Probing the origins and control of shrinkage stress in dental resin-composites: I. Shrinkage stress characterization technique, *J Mater Sci Mater Med* 15(10):1097–1103, 2004.
- Pfeifer CS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Braga RR: Factors affecting photopolymerization stress in dental composites, *J Dent Res* 87(11):1043–1047, 2008, Nov.
- Pfeifer CS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Braga RR: Photoinitiator content in restorative composites: influence on degree of conversion, reaction kinetics, volumetric shrinkage and polymerization stress, *Am J Dent* 22(4):206–210, 2009, Aug.
- Sakaguchi RL, Wiltbank BD, Murchison CF: Contraction force rate of polymer composites is linearly correlated with irradiance, *Dent Mater* 20(4):402–407, 2004.
- Sakaguchi RL, Wiltbank BD, Murchison CF: Prediction of composite elastic modulus and polymerization shrinkage by computational micromechanics, *Dent Mater* 20(4):397–401, 2004, May.
- Sakaguchi RL, Wiltbank BD, Murchison CF: Cure induced stresses and damage in particulate reinforced polymer matrix composites: a review of the scientific literature, *Dent Mater* 21(1):43–46, 2005, Jan.
- Stansbury JW, Trujillo-Lemon M, Lu H, et al: Conversion-dependent shrinkage stress and strain in dental resins and composites, *Dent Mater* 21(1):56–67, 2005.
- Yamamoto T, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Swain MV: Calculation of contraction stresses in dental composites by analysis of crack propagation in the matrix surrounding a cavity, *Dent Mater* 25(4):543–550, 2009, Apr:Epub 2008 Dec 18.
- Yamamoto T, Nishide A, Swain MV, et al: Contraction stresses in dental composites adjacent to and at the bonded interface as measured by crack analysis, *Acta Biomater* 7(1):417–423, 2011, Jan:Epub 2010 Aug 4.

Tenacidade à Fratura e Análise Fractográfica

- Quinn GD: Fractographic analysis of Ceramics and glasses: NIST Practice Guide. Materials Science and Engineering Laboratory, National Institute of Standards and Technology, *Special Publications*, 2007, Available for download at: http://www.nist.gov/manuscript-publication-search.cfm?pub_id=850928

- Lohbauer U, Amberger G, Quinn GD, Scherrer SS: Fractographic analysis of a dental zirconia framework: a case study on design issues, *J Mech Behav Biomed Mater* 3(8):623–629, 2010.
- Quinn JB, Quinn GD, Kelly JR, Scherrer SS: Fractographic analyses of three ceramic whole crown restoration failures, *Dent Mater* 21(10):920–929, 2005.
- Scherrer SS, Kelly JR, Quinn GD, Xu K: Fracture toughness (K_{Ic}) of a dental porcelain determined by fractographic analysis, *Dent Mater* 15(5):342–348, 1999.
- Scherrer SS, Quinn GD, Quinn JB: Fractographic failure analysis of a Procera AllCeram crown using stereo and scanning electron microscopy, *Dent Mater* 24(8):1107–1113, 2008.
- Scherrer SS, Quinn JB, Quinn GD, Wiskott HW: Fractographic ceramic failure analysis using the replica technique, *Dent Mater* 23(11):1397–1404, 2007.
- Rodrigues SA Jr, Scherrer SS, Ferracane JL, Della Bona A: Microstructural characterization and fracture behavior of a microhybrid and a nanofill composite, *Dent Mater* 24(9):1281–1288, 2008.
- Métodos de Teste da Resistência de União, Métodos de Contração Volumétrica, Fator de Configuração Cavitária**
- Armstrong A, Geraldini S, Maia R, et al: Adhesion to tooth structure: A critical review of “micro” bond strength test methods, *Dent Mater* 26:e50–e62, 2010.
- Braga RR, Boaro LC, Kuroe T, et al: Influence of cavity dimensions and their derivatives (volume and ‘C’ factor) on shrinkage stress development and microleakage of composite restorations, *Dent Mater* 22:818–823, 2006.
- Braga RR, Meira JB, Boaro LC, Xavier TA: Adhesion to tooth structure: A critical review of “macro” test methods, *Dent Mater* 26:e38–e49, 2010.
- Choi KK, Ryu GJ, Choi SM, Lee MJ, et al: Effects of cavity configuration on composite restoration, *Oper Dent* 29:462–469, 2004.
- Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL: Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration, *J Dent Res* 66:1636–1639, 1987.
- Pfeifer CSC, Braga RR, Cardoso PEC: Influence of cavity dimensions, insertion technique and adhesive system on microleakage of Class V restorations, *JADA* 137:197–202, 2006.
- Price RB, Felix CM, Whalen JM: Factors Affecting the Energy Delivered to Simulated Class I and, Class V Preparations, *J Can Dent Assoc* 76:a94, 2010.
- Price RB, Riskalla AS, Hall GC: Effect of stepped light exposure on the volumetric polymerization shrinkage and bulk modulus of dental composites and an unfilled resin, *Amer J Dent* 13:176–180, 2000.
- Sakaguchi RL, Wiltbank BD, Shah NC: Critical configuration analysis of four methods for measuring polymerization shrinkage strain of composites, *Dent Mater* 20:388–396, 2004.
- Sharp LJ, Choi IB, Lee TE, et al: Volumetric shrinkage of composites using video-imaging, *J Dent* 31:97–103, 2003.
- Shiraia K, De Munck J, Yoshida Y, et al: Effect of cavity configuration and aging on the bonding effectiveness of six adhesives to dentin, *Dent Mater* 21:110–124, 2005.
- van Dijken JW: Durability of resin composite restorations in high C-factor cavities: A 12-year follow-up, *J Dent* 38:469–474, 2010.
- Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, et al: Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes, *Dent Mater* 26:e100–e121, 2010.
- Versluis A, Tantbirojn D, Pintado MR, et al: Residual shrinkage stress distributions in molars after composite restoration, *Dent Mater* 20:554–564, 2004.
- Watts DC, Cash AJ: Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light-cured materials: methods development, *Dent Mater* 7:281–287, 1991.
- Witzel MF, Ballester RY, Meira JB, et al: Composite shrinkage stress as a function of specimen dimensions and compliance of the testing system, *Dent Mater* 23:204–210, 2007.