



FCTUC FACULDADE DE CIÊNCIAS
E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DE COIMBRA

DEPARTAMENTO DE
ENGENHARIA MECÂNICA

Caracterização Mecânica e Tribológica de dois Materiais de Restauração Indireta após Envelhecimento

Dissertação apresentada para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia
Mecânica na Especialidade de Produção e Projeto

Autor

Miguel Luís da Silva Carreira

Orientadores

Professor Doutor Amílcar Lopes Ramalho

Doutor Pedro Vale Antunes

Júri

| | |
|-------------------|---|
| Presidente | Professora Doutora Marta Cristina Cardoso de Oliveira Professora Auxiliar da Universidade de Coimbra |
| Vogais | Professora Doutora Eunice Virgínea Valdez Faria Bidarra Palmeirão Carrilho Professora Associada c/agregação da Universidade de Coimbra |
| Orientador | Doutor Pedro Alexandre de Almeida do Vale Antunes Investigador Auxiliar da Universidade de Coimbra |

Coimbra, Fevereiro, 2015

Coisas boas podem acontecer a quem espera,
mas apenas aquelas deixadas para trás por quem luta.

Abraham Lincoln

Aos meus pais.

Agradecimentos

O trabalho que aqui se apresenta é o culminar de mais uma etapa da minha vida, e só foi possível graças à confiança, ao incentivo e ao apoio de algumas pessoas, às quais não posso deixar de prestar o meu reconhecimento.

Ao Senhor Professor Doutor Amílcar Ramalho, que eu muito admiro, um dos poucos professores capazes de me fazer levantar cedo para ir às aulas, pelo apoio, pelas horas despendidas, pelos valiosos conselhos e conhecimentos transmitidos e pela disponibilização do equipamento necessário a esta dissertação.

Ao Senhor Doutor Pedro Antunes, pelo constante acompanhamento e permanente disponibilidade, pela dedicação com que me orientou, pelos conhecimentos transmitidos, e, principalmente, pela paciência e pelo permanente bom humor.

Aos meus colegas de tese e de laboratório, pela entreatajuda, boa disposição e motivação.

Aos meus pais, pela confiança que depositaram em mim e pela constante preocupação. Se não fosse por vocês, para vos fazer felizes e orgulhosos, eu não teria chegado onde cheguei.

Aos amigos, pelo companheirismo, pela animação e por todos os bons momentos passados.

Resumo

As condições ambiente da cavidade oral são bastante complexas. Os materiais de restauração dentária são sujeitos a ataques mecânicos, químicos e térmicos, e, de maneira a resistirem a estas solicitações, têm que possuir boas propriedades mecânicas e alta resistência ao desgaste. A caracterização de um material de restauração dentária é um processo complexo, especialmente o estudo do desgaste, e, como os testes *in vivo* são caros, envolvem grandes períodos temporais e os resultados variam muito, a alternativa comum é recorrer a ensaios *in vitro*.

O objetivo desta dissertação foi caracterizar o efeito da termociclagem, que tem como função simular os ciclos térmicos a que os materiais de restauração estão sujeitos na boca, nas propriedades mecânicas e tribológicas de dois compósitos. Estes encontram-se atualmente em comercialização, são usados para restauração dentária indireta, um nano-híbrido Grandio[®]SO (Voco, Cuxhaven, Alemanha) e um micro-particulado SR Nexco[™] (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Lichtenstein).

Para além dos grupos de provetes de controlo, dois grupos de provetes com diferentes níveis de termociclagem, T1 e T2, foram produzidos para cada material. Os grupos T1 foram sujeitos a 1500 ciclos de termociclagem entre 5°C e 55°C, com um tempo de permanência dos provetes nos banhos de 30 segundos, e os grupos T2 foram sujeitos a 5000 ciclos de termociclagem entre 5°C e 55°C, com um tempo de permanência dos provetes nos banhos de 60 segundos. Os ensaios mecânicos realizados foram: vibração induzida por excitação por impulso, flexão em quatro pontos e microdureza Vickers. As propriedades estudadas foram o módulo de elasticidade, dinâmico e estático, a resistência à flexão, o trabalho à fratura e a dureza. O ensaio tribológico realizado foi o ensaio de indentação deslizante, utilizado para perceber a influência da termociclagem no comportamento ao desgaste dos compósitos em estudo.

O módulo de elasticidade dinâmico e a dureza, de ambos os materiais, não variaram significativamente com a termociclagem. O módulo de elasticidade estático, para o Grandio[®]SO, não variou com a termociclagem mas, para o SR Nexco[™], verificou-se um aumento para T1 (22,3%) e uma redução para T2 (14,3%), em relação ao grupo de

controle. A resistência à flexão aumentou ligeiramente para ambos os grupos T1, sendo que o maior aumento ocorreu para o SR Nexco™ (14,9%). Observou-se uma diminuição substancial da resistência à flexão nos grupos T2, tanto para o SR Nexco™ (53,1%), como para o Grandio®SO (19,1%). O trabalho à fratura do Grandio®SO aumentou para o grupo T1 (10,5%), diminuindo para o grupo T2 (25,8%). Para o SR Nexco™, o trabalho à fratura não parece variar significativamente no grupo T1, diminuindo muito para o grupo T2 (73,2%). O coeficiente de atrito do Grandio®SO aumentou em ambos os grupos termociclados, sendo máximo para T2 (0,87). Pelo contrário, o coeficiente de atrito do SR Nexco™ diminuiu com a termociclagem, sendo mínimo no grupo T2 (0,79).

Deste estudo, conclui-se que o SR Nexco™ é mais afetado pela termociclagem do que o Grandio®SO, verificando-se uma grande degradação das propriedades mecânicas nos provetes sujeitos à segunda termociclagem. A primeira termociclagem, para além de não ter degradado os compósitos, parece ter melhorado algumas propriedades, como o módulo de elasticidade estático e a resistência à flexão do SR Nexco™. O Grandio®SO, para além de possuir melhores propriedades mecânicas, é menos afetado pela termociclagem, o que leva a crer que resistirá melhor às solicitações, térmicas e mecânicas, a que for sujeito na cavidade oral. No entanto, neste estudo, nenhum dos materiais passou na condição imposta pela norma ISO 4049, que exige uma resistência à flexão mínima de 80 MPa para um material poder ser utilizado em restaurações posteriores.

Palavras-chave: Compósito de Resina, Termociclagem, Dureza, Resistência à Flexão, Módulo de Elasticidade, Coeficiente de Atrito.

Abstract

The environmental conditions of the oral cavity are quite complex. Restorative dental materials are subjected to mechanical, chemical and thermal attacks, and, to withstand these demands, they must possess good mechanical properties and high wear resistance. The characterization of a dental restorative material is a complex process, especially the study of wear, and, as *in vivo* studies are expensive, time consuming and the results vary widely, the common alternative is to use *in vitro* testing.

The purpose of this dissertation is to characterize the effect of thermocycling, which is used to simulate the thermal cycles to which dental restorative materials are subjected to in the mouth, on the mechanical and tribological properties of two indirect dental restoration composites, currently in the market, a nano-hybrid Grandio[®]SO (Voco, Cuxhaven, Germany), and a micro-particulated SR Nexco[™] (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Lichtenstein).

Besides the control groups, two thermocycled groups were produced, T1 and T2, for each material, with different parameters. Both T1 groups were subjected to 1500 cycles of thermocycling between 5°C and 55°C, with a dwell time of the specimens in the baths of 30 seconds, while both T2 groups were subjected to 5000 cycles of thermocycling between 5°C and 55°C, with a dwell time of the specimens in the baths of 60 seconds. The mechanical tests made were: impulse excitation of vibration, four point bending and Vickers microhardness. The studied properties were the elastic modulus, dynamic and static, flexural resistance, work of fracture and microhardness. Regarding the tribological evaluation, a scratch test was done in order to evaluate the abrasion wear resistance of the composites under study.

The dynamic elastic modulus and hardness of both materials did not vary with thermocycling. The static elastic modulus, for Grandio[®]SO, did not change with thermocycling but for SR Nexco[™], an increase in the static elastic modulus was observed for T1 (22,3%), and a decrease for T2 (14,3%), when compared to the control group. The flexural resistance increased slightly for both materials in the T1 groups, the biggest increase occurring for SR Nexco[™] (14,9%). A substantial decrease on the flexural

resistance was noticed for both T2 groups, decreasing 53,1% for SR Nexco™ and 19,1% for Grandio®SO. The work of fracture of Grandio®SO increased for T1 (10,5%), but for group T2 a decrease was shown (25,8%). For SR Nexco™, the work of fracture does not seem to vary significantly in T1, decreasing a lot for T2 (73,2%). The coefficient of friction of Grandio®SO increased in both thermocycled groups, the maximum occurring for group T2 (0,87). On the contrary, the coefficient of friction of SR Nexco™ decreased with thermocycling, the minimum occurring for group T2 (0,79).

From this study, it is possible to conclude that SR Nexco™ is more affected by thermocycling than Grandio®SO, decreasing substantially more the mechanical properties of the specimens subjected to the second thermocycling conditions. The first thermocycling, in addition of not having degraded the composites in study, actually increased some of the studied properties, like SR Nexco™'s flexural resistance and static elastic modulus. Grandio®SO, in addition of having better mechanical properties, is less affected by thermocycling, which suggests that it will better withstand the stresses, both mechanical and thermal, it is subjected to, in the oral cavity. However, in this study, neither of the studied composites passed the condition imposed by ISO 4049, that demands a flexural resistance of at least 80 MPa, for a material to be used in posterior regions.

Keywords Resin Composite, Thermocycling, Hardness, Flexural Resistance, Elastic Modulus, Coefficient of Friction.

Índice

| | |
|--|------|
| Índice de Figuras | xi |
| Índice de Tabelas | xiii |
| Simbologia e Siglas | xv |
| Simbologia..... | xv |
| Siglas | xvi |
| 1. Introdução..... | 1 |
| 2. Revisão Bibliográfica | 3 |
| 2.1. Evolução dos Materiais de Restauração Dentária..... | 4 |
| 2.2. Compósitos Dentários..... | 5 |
| 2.2.1. Matriz Orgânica..... | 5 |
| 2.2.2. Partículas de Reforço..... | 6 |
| 2.2.3. Agente Acoplador..... | 7 |
| 2.3. Classificação de Compósitos | 7 |
| 2.4. Propriedades de Compósitos..... | 11 |
| 2.4.1. Propriedades Mecânicas | 11 |
| 2.4.2. Propriedades Tribológicas | 13 |
| 2.5. Efeito da Temperatura | 15 |
| 2.6. Tratamentos de Envelhecimento..... | 16 |
| 2.6.1. Termociclagem | 17 |
| 3. Materiais, Equipamentos e Procedimentos..... | 19 |
| 3.1. Materiais | 19 |
| 3.1.1. Produção dos Provetes..... | 20 |
| 3.1.2. Termociclagem | 21 |
| 3.2. Procedimentos e Equipamentos | 22 |
| 3.2.1. Ensaio Mecânicos | 22 |
| 3.2.4. Ensaio Tribológico | 32 |
| 3.3. Ferramentas Complementares..... | 36 |
| 4. Análise e Discussão de Resultados..... | 37 |
| 4.1. Ensaio Preliminares..... | 37 |
| 4.2. Discussão de Resultados | 40 |
| 4.2.1. Ensaio de Vibração Induzida por Excitação por Impulso | 40 |
| 4.2.2. Ensaio de Flexão em Quatro Pontos..... | 41 |
| 4.2.3. Microdureza..... | 45 |
| 4.2.4. Ensaio de Indentação Deslizante..... | 47 |
| 5. Conclusões..... | 53 |
| REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 55 |
| ANEXO A | 59 |
| ANEXO B | 61 |
| ANEXO C | 67 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 2.1. Dente humano – adaptação do original [3]. | 3 |
| Figura 3.1. Forno “Digitheat” | 23 |
| Figura 3.2. Exemplo de uma frequência fundamental obtida pelo programa OriginPro [®] 8.. | 24 |
| Figura 3.3. Máquina de Testes Universal Shimadzu Autograph AG-X. | 25 |
| Figura 3.4. Câmara de controlo de temperatura: (a) fechada; (b) aberta. | 27 |
| Figura 3.5. Controlador de Temperatura, EKC 102 ^a . | 27 |
| Figura 3.6. Durómetro Struers Duramin. | 29 |
| Figura 3.7. Montagem utilizada no ensaio de microdureza: (a) vista frontal; (b) vista lateral. | 30 |
| Figura 3.8. Esquema da montagem do ensaio de microdureza. | 31 |
| Figura 3.9. Solução condutora da marca Fisher Elektronik. | 32 |
| Figura 3.10. CNC utilizado nos ensaios de indentação deslizante. | 33 |
| Figura 3.11. Montagem utilizada no ensaio de indentação deslizante – adaptação do original [43]. | 34 |
| Figura 3.12. Força de atrito e força normal de GC, em função do deslocamento. | 34 |
| Figura 3.13. Relação entre força normal e força de atrito de GC, com coeficiente de atrito de 0,82. | 35 |
| Figura 3.14. Microscópio electrónico de varrimento Philips XL30 TMP. | 36 |
| Figura 4.1. Temperatura superficial de um provete quando exposto a um banho de água a 55°C, durante 60 segundos. | 38 |
| Figura 4.2. Temperatura superficial de um provete em relação ao tempo: (a) em banho de água a 5°C; (b) em banho de água a 55°C. | 38 |
| Figura 4.3. Microdureza do provete GT_19 em MPa, à temperatura ambiente $\approx 25^{\circ}\text{C}$: (a) Média; (b) Desvio Padrão. | 39 |
| Figura 4.4. Microdureza do provete GT_19 em MPa, à temperatura de $\approx 37^{\circ}\text{C}$: (a) Média; (b) Desvio Padrão. | 39 |
| Figura 4.5. Comparação entre o módulo de elasticidade do SR Nexco TM e do Grandio [®] SO. | 43 |
| Figura 4.6. Observação do desgaste obtido para o Grandio [®] SO, aumentado 100x; a) GC; b) GT1; c) GT2. | 48 |
| Figura 4.7. Observação da microestrutura do Grandio [®] SO, grupo GC, aumentado 6400x. | 49 |

| | |
|--|----|
| Figura 4.8. Observação do desgaste obtido para o SR Nexco™; a) NC; b) NT1; c) NT2... | 51 |
| Figura 4.9. Observação do desgaste obtido para o grupo NT2, aumentado 500x. Observou-se deformação plástica no centro da marca de desgaste, e arrancamento nas bordas. | 52 |

ÍNDICE DE TABELAS

| | |
|---|----|
| Tabela 2.1. Classificação de compósitos dentários [5]..... | 8 |
| Tabela 3.1. Materiais de restauração em estudo e suas características, de acordo com o fabricante..... | 19 |
| Tabela 3.2. Grupos em que foram divididos os materiais em estudo..... | 21 |
| Tabela 3.3. Ensaio mecânicos realizados e propriedades retiradas..... | 22 |
| Tabela 3.4. Propriedades da Máquina de Testes Universal Shimadzu Autograph AG-X [40]. | 26 |
| Tabela 4.1. Valor médio do módulo de elasticidade dinâmico do SR Nexco™, com respectivo desvio padrão (DP). | 40 |
| Tabela 4.2. Valor médio do módulo de elasticidade dinâmico do Grandio®SO, com respectivo desvio padrão (DP). | 40 |
| Tabela 4.3. Valor médio do módulo de elasticidade estático, resistência à flexão e trabalho à fratura do SR Nexco™, com respectivo desvio padrão (DP)..... | 41 |
| Tabela 4.4. Valor médio do módulo de elasticidade estático, resistência à flexão e trabalho à fratura do Grandio®SO, com respectivo desvio padrão (DP)..... | 42 |
| Tabela 4.5. Valor médio da microdureza do SR Nexco™, com respectivo desvio padrão (DP). | 46 |
| Tabela 4.6. Valor médio da microdureza do Grandio®SO, com respectivo desvio padrão (DP). | 46 |
| Tabela 4.7. Valor médio do coeficiente de atrito do SR Nexco™. | 47 |
| Tabela 4.8. Valor médio do coeficiente de atrito do Grandio®SO. | 47 |

SIMBOLOGIA E SIGLAS

Simbologia

c_p – Capacidade calorífica a pressão constante

d – Largura do provete

d_{HV} – Média aritmética do comprimento das diagonais deixadas pelo indentador no provete

E – Módulo de Elasticidade

$E_{dinâmico}$ – Módulo de Elasticidade Dinâmico

$E_{estático}$ – Módulo de Elasticidade Estático

F_a – Força tangencial ou de atrito

f_t – Frequência fundamental

h – Coeficiente de transmissão de calor

k – Condutividade térmica

k – Constante da mola

L – Distância entre os rolos cilíndricos que suportam o provete, no ensaio de flexão em quatro pontos

l – Comprimento do provete

m – Massa do provete

N – Força Normal

P – Carga aplicada no provete, pelo indentador no ensaio de dureza ou pela amarra, no ensaio de flexão em quatro pontos

p – função dos resultados obtidos, utilizado para testar uma hipótese estatística

$S_{flexão}$ – Resistência à flexão

T_1 – Factor de correção da frequência fundamental, que considera as dimensões finitas do provete e o coeficiente de Poisson

t – Espessura do provete

$W_{fratura}$ – Trabalho à fratura dos provetes, no ensaio de flexão em quatro pontos

\bar{X} – Média

X_i – Valor atípico

Z – Parâmetro que relaciona a média, \bar{X} , e um valor atípico, X_i , com o desvio padrão, DP

δ – Deflexão do provete, no ensaio de flexão em quatro pontos

μ – Coeficiente de atrito

ρ – Massa volúmica

σ – Tensão normal

Siglas

ASTM – American Society for Testing and Materials (Sociedade Americana para Ensaios e Materiais)

CNC – Controlo Numérico Computacional

DP – Desvio Padrão

GC – Grandioso Controlo

GT1 – Grandioso Termociclado 1

GT2 – Grandioso Termociclado 2

HV – Hardness Vickers (Dureza Vickers)

ISO – International Standards Organization (Organização Internacional de Normalização)

MEV – Microscópio Electrónico de Varrimento

NC – Nexco Controlo

NT1 – Nexco Termociclado 1

NT2 – Nexco Termociclado 2

1. INTRODUÇÃO

Durante muitos anos o amálgama, foi o material de eleição para restaurações dentárias em zonas sujeitas a tensões elevadas devido à sua grande durabilidade, maleabilidade e óptimas propriedades mecânicas. No entanto, devido a problemas estéticos e ambientais, nos últimos anos o amálgama tem vindo a ser substituída por outro tipo de materiais [1, 2].

Uma alternativa válida ao amálgama em restaurações de dentes posteriores são as resinas compósitas. Possuem excelentes propriedades estéticas, conseguindo imitar a cor, brilho e textura natural dos dentes. São dos materiais mais utilizados em restaurações de dentes anteriores, sendo cada vez mais utilizados também em restaurações de dentes posteriores, onde estão sujeitos a elevadas tensões oclusais durante a mastigação. Apesar das suas propriedades mecânicas e resistência ao desgaste terem melhorado muito nos últimos anos, comparativamente ao amálgama são ainda muito inferiores, e continua presente a preocupação de que não sejam suficientemente boas para resistirem às tensões oclusais em dentes posteriores.

O ambiente complexo e agressivo da cavidade oral é o principal obstáculo à longevidade destes materiais. Estão sujeitos a ataques químicos, grandes variações de temperatura e de tensão, as quais vão desgastando e degradando o material. A fim de possuírem uma longevidade aceitável, necessitam de ter uma grande resistência ao desgaste e boas propriedades mecânicas.

O presente estudo foi efectuado em colaboração com a Faculdade de Medicina da Universidade de Coimbra e tem como objectivo avaliar o efeito da termociclagem nas propriedades mecânicas e tribológicas de dois compósitos de restauração dentária indireta, atualmente em comercialização, um nano-híbrido Grandio[®]SO (Voco, Cuxhaven, Alemanha) e um micro-particulado SR Nexco[™] (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Lichtenstein). A termociclagem é utilizada para simular as variações de temperatura a que os materiais de restauração estão expostos no ambiente oral.

Os ensaios escolhidos para avaliar as propriedades mecânicas destes materiais são: vibração induzida por excitação por impulso, flexão em quatro pontos e microdureza

Vickers. De maneira a avaliar as propriedades tribológicas, foi escolhido o “*scratch test*” ou, em português, ensaio de indentação deslizante. Todos os ensaios mecânicos foram realizados à temperatura operativa da boca ($\approx 37^{\circ}\text{C}$), num ambiente controlado. No final dos ensaios e observados os resultados obtidos, alguns provetes foram analisados num microscópio electrónico de varrimento (MEV).

Os principais óbices encontrados ao longo deste estudo foram a dificuldade de comparação de resultados, devido especialmente a dois aspectos, por um lado a grande variação dos parâmetros de termociclagem citados na literatura, e por outro o facto da sensibilidade térmica das propriedades mecânicas e tribológicas de compósitos dentários ser um tema pouco abordado nos artigos publicados. A maioria dos estudos é realizado à temperatura de laboratório e não reflete a influência da temperatura da boca.

Esta dissertação encontra-se dividida em cinco capítulos, sendo que o primeiro corresponde à introdução. O segundo capítulo consiste numa revisão bibliográfica, a fim de permitir um melhor enquadramento no tema em discussão. No terceiro capítulo são apresentados e descritos os materiais em estudo, os equipamentos utilizados, e finalmente os procedimentos dos ensaios realizados. No quarto capítulo são inicialmente analisados alguns estudos preliminares efectuados, seguindo-se a apresentação de resultados e a sua respetiva discussão. Finalmente, as principais conclusões são resumidas no quinto e último capítulo.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Os dentes são estruturas duras e esbranquiçadas presentes no maxilar e na mandíbula de seres vertebrados, como o ser humano.

São usados principalmente para cortar, prender e triturar os alimentos durante a mastigação, podendo ser usados para outros propósitos. No caso do ser humano, são importantes foneticamente, sendo essenciais para pronunciar palavras corretamente, e esteticamente, desenvolvendo um papel cada vez maior nas relações interpessoais [3].

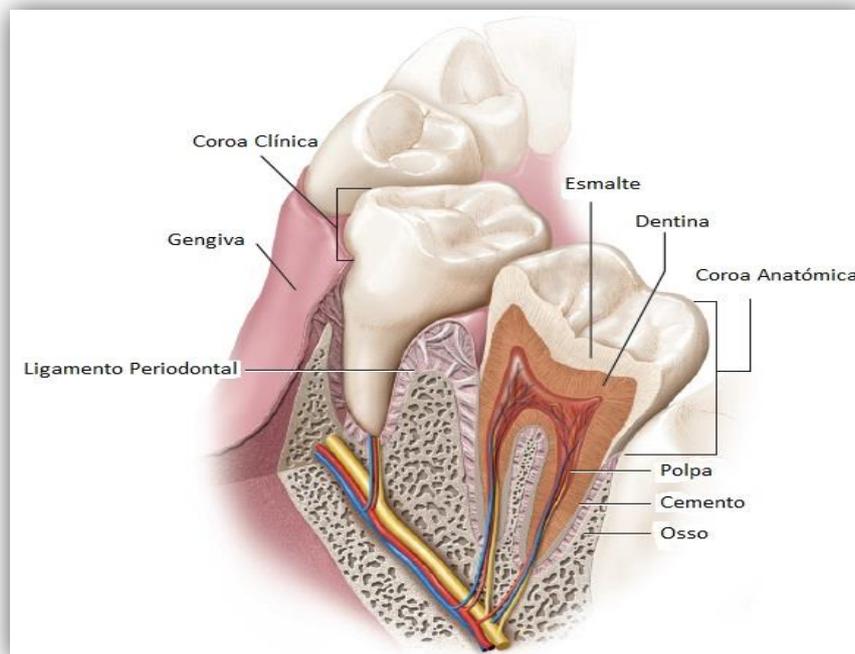


Figura 2.1. Dente humano – adaptação do original [3].

A parte visível do dente chama-se coroa. O dente está ligado ao maxilar ou à mandíbula através de uma ou mais raízes, que se encontram cobertas pela gengiva. A coroa dos dentes é constituída por duas camadas de tecidos calcificados duros, o **esmalte** e a **dentina**, que têm propriedades muito diferentes. O interior é constituído pela polpa.

O esmalte é uma camada altamente mineralizada e muito dura que envolve totalmente a coroa dos dentes, e os protege dos esforços mecânicos, nomeadamente do desgaste, e das condições ambientais da boca. A dentina envolve a polpa e é envolvida

pelo esmalte, e é responsável por dispersar os esforços aplicados ao esmalte, prevenindo a sua fratura, razão pela qual é constituída por um tecido mais flexível e resistente. A polpa é a parte central do dente onde estão os vasos sanguíneos e os nervos. A sua função principal é produzir dentina, e é responsável pela sensibilidade dentária.

2.1. Evolução dos Materiais de Restauração Dentária

Desde sempre que há a necessidade de restauração dentária. As patologias dentárias não se alteraram significativamente, mantendo-se muito similares ao longo da história [4]. Há relatos escritos de cáries, abscessos, dor e perda de dentes prematuramente entre civilizações antigas. Os Etruscos foram dos primeiros a reportar o tratamento de doenças dentárias (1000 a 660 anos a. C.) e desde então foram desenvolvidos muitos materiais para restauração dentária e técnicas para proteger os dentes [5]. A ciência da restauração dentária deu um grande salto em finais do século XIX graças ao aparecimento da **anestesia** e do **amálgama**, o que permitiu, pela primeira vez, a restauração de cavidades de forma rápida e económica [4].

Durante muitos anos o amálgama, uma liga de mercúrio, foi o material mais utilizado em restaurações dentárias devido à sua alta maleabilidade, durabilidade e ótimas propriedades mecânicas. No entanto, nas últimas décadas tem vindo a ser substituída por diferentes materiais, tanto por motivos estéticos como por motivos ambientais. Cada vez mais os pacientes exigem restaurações em que o material seja esteticamente idêntico aos dentes naturais [5].

Os materiais atualmente utilizados em restaurações dentárias podem ser divididos em quatro grupos: metais, cerâmicos, polímeros e compósitos. Apesar do recente progresso das propriedades físicas destes materiais, nenhuma restauração é permanente. Dentistas e cientistas de materiais continuam à procura de um material de restauração ideal [6].

A avaliação *in vivo* de materiais de restauração dentária é um processo caro, bastante complicado e que envolve grandes períodos temporais. A degradação de materiais de restauração dentária é um processo complexo onde coexistem diversos processos físicos e químicos que interagem entre si. É difícil perceber a contribuição de cada processo individual de desgaste na degradação dentária final e os resultados tendem a variar muito, uma vez que cada pessoa tem hábitos alimentares diferentes [5]. Como tal, estudos *in vitro*

são preferíveis [7], onde é possível controlar os parâmetros de teste, e estudar o efeito de cada processo individualmente. No entanto, é necessário complementar a avaliação *in-vitro* com uma avaliação *in-vivo* para perceber se o teste escolhido dá resultados válidos ou não.

2.2. Compósitos Dentários

Um **compósito** é um material formado por dois ou mais componentes, quimicamente distintos, combinados para produzir um material com propriedades intermédias ou superiores aos seus constituintes individuais. Os tecidos dentários duros, esmalte e dentina, são exemplos de compósitos naturais. Em medicina dentária, o termo compósito refere-se a um importante subgrupo de materiais de restauração dentária, constituídos por uma matriz orgânica, geralmente uma resina plástica polimérica altamente reticulada, reforçada por uma dispersão de partículas inorgânicas ligadas à matriz orgânica por um agente acoplador, habitualmente um silano.

Os primeiros compósitos comerciais apareceram na década de 60, especialmente depois de R. L. Bowen sintetizar o monómero Bisfenol A-Glicidil Metacrilato, mais conhecido por BisGMA, que ainda é dos monómeros mais utilizados [8]. Desde então, houve uma enorme evolução deste tipo de materiais.

2.2.1. Matriz Orgânica

A matriz orgânica é uma resina que tem como função incorporar as partículas de reforço. É constituída principalmente por monómeros que vão ser convertidos em polímeros durante o processo de polimerização, que pode ser feito utilizando luz, calor ou reagentes químicos. Devido à sua elevada massa molar (512g/mol), compósitos com matriz à base de BisGMA obtém uma polimerização mais rápida, contraindo menos. A desvantagem do BisGMA é que é altamente viscoso, tendo que ser utilizado em conjunto com um monómero com uma massa molar mais baixa, como, por exemplo, o Trietileno Glicol Dimetacrilato, TEGDMA (286g/mol), de maneira a reduzir a viscosidade, permitindo a admissão de partículas de reforço, e aumentando a maleabilidade do compósito.

Outros monómeros utilizados em conjunto ou para substituir o BisGMA são o Bisfenol A-Glicidil Metacrilato Etoxilado, BisEMA, e o Uretano Dimetacrilato, UDMA. O UDMA é menos viscoso que o BisGMA e não precisa de ser diluído por outro monómero de viscosidade mais baixa [9].

2.2.2. Partículas de Reforço

O efeito das partículas de reforço foi estudado extensivamente por vários investigadores e está bem estabelecido que as propriedades mecânicas e tribológicas de compósitos dentários estão intrinsecamente relacionadas com a concentração e tamanho destas partículas [3, 8, 9]. São partículas duras e inertes que têm como objectivo reforçar a matriz orgânica. Várias propriedades importantes como a dureza, a resistência à flexão e o módulo de elasticidade são incrementadas pela adição de partículas de reforço [3, 5, 10]. À medida que se aumenta a percentagem de partículas de reforço, a percentagem de matriz orgânica diminui, consequentemente diminuindo a contração durante o processo de polimerização.

As partículas de reforço predominantes nos compósitos dentários modernos são: partículas de vidro contendo metais como por exemplo bário e alumínio que, para além de melhorarem as propriedades físicas do compósito, ainda o tornam radiopaco ao absorverem os raios-x, partículas vitrocerâmicas, como por exemplo zircónia e alumina, partículas de sílica (dióxido de silício/silicone) pirogénica e coloidal, copolímeros e pré-polímeros, que são essencialmente material compósito pré-polimerizado moído, de tamanho entre 10 μm e 30 μm [12].

Partículas de tamanhos diferentes têm vantagens e desvantagens [13]. A morfologia destas partículas influencia a capacidade de carga, orientação e distribuição das partículas na matriz. Partículas de forma esférica permitem maior fracção total de partículas de reforço e melhoram a resistência à fratura, uma vez que as tensões mecânicas tendem a concentrar-se nos ângulos e protuberâncias das partículas [14].

Teoricamente, só é preciso aumentar a quantidade de partículas de reforço para se obterem melhores propriedades mecânicas. No entanto, é preciso ter em conta outros parâmetros como, por exemplo, a componente estética, a capacidade de polimento, a maleabilidade e a contração durante o processo de polimerização.

2.2.3. Agente Acoplador

O agente acoplador é o componente que promove a adesão entre a matriz orgânica e as partículas de reforço. A formação de uma ligação covalente forte entre as partículas de reforço inorgânicas e a matriz orgânica é essencial para obter boas propriedades mecânicas e tribológicas em compósitos dentários. Esta ligação é conseguida revestindo as partículas de reforço com um agente acoplador, vulgarmente um silano, que possui grupos funcionais para ligar quimicamente as partículas e a matriz.

Para além de matriz, partículas de reforço e agente acoplador, os compósitos dentários são ainda constituídos por aditivos: pigmentos, iniciadores, co-iniciadores, inibidores de polimerização e foto-estabilizadores.

2.3. Classificação de Compósitos

Os compósitos dentários podem ser divididos em compósitos de **restauração direta**, se a restauração for feita e polimerizada diretamente na boca, ou de **restauração indireta**, se o material de restauração for fabricado e tratado externamente (geralmente chamados de compósito de laboratório [15]).

Os compósitos de restauração direta são ideais para pequenas restaurações. A sua qualidade depende do operador e contraem mais durante a polimerização, o que tem como consequência uma maior micro-infiltração. Os compósitos de restauração indireta são indicados para restaurações de tamanho médio (*“inlays”*, *“onlays”*, *“outlays”*, facetas e coroas), e são sujeitos a processos de cura melhores e mais complexos, que não podem ser realizados diretamente na boca do paciente. Permitem contornos interproximais superiores e maior potencial para gerar formas anatomicamente apropriadas. Contraem menos durante o processo de polimerização e possuem propriedades físicas superiores [14, 15]. Oferecem uma alternativa esteticamente aceitável aos materiais cerâmicos [16] apesar de possuírem propriedades mecânicas consideravelmente inferiores, permitindo suplementar ou complementar restaurações cerâmicas nalgumas situações clínicas [15].

Os compósitos dentários são geralmente classificados de acordo com o tipo e o tamanho das partículas de reforço. Na Tabela 2.1 estão distribuídos os compósitos em seis grupos principais e são indicadas as suas aplicações.

Tabela 2.1. Classificação de compósitos dentários [5].

| Classe do compósito | Partícula | | Aplicação clínica |
|---------------------|--------------------------------------|---|--|
| | Tamanho | Distribuição | |
| Tradicional | Grandes | 1 - 50 μm vidro | Áreas de elevada tensão |
| Híbridos | Grandes | 1 - 20 μm vidro 0,04 μm sílica | Áreas de elevada tensão que requerem melhoria de polimento |
| | Médio-particulado | 0,1 - 20 μm vidro 0,04 μm sílica | Áreas de elevada tensão que requerem melhoria de polimento |
| | Médio-particulado / pequenas | 0,1 - 2 μm vidro 0,04 μm sílica | Áreas de tensão moderada que requerem polimento ideal |
| Híbrido compactável | Médio-particulado / mini-particulado | Híbrido médio-particulado / mini-particulado, com pouca fração de enchimento | Situação que requer melhoria da condensabilidade |
| Compósito fluido | Médio particulado | Híbrido médio-particulado, mas com distribuição de tamanho de partículas mais fina | Situação em que melhorar o fluxo é necessário e / ou onde o acesso é difícil |
| Homogêneo | Micro-particulado | 0,04 μm sílica | Áreas sub-gengivais e de reduzida tensão que requerem brilho e polimento |
| Heterogêneo | Micro-particulado | 0,04 μm sílica Partículas de resina pré-polymerizada contendo 0,04 μm sílica | Áreas sub-gengivais e de reduzida tensão onde é necessário reduzir a contração |

Compósitos tradicionais: também referidos como convencionais ou macro-particulados são constituídos por grandes partículas de reforço, sendo o quartzo e a sílica amorfa, finamente moída, os materiais de reforço mais usados. Os primeiros compósitos comerciais, que apareceram nos anos 60, eram deste tipo. Atualmente quase desapareceram porque têm muitas desvantagens comparando com os compósitos mais recentes. São caracterizados por uma grande dispersão no tamanho das partículas de reforço, que variam entre 1 - 50 μm . Devido à inclusão de partículas tão grandes, o acabamento superficial é pobre e podem ser removidas partículas inteiras durante o processo de polimento.

Compósitos micro-particulados: Compósitos introduzidos nos anos 70, com o objectivo de refinar o componente estético. Contém aglomerados de partículas de sílica pirogénica com um tamanho médio de 0,04 μm , ou seja, 200 a 300 vezes menor do que o tamanho médio das partículas em compósitos tradicionais, obtidas através de pirólise por chama de tetracloreto de silício [18]. Apresentam superfícies lisas e com muito boa capacidade de polimento.

Estes compósitos não podem ter uma carga de partículas de reforço muito elevada, porque partículas muito pequenas aumentam a área disponível para um determinado volume de reforço, consequentemente aumentando imenso a viscosidade do material. De maneira a aumentar a carga de reforço deste tipo de compósitos, são adicionadas à matriz orgânica partículas pré-polimerizadas obtidas polimerizando um monómero ao qual tinham sido incorporadas micropartículas e, estilhaçando e moendo o polímero obtido, obtêm-se partículas de tamanho entre 10 μm e 100 μm . Apesar de possuírem uma carga de reforço inorgânica bastante inferior aos compósitos tradicionais, não vão contrair tanto quanto seria de esperar. Como desvantagens, têm fracas propriedades mecânicas e a ligação entre partículas e matriz é relativamente fraca, facilitando o desgaste.

Compósitos nano-particulados: Compósitos disponíveis como **nano-híbridos** contendo partículas de vidro moídas (1 μm) e nano-partículas isoladas (40-50nm), e como **nano-particulados**, contendo partículas de reforço de dimensão nanométrica chamadas nanómeros, e aglomerados fracamente ligados destas partículas descritos como “*nanoclusters*” [19]. As partículas de reforço são revestidas por um agente acoplador que, para além de ligar a matriz orgânica às partículas de reforço inorgânicas, previne a agregação ou aglomeração de partículas. Os fabricantes afirmam que incluir nano-partículas em compósitos de resina permite a produção de materiais com carga de reforço superior e com melhores propriedades mecânicas e físicas, sem aumentar a sua viscosidade [18].

Compósitos híbridos: Oferecem propriedades estéticas intermédias mas propriedades mecânicas muito boas ao incorporarem partículas de tamanhos médios diferentes. Os primeiros híbridos eram compostos por partículas de tamanho médio grande (15-20 μm) e por uma pequena percentagem de agregados de partículas de sílica de tamanho médio pequeno (0,01-0,05 μm) que preenchem os vazios entre as partículas

maiores, melhorando tanto a resistência ao desgaste como a capacidade de polimento. Ao longo dos anos, a evolução das técnicas de moagem permitiu a produção de partículas de vidro cada vez menores, sendo atualmente possível produzir partículas de vidro de tamanho inferior a 1 μm , o que permite maior percentagem de partículas de reforço, resultando em ainda melhores propriedades mecânicas. Compósitos que incorporem partículas deste tamanho, juntamente com partículas de sílica de menor dimensão, são chamados **micro-híbridos**.

Avanços recentes na tecnologia de enchimento, particularmente a produção de partículas nanométricas através do processo sol-gel, permitiu a preparação de partículas de sílica que, ao serem revestidas *in situ*, não têm tendência para se agregarem. Compósitos que contenham este tipo de partículas, juntamente com as tradicionais partículas de vidro, chamam-se **nano-híbridos**.

Compósitos fluídos: A matriz orgânica deste tipo de compósito é diluída com uma maior percentagem de monómeros de baixa viscosidade e possuem um teor de carga ligeiramente reduzido, a fim de proporcionar a consistência adequada para permitir que o material se adapte uniformemente à cavidade e produza a forma dental desejada. Estes compósitos são o resultado da modificação dos compósitos híbridos e de partículas pequenas. Embora a redução de material inorgânico permita a sua baixa viscosidade, também os torna mais susceptíveis ao desgaste, para além de baixar as suas propriedades mecânicas. São indicados para aplicações em que é necessário um certo grau de adaptação.

Compósitos compactáveis: Também denominados compósitos condensáveis, são uma categoria especial dos compósitos híbridos. Oferecem alta viscosidade, tentando reproduzir as técnicas de colocação do amálgama.

Este tipo de compósito foi introduzido no mercado como solução para problemas como a contração, desgaste e manuseamento. Ao contrário dos compósitos fluidos, os compósitos compactáveis privilegiam monómeros de alta viscosidade e a carga de reforço é máxima. Esta categoria de compósitos à base de resina é relativamente resistente ao deslocamento durante a inserção.

2.4. Propriedades de Compósitos

Os compósitos dentários atuais possuem propriedades mecânicas adequadas para o uso em todas as áreas da boca, mas ainda existem algumas preocupações quando são colocados em zonas sujeitas a tensões altas, especialmente em pacientes que sofram de bruxismo ou de hábitos parafuncionais. As principais preocupações são relativas à fratura e ao desgaste da restauração [15, 18].

Devido à falta de normas internacionais específicas para materiais de restauração dentária, é essencial estabelecer que propriedades são fundamentais para caracterizar os materiais compósitos. As propriedades mais importantes na caracterização de compósitos dentários são as **propriedades mecânicas e tribológicas** [5].

2.4.1. Propriedades Mecânicas

No ambiente oral, os compósitos são expostos a muitos desafios mecânicos que podem causar deformações. As propriedades mecânicas dos compósitos determinam a sua capacidade para enfrentar estas solicitações. Têm que ser consideradas colectivamente porque nenhuma propriedade mecânica sozinha pode dar a conhecer uma verdadeira medida de qualidade ou desempenho [4]. Adicionalmente, melhorar uma destas propriedades pode comprometer outra. São altamente dependentes da quantidade, da qualidade e do tamanho das partículas de reforço.

Na literatura, as propriedades mecânicas mais estudadas para compósitos são: a resistência à flexão, a dureza, o módulo de elasticidade e a tenacidade. Muitas destas propriedades estão relacionadas, e perceber as relações entre elas e o comportamento físico do material permite desenvolver testes que relacionem estas propriedades com o desempenho clínico do material de restauração.

Resistência à flexão: é definida como a capacidade que um material frágil tem para resistir à deformação quando sujeito a uma tensão aplicada. Representa a tensão máxima experienciada pelo material no momento da fratura e é normalmente medida através de ensaios de flexão em três ou quatro pontos.

Os ensaios de flexão são projetados para considerar a combinação de vários tipos de tensões simultaneamente: tração na parte inferior do provete e compressão na parte superior do provete. No geral, através de ensaios de flexão em três pontos, obtém-se

valores mais altos quando comparado com flexão em quatro pontos, porque neste último ensaio existe uma probabilidade elevada de existir um maior número de falhas sujeitas a esforços elevados, resultando numa resistência aparentemente menor, mas numa menor dispersão de resultados.

Pedro Antunes observou, na sua tese de doutoramento [5], que os valores obtidos para esta propriedade diminuem com o aumento da quantidade de partículas de reforço, mas, para igual fracção volúmica de partículas de reforço, aumenta com o aumento da dimensão destas partículas.

Os resultados dos testes de flexão de materiais frágeis dependem fortemente da qualidade dos provetes. A qualidade das superfícies e das arestas é determinante para prevenir a ocorrência de fraturas prematuras [11].

Trabalho à fratura: É um parâmetro global de tenacidade e corresponde à energia requerida para fracturar o material, por unidade de área. É uma das três propriedades que se conseguem obter a partir de ensaios de flexão, sendo as outras: o módulo de elasticidade estático e a resistência máxima à flexão. O trabalho à fratura corresponde à integração da curva tensão-deformação, dividido pela secção transversal do provete. Antunes *et al.* [21] observaram que esta propriedade diminui exponencialmente com o aumento da fracção volúmica de partículas de reforço.

Módulo de elasticidade: Descreve a rigidez relativa de um material, e é medido através da inclinação da região elástica do diagrama tensão-deformação. É uma propriedade extensiva e pode ser medida estaticamente, através de ensaios de flexão em três ou quatro pontos, e dinamicamente, utilizando a técnica de vibração induzida por excitação por impulso. Aumenta com o aumento da fracção volúmica das partículas de reforço [5].

O ensaio dinâmico é o mais indicado para materiais compósitos por causa das suas propriedades visco-elásticas, pois permite determinar tanto a resposta elástica como a viscosa num único teste [22]. O módulo de elasticidade medido dinamicamente é geralmente mais elevado que o medido estaticamente porque o comportamento dos materiais visco-elásticos é altamente dependente da velocidade de deformação. O comportamento elástico é predominante em gamas de velocidade de deformação baixas e, à medida que a velocidade de deformação aumenta, o contributo da resposta viscosa é maior, aumentando o valor do módulo de elasticidade medido [23].

Tem um papel muito importante nas tensões geradas na interface de adesão dos compósitos dentários. Idealmente, o módulo de elasticidade destes materiais deve ser próximo do da dentina e/ou do esmalte, permitindo uma melhor distribuição das tensões provocadas pela mastigação através da interface restauração – dentina/esmalte. O módulo de elasticidade do esmalte, 94 GPa, é muito elevado e dificilmente pode ser reproduzido por compósitos de resina, portanto o módulo de elasticidade da dentina, 19 GPa, é considerado a norma para compósitos [10].

A propriedade em que os compósitos dentários são mais diferentes do amálgama é o módulo de elasticidade, sendo que o do amálgama é muito superior. Um material com módulo de elasticidade baixo dá origem a deformações superiores, especialmente nas superfícies oclusais submetidas a altas tensões durante a mastigação, aumentando a possibilidade de ocorrerem fraturas [24].

Dureza: Pode ser definida como a resistência à indentação superficial permanente ou seja, a resistência à deformação plástica. O facto de estar intimamente ligada à resistência ao desgaste abrasivo, leva a que a dureza represente a facilidade de polimento de uma restauração e a sua resistência à formação de riscos em serviço [4].

Os métodos mais comuns de medir a dureza de materiais de restauração dentária são os ensaios de dureza Vickers e Knoop. Dependem ambos da penetração de um pequeno indentador na superfície do material e, relativamente à carga aplicada, podem ser classificados em testes de macro-dureza se a carga for superior a 1kgf, e em testes de microdureza se a carga for inferior a 1kgf. Testes de microdureza são os mais utilizados em compósitos dentários. Os testes diferem na carga, geometria, dimensão e material do indentador, que vai deixar uma marca no compósito, que pode ser medida utilizando um microscópio. A deformação plástica causada pelo indentador pode ser calculada dividindo a carga aplicada pela área superficial projetada da indentação, que varia inversamente com a dureza do material ou seja, materiais mais duros deixam marcas menores.

2.4.2. Propriedades Tribológicas

A tribologia é o ramo da ciência que estuda a interação entre superfícies em movimento relativo, o que inclui o estudo do: atrito, lubrificação e **desgaste**.

O desgaste pode ser descrito como a perda de material devido ao contacto de dois ou mais materiais em movimento relativo. Na cavidade oral, o desgaste altera a

anatomia original do dente/restauração e pode ser provocado por factores fisiológicos (atrimento durante a mastigação), patológicos (bruxismo) e profiláticos (abrasão causada durante a escovagem dos dentes [25]). É desejado até certo ponto no procedimento de acabamento superficial de restaurações dentárias.

Múltiplos processos ocorrem simultaneamente com o desgaste. Como consequência, o seu estudo e avaliação não é tarefa simples, pois é muito difícil reproduzir todos os factores que para ele concorrem [5]. O desgaste pode ser abrasivo, adesivo, corrosivo e de fadiga.

Abrasivo: desgaste provocado pela interação mecânica de superfícies sólidas em zonas de irregularidades superficiais ou rugosidades. Pode ser classificado em abrasão a dois corpos, que ocorre na boca quando há contacto entre dentes, e em abrasão a três corpos, que ocorre quando há uma mistura abrasiva, como por exemplo partículas de comida, entre as duas superfícies dentárias, não havendo contacto direto entre os dentes durante a mastigação. A abrasão é o principal responsável pelo desgaste dentário durante a mastigação.

Adesivo: quando duas superfícies unidas se movimentam, o atrimento entre elas promove a transferência de material entre as superfícies.

Fadiga: quando uma superfície desliza em contacto com outra, há uma zona de compressão no material à frente do movimento e uma zona de tração atrás do movimento. A repetição de ciclos deste tipo pode provocar fissuras, que ao se propagarem podem produzir detritos e causar abrasão a três corpos.

Corrosivo: resulta da ação conjunta de forças mecânicas e químicas e é associado à remoção mecânica de camadas corroídas que se formam na superfície do material de restauração, por reação com o ambiente oral.

2.4.2.1. Desgaste em Compósitos

O desgaste é uma das principais causas de falha de restaurações de compósitos em dentes posteriores. Para garantir uma longevidade adequada destes materiais, é necessário perceber que propriedades físicas influenciam o comportamento ao desgaste, permitindo a produção de compósitos com uma boa resistência ao mesmo [5].

A resistência ao desgaste é influenciada por diversos parâmetros. O tamanho, morfologia e a dureza das partículas de reforço, a qualidade da ligação entre as partículas e

a matriz, e o efeito da polimerização, influenciam o comportamento ao desgaste [25]. A rugosidade superficial, associada a um acabamento e polimento inadequados podem resultar numa maior acumulação de placa bacteriana e maior desgaste [8]. Estudos demonstram que o desgaste é controlado por processos de deformação plástica, e que a resistência ao desgaste aumenta com o aumento dos parâmetros de tenacidade, como a resistência à fratura [15, 18, 23] e o trabalho à fratura [13].

Heintze *et al.* [25] observou que materiais com volume elevado de partículas de reforço resistem melhor ao atrito. As rugosidades do material antagonista embatem numa superfície constituída por um elevado número de partículas duras, responsáveis por dificultar a remoção de material. No entanto, o aumento do tamanho das partículas de reforço, para além de potencialmente aumentar o tamanho dos detritos removidos durante o processo de desgaste, pode provocar um aumento do coeficiente de atrito, consequentemente aumentando as forças de contato [26], promovendo o desgaste.

Um teste tribológico bastante comum para determinar a resistência ao desgaste abrasivo de compósitos dentários é o ensaio de indentação deslizante, que consiste em deslizar um indentador ao longo da superfície do provete com uma força normal definida, que em muitos casos aumenta linearmente ao longo do teste. Palaniappan *et al.* [27] observaram que a correlação entre ensaios de indentação deslizante *in-vitro* e o desgaste obtido *in-vivo* é muito elevada, validando a hipótese que, a partir deste tipo de teste, é possível perceber se o material em estudo tem uma boa resistência ao desgaste.

Para coeficientes de atrito altos, as falhas ocorrem principalmente na superfície, por deformação plástica ou por arrancamento de partículas de reforço da matriz [5].

2.5. Efeito da Temperatura

É importante que a gama de temperaturas usadas para testar os materiais *in-vitro* seja a apropriada e que reflita as condições térmicas intraorais registadas *in-vivo* [28]. Os compósitos de resina têm propriedades visco-elásticas, isto é, não se comportam nem como um sólido perfeitamente elástico nem como um material completamente viscoso. Quando são deformados pela aplicação de uma tensão armazenam uma porção da energia dentro do material (resposta elástica) e dissipam o resto como calor (resposta viscosa).

Quando a tensão é removida, a componente elástica do material retorna para a sua forma original, enquanto a componente viscosa do material é deformada permanentemente. Os parâmetros mais importantes na determinação do comportamento elástico e viscoso de um material são a temperatura e a velocidade de deformação [22].

Vários estudos demonstram a importância da temperatura nas propriedades físicas de compósitos. A. Ramalho *et al.* [13] estudaram o efeito da temperatura no módulo de elasticidade dinâmico e estático, na resistência à flexão, no trabalho à fratura, na dureza e no desgaste de compósitos comerciais, um nano-particulado, um micro-particulado e um híbrido, e concluíram que todas as propriedades mencionadas anteriormente variam consideravelmente com a temperatura de ensaio. Um aumento de temperatura teve como consequência uma redução linear da dureza, da resistência à flexão e do módulo de elasticidade, enquanto que o trabalho à fratura foi máximo entre as temperaturas 10°C e 30°C, obtendo valores bastante menores às temperaturas de 5°C e 50°C. A resistência ao desgaste mínima registrada ocorreu à temperatura nominal corporal. Papadogiannis *et al.* [29] e Sideridou *et al.* [22] também demonstraram a influência da temperatura nas propriedades de compósitos, diminuindo o módulo de elasticidade com o aumento de temperatura. Musanje e Darvell [30] afirmam que as propriedades determinadas a temperaturas diferentes de 37°C, são inadequadas para descrever o comportamento do material em serviço. No entanto, a maioria dos testes a compósitos dentários comerciais encontrados na literatura são feitos normalmente à temperatura ambiente (21-25°C), e, mais raramente, à temperatura nominal corporal ($\approx 37^\circ\text{C}$).

2.6. Tratamentos de Envelhecimento

Os materiais de restauração dentária estão sujeitos a ataques químicos, térmicos e mecânicos na cavidade oral. É importante perceber como a ingestão de comida e bebida afeta as propriedades físicas deste tipo de materiais. Os tratamentos de envelhecimento têm como objectivo simular o efeito das condições intraorais nos materiais de restauração dentária. O tipo de tratamento de envelhecimento mais comum é armazenar o material em estudo num líquido que simule a saliva, normalmente água ou uma mistura de água com etanol. Está bem estabelecido que a exposição de compósitos de resina a ambientes aquosos baixa as suas propriedades mecânicas [31].

Os fatores que influenciam a velocidade de degradação de compósitos são: tempo de envelhecimento, tipo de líquido utilizado e seu pH, tipo de agente acoplador, composição química, hidrofiliçidade da matriz orgânica e composição das partículas de reforço [16, 32]. A degradação causada pelo envelhecimento pode ser atribuída a uma suavização da matriz orgânica causada pelo efeito de plastificação provocado pela água, à quebra por hidrólise da ligação silanada entre matriz e partículas de reforço e à deterioração das partículas de reforço [5, 33].

Uma ligação silanada ineficaz entre matriz e partículas de reforço, acelera a degradação *in vivo* do material. Se houver uma quebra da interface matriz – partículas, as tensões desenvolvidas sobre carga não se vão distribuir uniformemente através do material, e, como resultado, vão ocorrer defeitos estruturais na interface que podem causar micro-fracturas.

2.6.1. Termociclagem

A termociclagem é um processo de envelhecimento bastante utilizado para estudar o comportamento de materiais de restauração dentária. O seu objetivo é simular as variações de temperatura a que os materiais de restauração estão sujeitos. Consiste em sujeitar o material a ciclos consecutivos de aquecimento e arrefecimento em banhos num líquido, normalmente água destilada. O material tem tendência a contrair durante o arrefecimento e a expandir durante o aquecimento. A diferença entre o coeficiente de expansão térmica da matriz orgânica e das partículas de reforço inorgânicas pode provocar tensões mecânicas elevadas [16], promovendo a micro-infiltração e fraturas por fadiga [35].

Gale e Darvell [28] analisaram 130 estudos onde este tipo de tratamento de envelhecimento foi utilizado. Morretsi *et al.* [36] analisaram 193 estudos, realizados entre 1998 e Agosto de 2013, onde a termociclagem foi aplicada. Ambos os estudos concluíram que é impossível comparar resultados e que é necessário um regulamento que normalize este processo.

A termociclagem é um processo controverso. A grande variação de resultados pode ser explicada pelas diferentes **temperaturas, tempos de permanência e número de ciclos**.

A norma ISO 11405-94 recomenda que sejam feitos 500 ciclos de termociclagem entre 5°C e 55°C, com um tempo de permanência superior a 20 segundos. Gale e Darvell [28] propõem um regime de 10000 ciclos de termociclagem entre 35°C (28s), 15°C (2s), 35°C (28s), e 45°C (2s). No entanto, Morretsi *et al.* [36] observaram que a maioria dos investigadores escolhe os seus próprios parâmetros, sendo que a gama de temperaturas de termociclagem entre 5°C e 55°C foi a mais utilizada.

O tempo de permanência corresponde ao tempo de imersão da amostra nos banhos. Os tempos de permanência mais comuns na literatura são 10s, 15s, 30s, 55s, 60s, 2 min e 3 min [36]. Amaral *et al.* [37] sugerem tempos de permanência de 10s ou 15s, justificando que os pacientes não toleram contacto com substâncias a temperaturas extremas durante longos períodos de tempo.

O maior problema consiste em estimar o número de ciclos térmicos que correspondem a um ano de envelhecimento na cavidade oral [36]. Gale e Darvell [28] sugerem que 10 000 ciclos correspondem a um ano de funcionamento clínico.

Göhring *et al.* [16] estudaram o efeito da termociclagem em compósitos com diferentes: matrizes, partículas de reforço e métodos de polimerização, e relataram que depois de 3000 ciclos de termociclagem em água entre 5°C e 50°C ocorria uma diminuição geral da resistência à flexão, excepto em compósitos reforçados com fibra de vidro. A temperatura do provete atingiu a temperatura da água ao fim de um minuto de imersão. Os compósitos reforçados com fibra de vidro não foram afetados pela termociclagem nem pelo armazenamento em água.

Janda *et al.* [38] testaram o efeito de 5000 ciclos de termociclagem entre 5°C e 55°C em compósitos híbridos, compactáveis, cerâmicos modificados organicamente, compómeros e compósitos fluidos, e observaram uma diminuição da resistência à flexão em todos, sendo contudo significativa apenas para dois dos doze compósitos estudados. O módulo de elasticidade não variou significativamente com a termociclagem. Concluíram que os compósitos modernos se comportaram muito bem antes e depois da termociclagem.

3. MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E PROCEDIMENTOS

Este capítulo encontra-se dividido em duas partes. Na primeira são descritos os materiais em estudo. Na segunda parte, são relatados os procedimentos seguidos e os equipamentos utilizados.

3.1. Materiais

Os materiais em estudo nesta dissertação são: um nano-híbrido Grandio[®]SO (Voco, Cuxhaven, Alemanha) e um micro-particulado SR Nexco[™] (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Lichtenstein). Uma lista das suas propriedades é dada na Tabela 3.1, de acordo com os fabricantes [10, 16].

Tabela 3.1. Materiais de restauração em estudo e suas características, de acordo com o fabricante.

| Designação comercial | Fabricante | Matriz | Partículas de reforço | | Volume / Peso (%) | Lote |
|-------------------------|--|---------------------------------------|--|---|-------------------|---------|
| | | | Tipo | Dimensão | | |
| Grandio [®] SO | Voco, Cuxhaven, Alemanha | BisGMA, BisEMA, TEGDMA | Partículas de vidro cerâmicas, partículas de sílica, pigmentos (óxido de ferro, dióxido de titânico) | Micro partículas (1 µm) Nano partículas (20-40 nm) | 73 / 89 | 1311183 |
| SR Nexco [™] | Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Lichtenstein | UDMA, dimetacrilatos alifáticos | Partículas de sílica, copolímero, catalisadores, estabilizadores e pigmentos | Partículas de sílica (10-50 nm) Copolímero (-) | * | S03895 |

* O SR Nexco™ é um compósito micro-particulado heterogêneo, sendo que as partículas de reforço predominantes (62,9%) consistem num copolímero moído, à base de UDMA, na qual foram introduzidas micro-partículas inorgânicas. Para além de copolímero moído, o SR Nexco™ contém ainda partículas de sílica (19,8%) [12].

3.1.1. Produção dos Provetes

Os provetes utilizados neste trabalho foram produzidos introduzindo o material num molde de silicone num único incremento, compactando-o de seguida com recurso a uma espátula. Ambas as superfícies do molde foram cobertas por uma placa de vidro, de modo a permitir ao material em excesso sair do molde, produzindo superfícies mais suaves. Os provetes foram polimerizados em ambas as superfícies, com recurso a uma unidade de polimerização de luz halogénea Bluephase®(Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) com uma intensidade de $1500 \text{ mW/cm}^2 \pm 10\%$ durante 40 segundos, 3 vezes em cada superfície. A intensidade da luz de cura foi verificada por um radiómetro Bluephase® (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein). Para garantir uma polimerização completa, os provetes foram, por fim, colocados num forno Lumamat® 100 (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein).

Os provetes foram sujeitos a um tratamento superficial de polimento manual com lixa de carboneto de silício (SiC) com granulometria decrescente (320, 600, 1000, 2500), com passagem contínua de água, utilizando a máquina LaboPol-5 (Struers A/S, Ballerup, Denmark), de maneira a reduzir a sua rugosidade. Uma vez que as amostras foram obtidas por moldagem, o excesso de material teve de ser removido para se obter um tamanho uniforme dos provetes. Durante o processo de acabamento superficial, quando era alterada a lixa, o provete era rodado aproximadamente 90° a fim de eliminar as marcas criadas pela lixa anterior. Utilizou-se um ultrassom onde as impurezas foram removidas e secaram-se os provetes com um jacto de ar. Por fim, utilizando um microscópio óptico, inspecionaram-se os provetes à procura de marcas de direccionalidade na superfície.

3.1.2. Termociclagem

Quarenta provetes paralelepípedicos de dimensões 40 mm de comprimento, 6 mm de largura e 3 mm de espessura foram produzidos para cada material. Foram divididos em três grupos: um grupo de controlo não termociclado e dois grupos sujeitos a termociclagens com parâmetros diferentes. A termociclagem foi feita na Faculdade de Medicina da Universidade de Coimbra. Na Tabela 3.2 estão representados os grupos em que foram divididos os provetes, em que N designa o compósito SR Nexco™, G o compósito Grandio®SO, C para controlo e T1 e T2 as termociclagens 1 e 2, respetivamente.

Tabela 3.2. Grupos em que foram divididos os materiais em estudo.

| Grupos | Termociclagem | | | Nº Provetes |
|---------------------------------|---------------|----------------------|----------------------|-------------|
| | Nº Ciclos | Tempo de Permanência | Gama de Temperaturas | |
| Controlo (NC e GC) | – | – | – | 10 |
| Termociclagem 1 (NT1 e GT1) | 1500 | 30 segundos | 5°C – 55°C | 20 |
| Termociclagem 2 (NT2 e GT2) | 5000 | 60 segundos | 5°C – 55°C | 10 |
| Total de provetes por material: | | | | 40 |

Inicialmente, apenas uma termociclagem (T1) havia sido feita. No entanto, foi verificado no início do estudo que a rugosidade superficial dos provetes termociclados não foi muito afetada. Deste modo, foi decidido que o grupo de controlo, de cada material, que inicialmente tinha 20 provetes, seria dividido ao meio e seria feita nova termociclagem (T2), desta vez mais severa, que garantisse que todo o provete seria afetado, e não só a sua superfície.

3.2. Procedimentos e Equipamentos

Nesta secção são descritos os procedimentos e os equipamentos utilizados nos ensaios mecânicos e no ensaio tribológico.

Os ensaios mecânicos realizados foram: vibração induzida por excitação por impulso, para obter o módulo de elasticidade dinâmico, flexão em quatro pontos para obter o módulo de elasticidade estático, a resistência à flexão e o trabalho à fratura e, por fim, um ensaio de microdureza Vickers. De maneira a avaliar o desgaste dos materiais em estudo, o ensaio tribológico escolhido foi o teste de indentação deslizante.

3.2.1. Ensaios Mecânicos

As dimensões médias (largura, comprimento e espessura) foram medidas 10 vezes para cada direção, para cada provete, utilizando um paquímetro digital Mitutoyo Co. (Kawasaki, Japão). Cada provete foi pesado numa balança de precisão A&D Semi-Micro Analytical Balance GH 202 (Tóquio 170-0013, Japão).

As propriedades estudadas foram: módulo de elasticidade dinâmico e estático, resistência à flexão, trabalho à fratura e dureza.

Tabela 3.3. Ensaios mecânicos realizados e propriedades retiradas.

| Propriedades | Testes | | |
|---------------------------------|--|----------------------------|------------------------|
| | Vibração Induzida por Excitação por Impulso | Flexão em Quatro Pontos | Microdureza Vickers |
| Módulo de Elasticidade Dinâmico | ✓ | ✗ | ✗ |
| Módulo de Elasticidade Estático | ✗ | ✓ | ✗ |
| Resistência à Flexão | ✗ | ✓ | ✗ |
| Trabalho à Fratura | ✗ | ✓ | ✗ |
| Dureza | ✗ | ✗ | ✓ |

3.2.1.1. Vibração Induzida por Excitação por Impulso

O método de excitação por impulso foi introduzido na avaliação de compósitos dentários por Braem *et al.* [39]. Este ensaio foi utilizado para obter o módulo de elasticidade dinâmico, de forma não destrutiva, de acordo com a norma ASTM C1259-13, à temperatura controlada de $37^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.

Os provetes são aquecidos num forno de secagem e esterilização Digitheat (Selecta, Barcelona, Espanha), a 40°C , e testados logo de seguida.



Figura 3.1. Forno “Digitheat”.

Este forno vem equipado com convecção natural, e a sua temperatura ambiente que pode variar de 5°C a 250°C , com uma precisão de $\pm 0,25^{\circ}\text{C}$ e com uma homogeneidade máxima de 100°C .

Cada provete é posto em vibração flexional livre com recurso a um leve impulso mecânico. Um extensómetro é colado à superfície do provete e mede o sinal da vibração flexional. Com recurso ao software OriginPro[®] 8, aplica-se a função Transformada Rápida de Fourier (FFT), para analisar a resposta do provete, e determina-se a frequência fundamental do primeiro modo próprio de vibração do material, Figura 3.2.

O módulo de elasticidade dinâmico, $E_{dinâmico}$, foi calculado como função da frequência fundamental do primeiro modo próprio de vibração utilizando a equação 3.2:

$$E_{dinâmico} = 0,9465 \left(\frac{mf_t^2}{d} \right) \left(\frac{l^3}{t^3} \right) T_1 \quad (3.2)$$

onde l e d correspondem, respectivamente, ao comprimento e largura do provete, t é a espessura, m é a massa e f_t é a frequência fundamental. T_1 é um factor de correção da frequência fundamental que considera as dimensões finitas do provete e o coeficiente de Poisson. Para o cálculo de T_1 , a relação entre comprimento e espessura do provete é muito importante. À medida que l/t decresce, a solução fica menos precisa. No caso dos provetes em estudo, a relação l/t é elevada. Deste modo, o fator de correlação, T_1 , calcula-se directamente pela equação 3.3, sem ocorrerem erros significativos. Quando na equação 3.2 as dimensões entram em mm, a massa em g e a frequência em Hz, obtém-se o módulo de elasticidade em Pa.

$$T_1 = 1 + 6,585 \left(\frac{t}{l} \right)^2 \quad (3.3)$$

Para cada provete, foram consideradas cinco aquisições do sinal de vibração para calcular o módulo de elasticidade dinâmico através do programa Microsoft Excel[®], utilizando a fórmula atrás mencionada. Os testes foram feitos à temperatura controlada de $37 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$, com uma frequência de aquisição de 21 kHz.

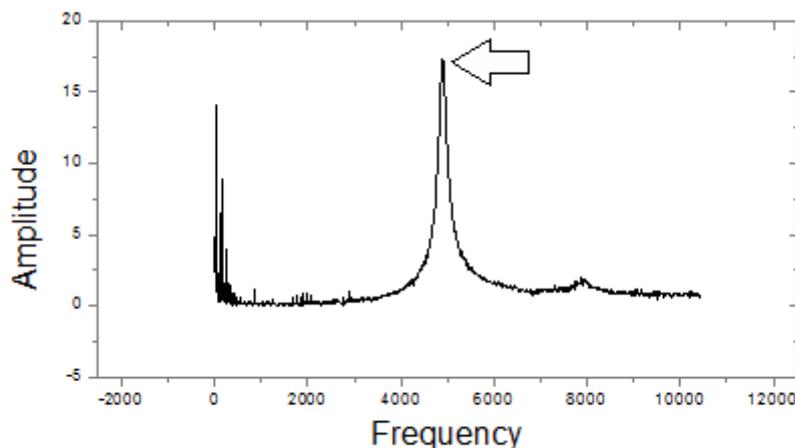


Figura 3.2. Exemplo de uma frequência fundamental obtida pelo programa OriginPro[®] 8.

3.2.1.1. Flexão em Quatro Pontos

Este ensaio foi realizado de acordo com a norma ASTM C1161-14, à temperatura controlada de $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, numa câmara de controlo de temperatura.

A máquina utilizada para fazer o ensaio de flexão em quatro pontos foi a Máquina de Testes Universal Shimadzu Autograph AG-X (Quioto, Japão), controlada por controlador digital.



Figura 3.3. Máquina de Testes Universal Shimadzu Autograph AG-X.

Permite desenhar os gráficos $\sigma - \delta$ em tempo real, e efetua a medição dos valores da força aplicada no provete, da tensão, e da deformação através do programa TRAPEZIUM X.

A força aplicada pode ir até 5000 N ($\pm 0,02\%$), e é aplicada através de uma amarra móvel, com um grau de liberdade, permitindo movimentos ascendentes e descendentes, com uma velocidade constante, entre 0,0005mm/min – 1000 mm/min ($\pm 0,1\%$). Quando se inicia o ensaio, a força aplicada no provete aumenta a uma taxa constante, e é medida através de uma célula de carga. A célula de carga é calibrada quando se liga o equipamento, antes do ensaio inicial.

Tabela 3.4. Propriedades da Máquina de Testes Universal Shimadzu Autograph AG-X [40].

| Modelo | Shimadzu Autograph AG-X |
|-------------------------------------|--------------------------------|
| Capacidade | 5000 N |
| Precisão da força medida | $\pm 0,02\%$ |
| Velocidade da amarra | 0,0005mm/min – 1000 mm/min |
| Velocidade de retorno máxima | 1500 mm/min |
| Precisão da velocidade da amarra | $\pm 0,1\%$ |
| Resolução do controlador de posição | 0,025 μm |
| Altura de teste efetiva | 1150 mm |
| Largura de teste efetiva | 420 mm |
| Precisão da posição da amarra | $\pm 0,1\%$ |
| Taxa de captura de dados | 5000 Hz |
| Taxa de análise de dados | 300 kHz |

De maneira a controlar a temperatura de ensaio, criou-se uma câmara de controlo de temperatura, Figura 3.4.

A câmara de controlo de temperatura consiste num cilindro revestido a alumínio, colocado a envolver as amarras da máquina e o provete a ensaiar. O cilindro encontrava-se seccionado a meio, de modo a que se pudesse abrir para colocar e retirar os provetes. O interior da câmara foi aquecido utilizando uma lâmpada de 50 W. O alumínio é um material com um índice de reflexão muito elevado, portanto reflete quase a totalidade da luz incidente, que serve como fonte de calor, aquecendo assim o espaço de teste. Foi colocado algodão no topo do cilindro para reduzir a perda de calor por convecção, pelo topo da montagem. Dentro da montagem há ainda uma ventoinha devidamente regulada de modo a homogeneizar a temperatura no interior, sem interferir com a temperatura superficial do provete. Foi feita uma abertura circular na superfície do cilindro, ao nível do provete, para ser possível observar o ensaio, de modo a controlar o seu desenvolvimento. Esta abertura foi tapada com fita cola para reduzir as perdas de calor.



a)



b)

Figura 3.4. Câmara de controlo de temperatura: (a) fechada; (b) aberta.

O controlo de temperatura foi efectuado com a utilização um controlador EKC 102^a (Danfoss, Nordborg, Dinamarca).



Figura 3.5. Controlador de Temperatura, EKC 102^a.

Esta montagem possui um relé e um sensor, que se encontrava instalado dentro da câmara ambiental. Permite desligar a fonte de calor, de forma automática, mantendo

constante a temperatura. Os valores de temperatura são mostrados num ecrã, com 3 dígitos, e podem ser dados em °C e em °F. A temperatura de operação mínima é de -50°C, e a máxima é de 99°C.

Os provetes foram colocados num forno Digitheat (Selecta, Barcelona, Espanha), a 40°C, durante pelo menos uma hora antes de começar os ensaios, para homogeneizar a sua temperatura.

O provete é bi-apoiado, inferiormente, sobre dois rolos cilindros distanciados de 40 mm, sendo flexionado através de outros 2 rolos cilíndricos, distanciados de 20 mm, simétricos em relação ao centro do provete. A amarra superior desce a uma velocidade constante de 0,5 mm por minuto, até ocorrer a sua fratura.

Este ensaio permite retirar a resistência à flexão, $S_{flexão}$ [MPa], o módulo de elasticidade estático, $E_{estático}$ [GPa], através das equações apresentadas de seguida, e o trabalho à fratura, $W_{fratura}$ [J/m²]. O trabalho à fratura corresponde à integração da curva tensão-deformação, dividido pela secção transversal do provete [41].

$$S_{flexão} = \frac{3PL}{4dt^2} \quad (3.4)$$

$$E_{estático} = \frac{PL^3}{8dt^3\delta} \quad (3.5)$$

em que a letra grega δ corresponde à deflexão do provete, para uma carga P, aplicada pela amarra no provete, no momento da fratura. L é a distância entre os rolos cilíndricos que suportam o provete (40 mm), d e t são, respetivamente, a largura e espessura do provete.

Para restaurações na zona posterior da boca, é desejável uma resistência à flexão elevada. O requerimento mínimo de acordo com a norma ISO 4049 é de 80 MPa.

3.2.3.1. Microdureza Vickers

Este teste foi realizado de acordo com a norma ASTM WK 27978-10, à temperatura controlada de $37 \pm 3^\circ\text{C}$.

As medições de dureza foram efetuadas utilizando um durómetro da marca Struers Duramin (Struers, Dinamarca). Permite efetuar medições em Vickers, Knoop,

Brinell e Rockwell, e realiza medições de microdureza e macro-dureza, que podem ser selecionadas através de um sistema automático de comutação de cargas. A carga aplicada pelo indentador pode variar entre 10 gf e 2000gf, com um tempo de aplicação entre 5 segundos e 999 segundos. A objetiva possui uma ampliação de 40x.

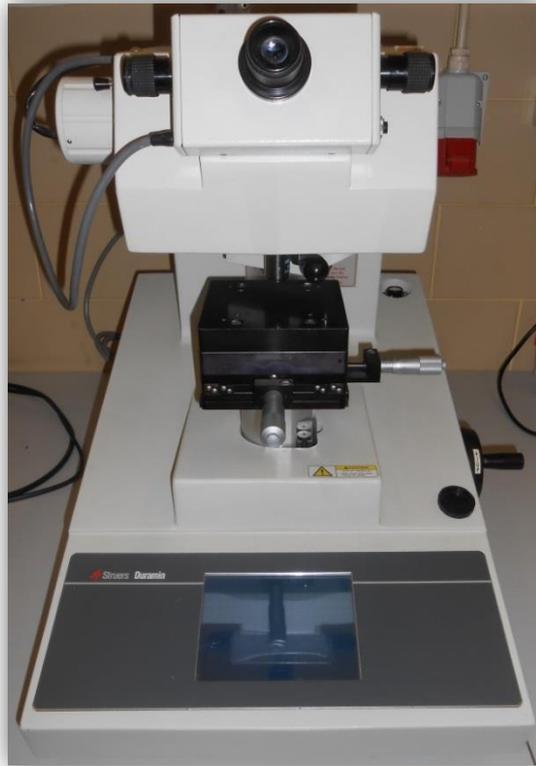


Figura 3.6. Durómetro Struers Duramin.

O posicionamento das amostras é controlado por uma mesa de medição micrométrica com dois graus de liberdade. O valor da microdureza em Vickers, HV , é dado pelo equipamento, depois de medidas as diagonais deixadas pelo indentador na amostra, através da equação 3.1.

$$HV = \frac{1,8544P}{d_{HV}^2} \quad (3.1)$$

onde P é a carga aplicada pelo indentador [kg], e d_{HV}^2 é a média aritmética dos comprimentos das diagonais.

A temperatura foi controlada através de uma resistência colocada dentro de um bloco de alumínio, ligada a uma fonte de alimentação, que converte os 220V fornecidos, em 12V. A resistência aquece o bloco, que por sua vez aquece o provete. Dentro do bloco de alumínio, estão colocados uma resistência ligada à fonte de alimentação, e um sensor ligado ao controlador de temperatura. A fonte de alimentação, ligada ao controlador de temperatura, foi programada para deixar de fornecer energia ao bloco de alumínio quando o controlador deteta que o bloco chegou à temperatura máxima desejada. Quando o controlador deteta que o bloco chegou à temperatura mínima desejada, a fonte de alimentação volta a fornecer energia à resistência, aquecendo o bloco de alumínio, repetindo o ciclo. Foi aplicada uma pasta condutora de calor, da marca Fischer Elektronik, na base do provete, para melhor transferir calor do bloco metálico para o provete.

Uma foto da montagem utilizada para o ensaio da microdureza é apresentada na Figura 3.7. Na Figura 3.8, está ilustrado um esquema da montagem.

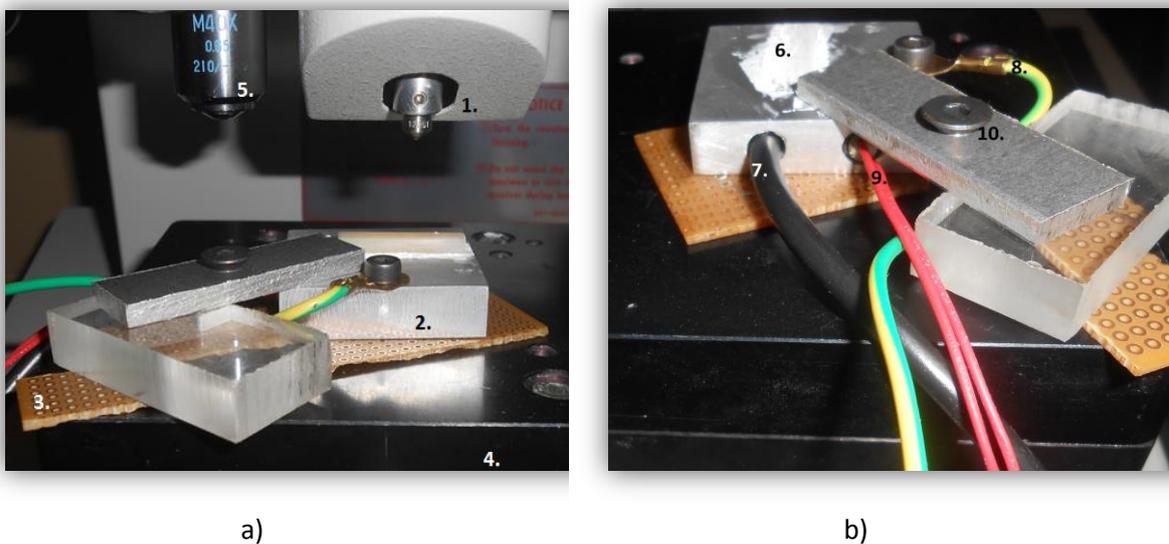


Figura 3.7. Montagem utilizada no ensaio de microdureza: (a) vista frontal; (b) vista lateral.

Os números, de 1 a 10, da Figura 3.7 correspondem a:

- 1 – Indentador;
- 2 – Bloco de alumínio aquecido;
- 3 – Material Isolante;
- 4 – Mesa de Medição;

- 5 – Objetiva;
- 6 – Solução condutora de calor;
- 7 – Ligação entre a fonte de alimentação e a resistência;
- 8 – Fio terra;
- 9 – Ligação entre o sensor e o controlador de temperatura;
- 10 – Montagem aparafusada para fixar o bloco de alumínio.

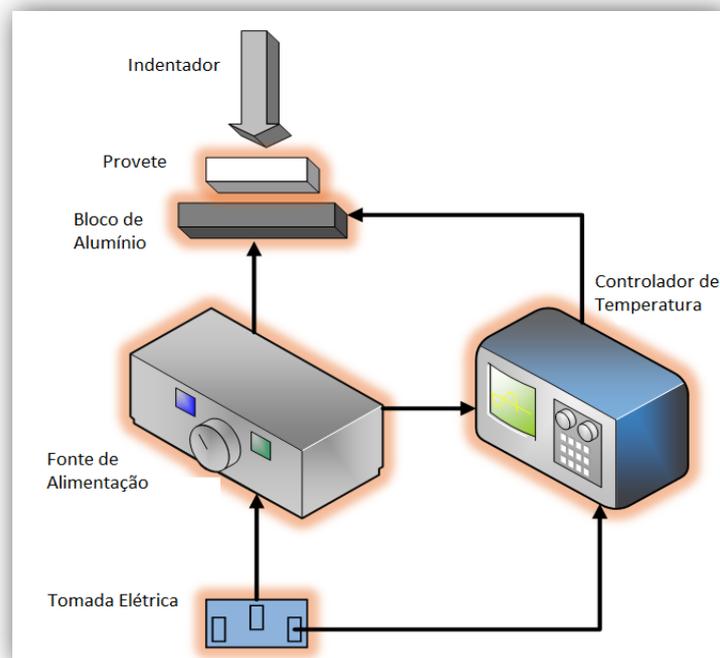


Figura 3.8. Esquema da montagem do ensaio de microdureza.

A pasta condutora de calor aplicada na base do provete é da marca Fischer Elektronik (Lüdenscheid, Alemanha), composta por óleo de silicone e material de reforço inorgânico. Possui uma consistência pastosa e cor branca.



Figura 3.9. Solução condutora da marca Fisher Elektronik.

Esta pasta tem uma condutividade térmica $k = 0,61 \text{ W/m.K}$, e pode ser utilizada entre -40°C e 250°C . Foi utilizada para aumentar a taxa de transferência de calor do bloco metálico para o provete.

O ensaio só foi iniciado depois do provete ser sujeito a pelo menos dois ciclos de variação térmica em cima do bloco metálico, de maneira a garantir que a temperatura do provete é homogênea e que se encontra dentro da gama de temperaturas pretendida. As indentações são feitas depois do controlador de temperatura desligar a fonte de alimentação, uma vez que a variação de temperatura, do bloco e do provete, são menores.

O indentador aplica uma força de 0.2kgf no provete, durante 40 segundos, devido à natureza visco-elástica dos compósitos em estudo. De acordo com Willems *et al.* [42], um tempo de indentação de 40 segundos garante uma avaliação correta dos valores da microdureza. Um mínimo de 10 indentações foram feitas em cada um dos provetes.

3.2.4. Ensaio Tribológico

O ensaio tribológico realizado para estudar a resistência ao desgaste de ambos os materiais foi o ensaio de indentação deslizante, que permite variar a carga aplicada e, conseqüentemente, a força de atrito.

3.2.4.1. Ensaio de Indentação Deslizante

Este ensaio consiste em deslizar um indentador de carboneto de tungsténio, de forma cónica e ponta arredondada, horizontalmente pelos provetes em estudo, aumentando linearmente a carga aplicada. Foi realizado de acordo com a norma ASTM G 171-13.

De maneira a controlar, de forma precisa, a força aplicada e a deformação do provete, o ensaio de indentação deslizante foi feito utilizando um centro de maquinaria de controlo numérico computadorizado (CNC), da marca Mikron (Agno, Suíça), modelo VCE 500.



Figura 3.10. CNC utilizado nos ensaios de indentação deslizante.

A força normal e de atrito são medidas utilizando uma célula de carga solidária com o porta-provete. Depois de percorrer um curso de 5 mm, retira-se o indentador.

A montagem utilizada no ensaio de indentação deslizante está ilustrada na Figura 3.11. O CNC descrito controla o deslocamento do indentador com uma precisão da ordem do μm , e aumenta a carga de 0 para 10N. A mola, com uma constante elástica, $k = 6,09 \text{ N/mm}$, é utilizada para permitir variações da força normal. A velocidade de deslizamento do indentador foi de 0,5 mm/s. Uma célula de carga de 3 vias, ligada ao porta-provete, foi utilizada para medir, tanto a força normal como a força tangencial aplicada no provete.

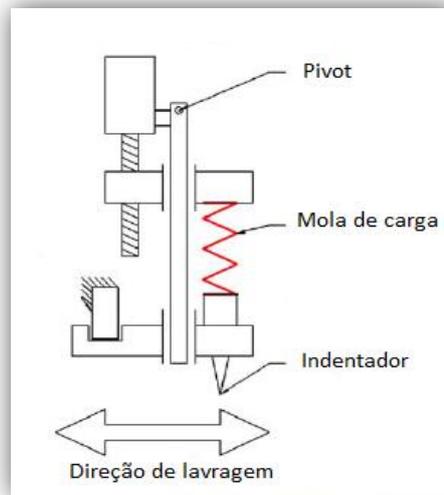


Figura 3.11. Montagem utilizada no ensaio de indentação deslizante – adaptação do original [43].

O indentador, ao avançar pelo provete cria uma zona de compressão no material a jusante do movimento, e uma zona de tração a montante do movimento. A superfície dos provetes, macroscopicamente pode parecer plana, mas ao nível atômico possui rugosidades, que vão ser as primeiras a entrar em contato com o indentador. Estas rugosidades aumentam o atrito e, como consequência, pode ocorrer a separação de partículas da matriz. De acordo com o modelo de atrito de Amontons – Coulomb, a força de atrito aumenta linearmente com a força normal aplicada pelo indentador, como exemplificado na Figura 3.12.

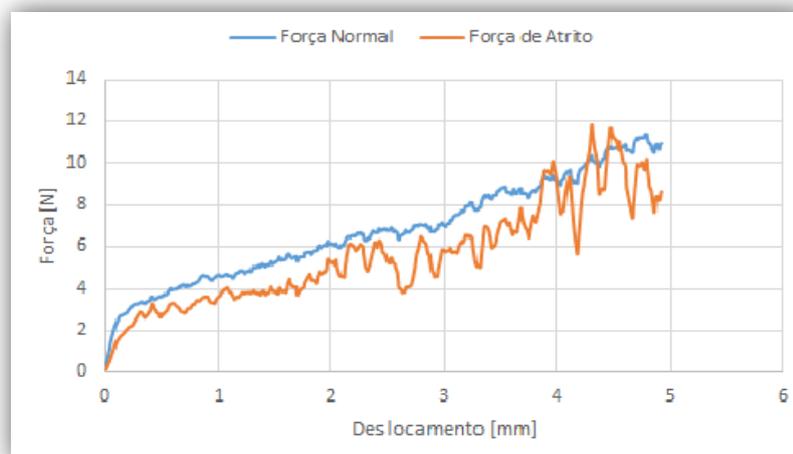


Figura 3.12. Força de atrito e força normal de GC, em função do deslocamento.

Representando a força de atrito em função da força normal, obtemos uma reta, sendo que o seu declive representa o coeficiente de atrito, μ .

$$\mu = \frac{F_a}{N} \quad (3.6)$$

Em que F_a é a força tangencial ou de atrito, e N é a força normal.

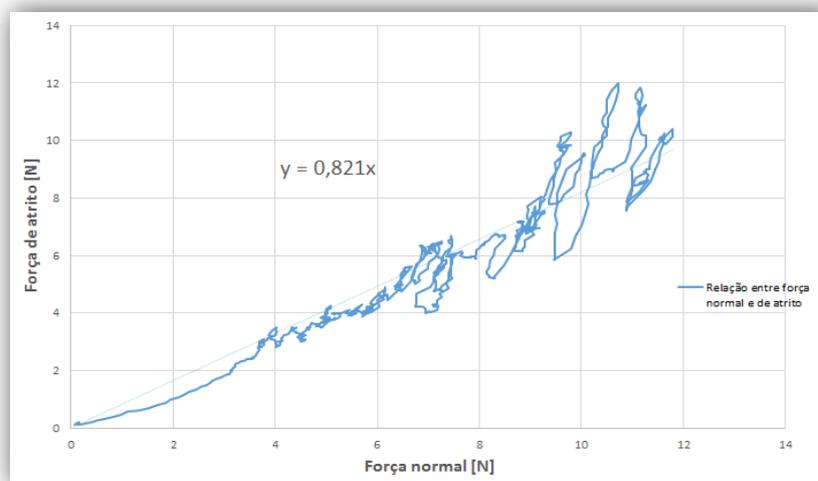


Figura 3.13. Relação entre força normal e força de atrito de GC, com coeficiente de atrito de 0,82.

Os provetes são, posteriormente, analisados através de um microscópio electrónico de varrimento (MEV) da marca Philips® (Eindhoven, Holanda), modelo XL30 TMP, Figura 3.14. Possui uma resolução máxima de $3,5 \times 10^{-9}$ m, e análise por espectrometria de dispersão de energia (EDS) EDAX – Genesis XM2.

Os resultados obtidos através deste ensaio permitem representar gráficos das forças normal e de atrito. Relacionando estes gráficos com a marca deixada pelo indentador, é possível estabelecer uma relação entre a morfologia do compósito e os valores da força e coeficiente de atrito, nas diferentes zonas de desgaste. Analisando os gráficos da variação da força normal e de atrito, juntamente com as fotos tiradas pelo MEV, é possível encontrar o local exato onde ocorreram falhas, provocadas pelo aumento da tensão aplicada.



Figura 3.14. Microscópio electrónico de varrimento Philips XL30 TMP.

3.3. Ferramentas Complementares

Os resultados obtidos foram sujeitos ao teste de Grubber de duas vias, um teste estatístico que permite perceber se algum dos valores obtidos é atípico ($p < 0,05$), considerando que os valores obtidos têm uma distribuição normal, ou de Gauss. Valores atípicos podem alterar erradamente a média e o intervalo de confiança das propriedades estudadas.

$$Z = \frac{|\bar{X} - X_i|}{DP} \quad (3.6)$$

em que Z é a diferença entre o valor atípico, X_i , e a média, \bar{X} , dos valores obtidos para um determinado grupo, dividida pelo desvio padrão, DP . O valor de Z crítico encontra-se tabelado [44], e depende do número de amostras. Se o Z obtido for superior ao Z tabelado, o valor obtido é considerado atípico e deve ser removido, para não afetar a média e o desvio padrão. Considerou-se um nível de significância de 5%.

4. ANÁLISE E DISCUSSÃO DE RESULTADOS

4.1. Ensaio Preliminares

A segunda termociclagem foi realizada por causa de um estudo feito pelo Professor Doutor Fernando Ventura, que avaliou o processo de transferência de calor entre a água e os provetes, fazendo uma análise numérica por elementos finitos, utilizando o *software* Marc Mentat 2013.

Os parâmetros utilizados nesta análise foram os seguintes:

$$c_p = 837,36 \text{ J/kg.K}$$

$$h = 100 \text{ W/m}^2.\text{K}$$

$$k = 1,2 \text{ W/m.K}$$

$$\rho = 2000 \text{ kg/m}^3$$

em que c_p é a capacidade calorífica a pressão constante [J/kg.K], h o coeficiente de transmissão de calor [W/m².K], k a condutividade térmica [W/m.K], e ρ a massa volúmica do provete [kg/m³].

A distribuição de temperaturas no provete é mostrada na Figura 4.1. O provete aquece mais rapidamente nas extremidades, onde a superfície exposta à água é maior. A temperatura aumenta mais lentamente no centro.

A análise numérica iniciou-se com os provetes à temperatura de 20°C, simulando o primeiro ciclo térmico a que os provetes são sujeitos. Como se pode ver na Figura 4.2, a temperatura superficial do provete só atinge a temperatura da água passados cerca de 50 segundos de imersão. Supõem-se que os ciclos térmicos seguintes, em que a variação de temperatura é maior, o tempo necessário para que o provete atinja a temperatura da água seja ainda maior.

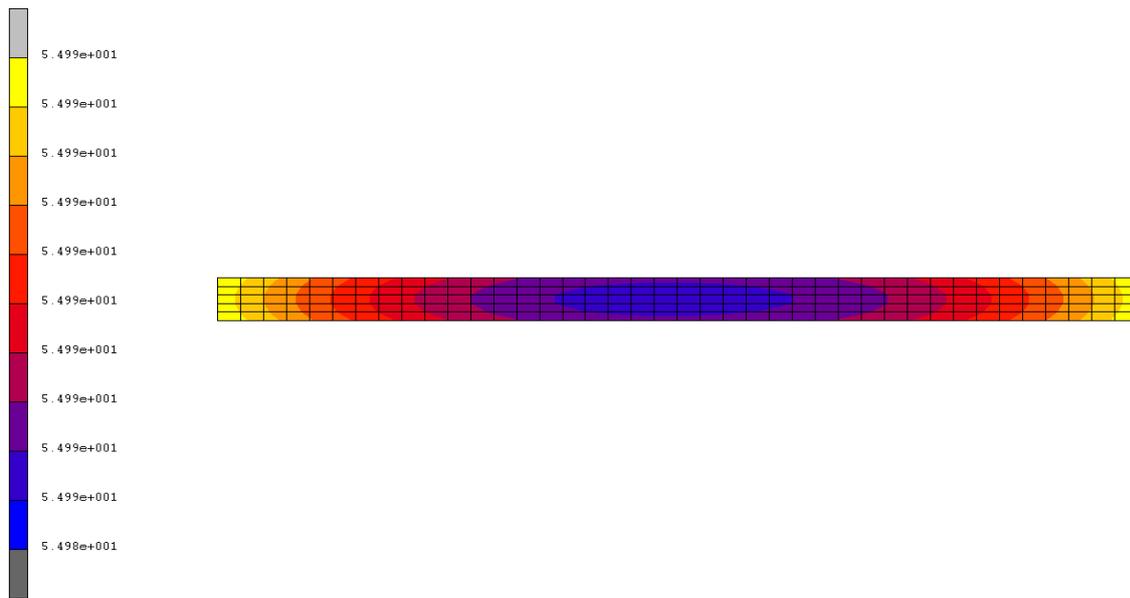
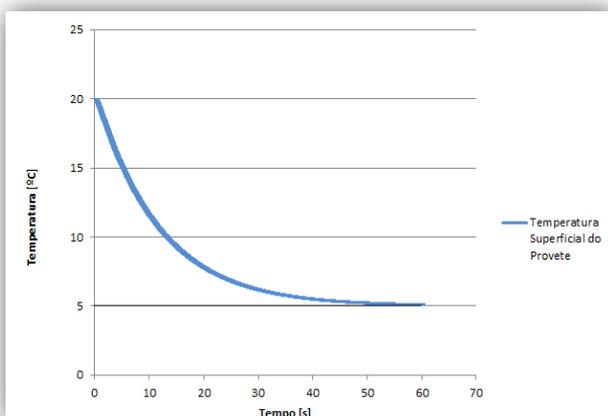
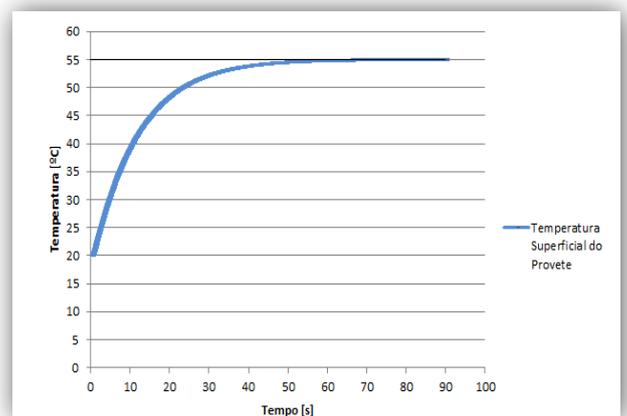


Figura 4.1. Temperatura superficial de um provete quando exposto a um banho de água a 55°C, durante 60 segundos.

Colocou-se então a hipótese de que a condição inicial, em que os provetes estão imersos em água durante apenas 30 segundos, pode não ser suficiente para variar as propriedades extensivas. De modo a testar esta hipótese, foi feito um grupo de provetes sujeitos a uma termociclagem mais agressiva, aumentando o número de ciclos de 1500 para 5000, e o tempo de permanência de 30 segundos para 60 segundos.



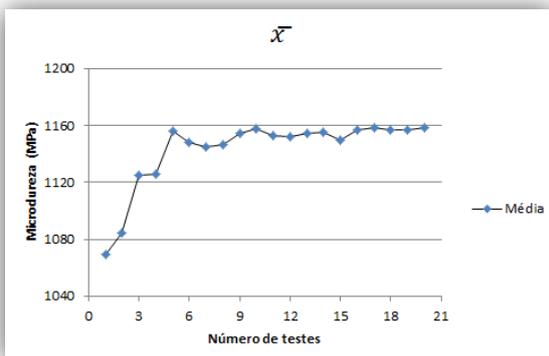
a)



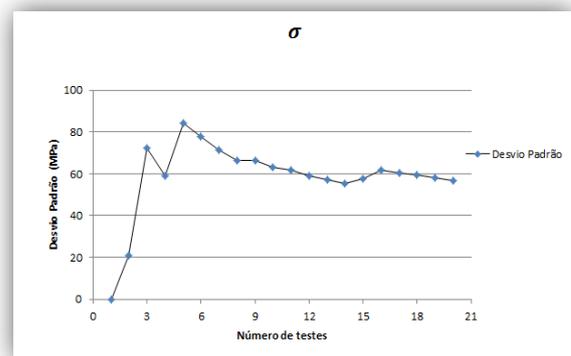
b)

Figura 4.2. Temperatura superficial de um provete em relação ao tempo: (a) em banho de água a 5°C; (b) em banho de água a 55°C.

De forma a estabelecer o número mínimo de indentações necessárias para determinar a dureza dos compósitos, com alguma certeza, foi decidido fazer um teste preliminar. Como se pode ver na Figura 4.3, a média estabiliza cedo, por volta das 5 indentações, mas o desvio padrão oscila em torno dos 60 MPa, estabilizando por volta das 10 indentações. Concluímos que cerca de 10 indentações são suficientes para estabilizar, tanto a média como o desvio padrão.



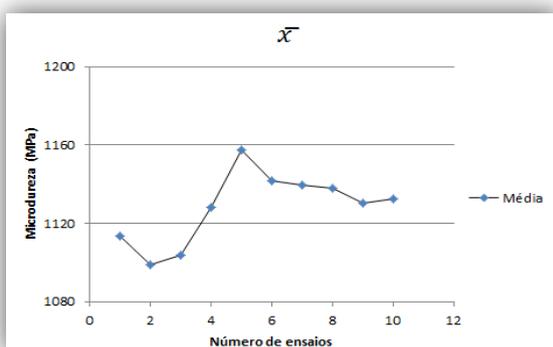
a)



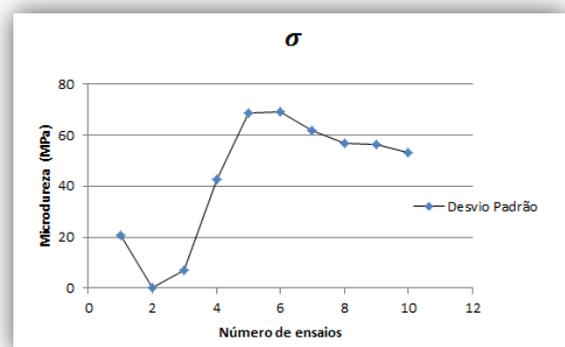
b)

Figura 4.3. Microdureza do provete GT1_19 em MPa, à temperatura ambiente $\approx 25^{\circ}\text{C}$: (a) Média; (b) Desvio Padrão.

De maneira a verificar a influência da temperatura de ensaio, foi testado o mesmo provete, mas, desta vez, à temperatura de ensaio definida ($\approx 37^{\circ}\text{C}$).



a)



b)

Figura 4.4. Microdureza do provete GT1_19 em MPa, à temperatura de $\approx 37^{\circ}\text{C}$: (a) Média; (b) Desvio Padrão.

Verificou-se uma ligeira diminuição da dureza. O primeiro ensaio foi feito à temperatura ambiente ($\approx 25^{\circ}\text{C}$), e obteve uma dureza média de $1143,12 \pm 24,13$ MPa,

enquanto que o segundo, realizado à temperatura de $37 \pm 3^\circ\text{C}$, obteve uma dureza média de $1128,41 \pm 17,29$ MPa, diminuindo 1,29%.

4.2. Discussão de Resultados

4.2.1. Ensaio de Vibração Induzida por Excitação por Impulso

Este ensaio serve para determinar o módulo de elasticidade dinâmico [GPa], que daqui para a frente será chamado $E_{dinâmico}$. Foi realizado com os provetes à temperatura de $37^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$.

O $E_{dinâmico}$ do provete GT2 – 3 não foi considerado na média do grupo GT2, pois foi considerado atípico pelo teste de Grubber. Para consultar os valores obtidos individualmente, para cada provete, consultar **Anexo A**.

Tabela 4.1. Valor médio do módulo de elasticidade dinâmico do SR Nexco™, com respetivo desvio padrão (DP).

| Propriedades | | SR Nexco™ | | |
|----------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| | | NC (DP) | NT1 (DP) | NT2 (DP) |
| $E_{dinâmico}$ [Gpa] | \bar{x} | 9,5 (0,5) | 9,8 (0,3) | 9,0 (0,5) |

O $E_{dinâmico}$ obtido para o grupo de controlo, NC, do SR Nexco™ foi de $9,5 \pm 0,5$ GPa, aumentando 3,2% para NT1 e diminuindo 5,3% para NT2.

Tabela 4.2. Valor médio do módulo de elasticidade dinâmico do Grandio®SO, com respetivo desvio padrão (DP).

| Propriedades | | Grandio®SO | | |
|----------------------|-----------|------------|------------|------------|
| | | GC (DP) | GT1 (DP) | GT2 (DP) |
| $E_{dinâmico}$ [Gpa] | \bar{x} | 25,1 (0,9) | 24,6 (1,1) | 24,1 (0,7) |

O $E_{dinâmico}$ obtido para o grupo de controlo, GC, do Grandio®SO foi de $25,1 \pm 0,9$ GPa, diminuindo ligeiramente com a termociclagem, 2% para GT1 e 4% para GT2.

O $E_{dinâmico}$ de ambos os materiais não parece ser significativamente influenciado pela termociclagem. Comparando os valores obtidos para o SR Nexco™ e para o Grandio®SO, observamos que o $E_{dinâmico}$ do SR Nexco™ é quase três vezes inferior, o que significa que se deforma mais do que o Grandio®SO, quando sujeitos à mesma carga. Diversos investigadores demonstraram que esta propriedade é grandemente dependente da quantidade de partículas de reforço do compósito, aumentando com o seu aumento volúmico [3, 8, 19]. O Grandio®SO contém um volume inorgânico de partículas de reforço muito superior ao SR Nexco™, o que faz com que o seu $E_{dinâmico}$ seja maior.

4.2.2. Ensaio de Flexão em Quatro Pontos

A partir deste ensaio, são determinados o módulo de elasticidade estático [GPa], a resistência à flexão [MPa] e o trabalho à fratura [J/m^2], obtidos para provetes à temperatura de $37^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$.

Observou-se uma grande variação de resultados, o que leva à conclusão que os resultados obtidos dependem grandemente da qualidade de processamento dos provetes. Removeram-se os provetes NC-4, NT2-2 e GT1-2 do cálculo da média e do desvio padrão apresentados nas tabelas seguintes, uma vez que os valores obtidos, para pelo menos uma das propriedades estudadas, foram considerados atípicos ($p < 0,05$) pelo teste de Grubber. Para consultar os valores obtidos individualmente, para cada provete, consultar **Anexo B**.

Tabela 4.3. Valor médio do módulo de elasticidade estático, resistência à flexão e trabalho à fratura do SR Nexco™, com respetivo desvio padrão (DP).

| Propriedades | | SR Nexco™ | | |
|---|-----------|----------------|-----------------|---------------|
| | | NC (DP) | NT1 (DP) | NT2 (DP) |
| $E_{estático}$ [GPa] | \bar{x} | 5,6 (0,9) | 6,8 (0,8) | 4,9 (0,4) |
| $S_{flexão}$ [MPa] | \bar{x} | 50,9 (11,5) | 58,4 (11,8) | 23,9 (7,4) |
| $W_{fratura}$ [J/m^2] | \bar{x} | 2459,3 (872,2) | 2581,6 (1043,7) | 658,9 (426,8) |

A primeira termociclagem, para o SR Nexco™, parece ter contribuído para um aumento da rigidez dos provetes, aumentando o $E_{estático}$ do grupo NT1 em mais de 1 Gpa (22,3%). No entanto, o $E_{estático}$ dos provetes do grupo NT2 diminuiu 14,3%. A mesma variação foi encontrada através do ensaio de excitação por impulso, apesar das variações terem sido inferiores.

A primeira termociclagem promoveu um ligeiro aumento (14,9%) da $S_{flexão}$ no grupo NT1 mas, a segunda termociclagem, mais agressiva, reduziu bastante esta propriedade (53,1%) no grupo NT2.

A $W_{fratura}$ aumentou 5,0% para NT1. No entanto, para NT2, verificou-se uma diminuição muito grande (73,2%).

Tabela 4.4. Valor médio do módulo de elasticidade estático, resistência à flexão e trabalho à fratura do Grandio®SO, com respetivo desvio padrão (DP).

| Propriedades | | Grandio®SO | | |
|-----------------------------------|-----------|----------------|-----------------|----------------|
| | | GC (DP) | GT1 (DP) | GT2 (DP) |
| $E_{estático}$ [Gpa] | \bar{x} | 22,0 (2,5) | 22,1 (3,0) | 21,9 (2,7) |
| $S_{flexão}$ [MPa] | \bar{x} | 78,1 (20,6) | 79,4 (26,2) | 63,2 (19,7) |
| $W_{fratura}$ [J/m ²] | \bar{x} | 1435,9 (737,2) | 1585,6 (1050,6) | 1065,9 (707,4) |

É possível observar que, em ambos os grupos GT1 e GT2, o $E_{estático}$ não varia, levando à conclusão que esta propriedade, no Grandio®SO, não é influenciada pela termociclagem, tal como se tinha verificado para o ensaio dinâmico.

A $S_{flexão}$ e o $W_{fratura}$ aumentaram, respetivamente, 1,6% e 10,5% para o grupo GT1. A segunda termociclagem parece ter variado consideravelmente tanto a $S_{flexão}$, como o $W_{fratura}$. A $S_{flexão}$ do grupo GT2 diminuiu 19,1% comparando com o grupo GC, enquanto que o $W_{fratura}$ diminuiu 25,8%.

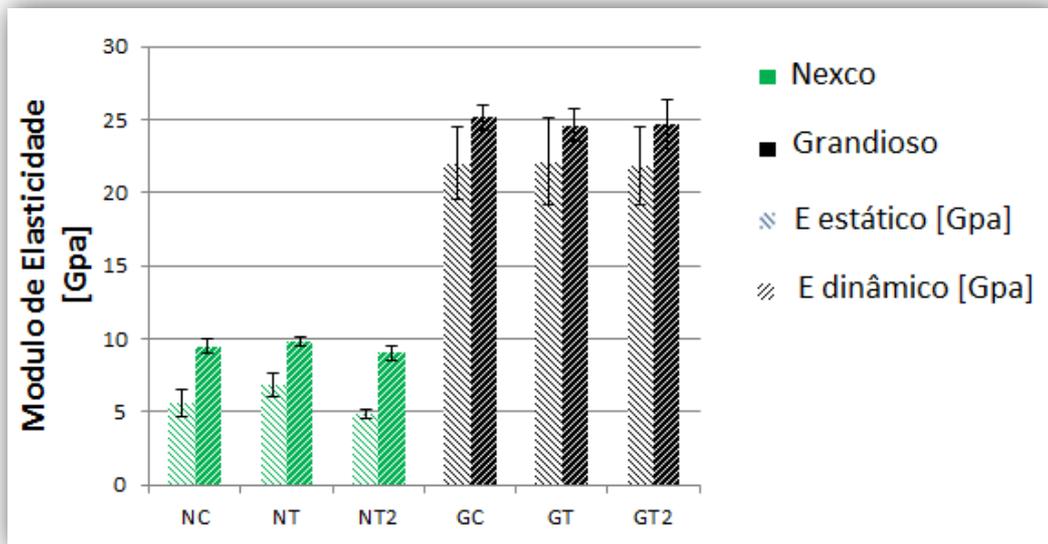


Figura 4.5. Comparação entre o módulo de elasticidade do SR Nexco™ e do Grandio® SO.

O módulo de elasticidade estático e dinâmico do SR Nexco™ variam da mesma forma, aumentando para NT1 e diminuindo para NT2, apesar de a variação ser insignificante para o módulo de elasticidade dinâmico. Este resultado pode ser explicado pelo facto de que o ensaio estático considera apenas a resposta elástica, enquanto que o ensaio dinâmico considera, tanto a resposta elástica, como a resposta viscosa do material. Comparando os módulos de elasticidade dinâmicos e estáticos, é possível observar que o módulo de elasticidade dinâmico é sempre superior ao estático. Os materiais visco-elásticos são altamente dependentes da velocidade de deformação. Ao aumentar a velocidade de aplicação da força durante o ensaio estático, o valor do módulo de elasticidade vai tender para o valor obtido dinamicamente [23].

O módulo de elasticidade do Grandio®SO, tanto estático como dinâmico, é sempre superior ao do SR Nexco™, e é mais próximo do da dentina ($\approx 19\text{GPa}$ [10]), o que significa que, quando sujeito a uma carga, a restauração e a dentina se deformam do mesmo modo. Esta propriedade aumenta com o aumento da fracção volúmica de partículas de reforço, logo era esperado que o módulo de elasticidade do Grandio®SO, tanto dinâmico como estático, fosse superior ao do SR Nexco™.

É perceptível que a resistência à flexão do Grandio®SO é sempre superior à do SR Nexco™. O grupo de Grandio®SO com a resistência à flexão mais baixa, GT2 ($63,2 \pm$

19,7 MPa), tem uma resistência à flexão superior ao grupo de SR Nexco™ com a resistência à flexão mais elevada, GT1 ($58,4 \pm 11,8$ MPa).

De acordo com a norma ISO 4049, a resistência à flexão de materiais utilizados em restaurações de dentes posteriores deve ser superior a 80 MPa. Neste estudo, os valores obtidos para o SR Nexco™ ficaram muito aquém do valor mínimo permitido pela norma, não sendo aconselhável o seu uso em restaurações de dentes posteriores. Neste estudo, apesar de por muito pouco (dois grupos estiveram muito perto do limite mínimo imposto pela norma ISO 4049, o grupo GT1, com $79,4 \pm 26,2$ MPa e o grupo GC, com $78,1 \pm 20,6$ MPa), nenhum dos grupos de Grandio®SO satisfaz esta condição.

O trabalho à fratura do SR Nexco™, inicialmente, é superior ao do Grandio®SO. O Grandio®SO tem uma quantidade de partículas de reforço inorgânicas muito superior ao SR Nexco™, logo possui um E mais elevado, deformando menos durante o ensaio de flexão em quatro pontos. A deformação no momento da fratura é superior para os provetes de SR Nexco™, resultando numa área maior debaixo da curva $\sigma - \delta$. Este resultado significa que, apesar de ser necessário aplicar uma tensão superior para fraturar os provetes de Grandio®SO, a energia fornecida para fraturar os provetes de Grandio®SO é menor que a fornecida aos provetes de SR Nexco™.

A primeira termociclagem parece ter aumentado ligeiramente o trabalho à fratura de ambos os materiais. No entanto, se considerarmos os elevados desvios padrão dos grupos NT1 e GT1, podemos concluir que este aumento não é significativo. O trabalho à fratura diminui bastante nos grupos NT2 e GT2, sendo que a diminuição registada para o SR Nexco™ é especialmente elevada (73,2%).

Como se pode ver nas Tabelas 4.3 e 4.4, os desvios padrão das propriedades obtidas a partir deste ensaio são muito elevados, especialmente para o Grandio®SO, o que significa que houve uma grande variação dos resultados obtidos. O ensaio de flexão em quatro pontos é altamente dependente da qualidade dos provetes, uma vez que a tensão aplicada pelos rolos no provete é aplicada numa área elevada e, a presença de uma falha superficial, como por exemplo um poro, pode provocar a fratura prematura do provete. A grande variação de resultados obtida pode significar que a qualidade dos provetes variou muito, havendo provetes de boa qualidade, com poucas falhas, que obtiveram valores altos para as propriedades em estudo, e provetes de má qualidade, que provocaram uma

diminuição dos valores obtidos. Todavia, em geral os compósitos são caracterizados por uma elevada variabilidade das propriedades.

No geral, o SR Nexco™ parece ser mais afetado pela termociclagem do que o Grandio®SO. O SR Nexco™ tem menor volume de partículas de reforço, portanto tem maior volume de matriz orgânica, que é precisamente a principal responsável pela absorção de água. Os monómeros constituintes da matriz também podem ter influenciado estes resultados. De acordo com Siderou *et al.* [7], um compósito à base de BisGMA possui propriedades mecânicas mais estáveis em ambientes aquosos, do que um à base de UDMA. Outros investigadores observaram que compósitos à base de UDMA experienciam, mais facilmente, uma suavização em ambientes aquosos do que compósitos à base de BisGMA [45, 46, 47].

O aumento do $E_{estático}$ e da $S_{flexão}$ do grupo NT1, em relação ao grupo NC, foi inesperado e difícil de explicar. Está bem estabelecido que a exposição de compósitos de resina a ambientes aquosos diminui as suas propriedades mecânicas [31]. No entanto, alguns estudos demonstram que a absorção de água durante o envelhecimento pode ter um efeito benéfico em compósitos de resina, tornando-os mais flexíveis, o que resulta num aparente aumento das propriedades mecânicas [18, 44]. Para perceber porque ocorreu este aumento, seriam precisos testes adicionais à microestrutura, como por exemplo um teste ao grau de polimerização.

A degradação observada nos grupos GT2 e NT2 pode ser explicada pela entrada de água no material, quebrando a ligação entre a matriz orgânica e as partículas de reforço. A quebra de ligação por hidrólise entre estes dois componentes leva a que parte do material seja removido do provete, originando poros, diminuindo assim a sua resistência à flexão e tenacidade [7]. A enorme degradação da resistência à flexão e do trabalho à fratura do NT2 pode ser significar que ocorreu uma falha generalizada da matriz de UDMA, causada pela absorção de água.

4.2.3. Microdureza

Os valores obtidos para a microdureza [MPa] do SR Nexco™ e do Grandio®SO, determinados com recurso a um indentador Vickers, vão ser apresentados e discutidos.

Nas Tabelas 4.5 e 4.6, considerara-se a média dos valores de microdureza obtidos para todos os provetes testados. No **Anexo C** estão expostos os resultados obtidos mais detalhadamente.

Tabela 4.5. Valor médio da microdureza do SR Nexco™, com respetivo desvio padrão (DP).

| Propriedades | SR Nexco™ | | |
|-----------------------------|--------------|--------------|--------------|
| | NC (DP) | NT1 (DP) | NT2 (DP) |
| Microdureza [MPa] \bar{x} | 333,3 (11,7) | 345,2 (18,2) | 308,3 (15,5) |

A dureza média do SR Nexco™ aumenta 3,6% no grupo NT1 e diminui 7,5% para NT2, relativamente ao grupo NC.

Tabela 4.6. Valor médio da microdureza do Grandio®SO, com respetivo desvio padrão (DP).

| Propriedades | Grandio®SO | | |
|-----------------------------|---------------|---------------|---------------|
| | GC (DP) | GT1 (DP) | GT2 (DP) |
| Microdureza [MPa] \bar{x} | 1104,4 (52,2) | 1093,3 (54,6) | 1044,0 (39,7) |

Nota-se uma ligeira diminuição nos grupos GT1 (1,0%) e GT2 (5,5%), em relação ao grupo de controlo, GC.

A microdureza obtida para o Grandio®SO é mais de três vezes superior à obtida para o SR Nexco™. Ambos os materiais não parecem ser afetados significativamente pela termociclagem, sendo que a maior diminuição percentual em relação ao grupo de controlo ocorreu para o grupo NT2, que diminuiu 7,5%. Está bem estabelecido na literatura que a dureza aumenta com o aumento volúmico de partículas de reforço [2, 3, 19]. Como o Grandio®SO possui um volume de partículas de reforço muito superior ao SR Nexco™, era esperado que a sua dureza fosse, também, superior.

A microdureza do esmalte é de cerca de 4 GPa, e a da dentina é de 1 GPa [49]. Pelos resultados obtidos, nenhum dos dois compósitos em estudo demonstra uma microdureza perto da do esmalte. Apenas o Grandio®SO demonstra uma microdureza média perto da microdureza da dentina.

4.2.4. Ensaio de Indentação Deslizante

Os valores obtidos para o coeficiente de atrito do SR Nexco™ e do Grandio®SO, determinados com recurso a um ensaio de indentação deslizante, vão ser apresentados e discutidos.

Tabela 4.7. Valor médio do coeficiente de atrito do SR Nexco™.

| Propriedades | SR Nexco™ | | |
|--------------|-----------|------|------|
| | NC | NT1 | NT2 |
| μ | 0,83 | 0,79 | 0,78 |

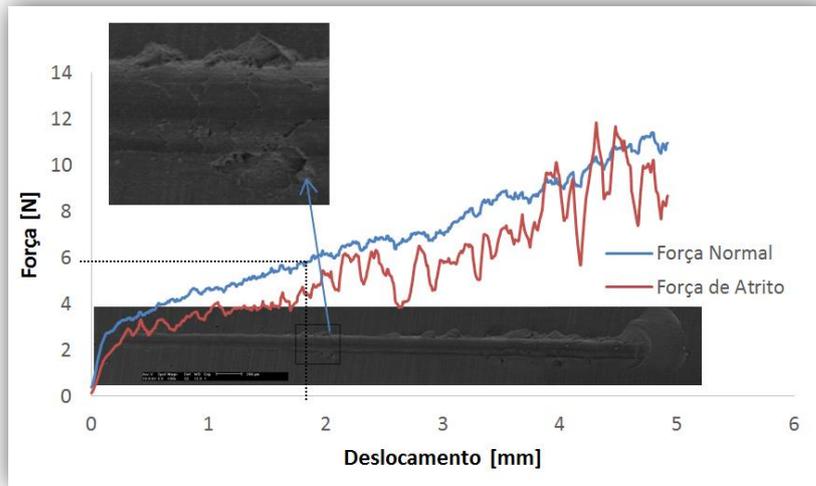
O coeficiente de atrito do SR Nexco™ diminuiu em ambos os grupos termociclados, sendo que o valor máximo é obtido para o grupo NC, e o mínimo para NT2, diminuindo 5,1%.

Tabela 4.8. Valor médio do coeficiente de atrito do Grandio®SO.

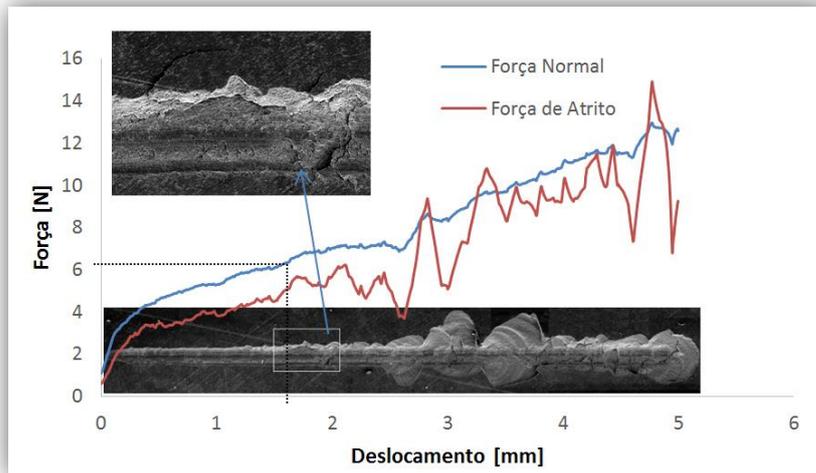
| Propriedades | Grandio®SO | | |
|--------------|------------|------|------|
| | GC | GT1 | GT2 |
| μ | 0,84 | 0,86 | 0,87 |

O coeficiente de atrito do Grandio®SO aumentou em ambos os grupos termociclados, sendo que o valor mínimo é obtido para o grupo GC, e o máximo para GT2, aumentando 3,4%.

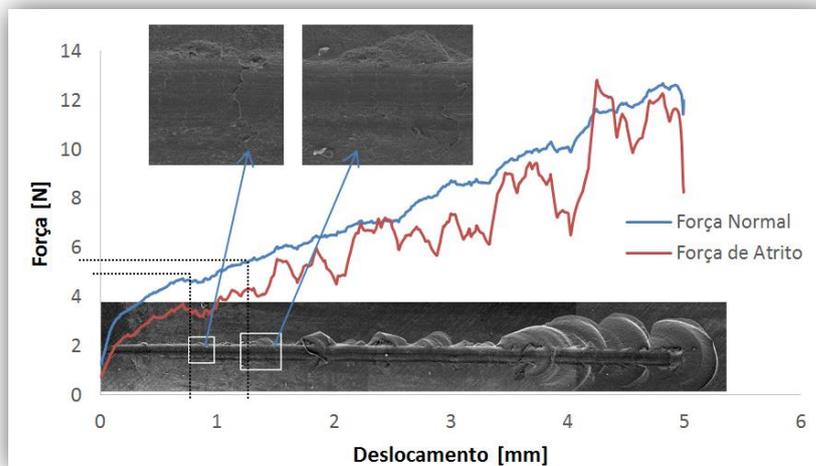
Nas Figuras 4.6 e 4.8 estão representadas as marcas de desgaste deixadas pelo indentador no provete, que podem ser relacionadas com a força normal e a força de atrito, obtidas pela célula de carga, para os diferentes grupos dos dois compósitos em estudo. Observou-se uma grande variação da força de atrito nos grupos de Grandio®SO, devido à presença de uma grande carga de partículas de reforço duras, que fazem baixar a sua tenacidade e que resistem ao avanço do indentador. Para o SR Nexco™, que possui pouca carga de reforço e maior tenacidade, o indentador não encontrou muita resistência por parte do material, não alterando significativamente a força de atrito em relação à força normal.



a)



b)



c)

Figura 4.6. Observação do desgaste obtido para o Grandio[®] SO, aumentado 100x; a) GC; b) GT1; c) GT2.

Na literatura, alguns autores observaram um aumento da resistência ao desgaste com o aumento volúmico de partículas de reforço, uma vez que o material antagonista embate numa superfície rica em partículas duras, responsáveis por dificultar a remoção de material [3, 23]. No entanto, quando se aumenta a fração volúmica de partículas de reforço, diminui-se a sua tenacidade, o que facilita o arrancamento de partículas da matriz. Partículas de tamanho grande aumentam o coeficiente de atrito e, conseqüentemente, as forças de contacto. Um aumento do tamanho das partículas de reforço pode aumentar o volume de material removido por desgaste [25].

Para o Grandio[®]SO, o principal modo de falha é o arrancamento de partículas, havendo pouca deformação plástica ao longo da marca de desgaste. Da Figura 4.6, observa-se que o arrancamento de material acontece quando ocorre um pico da força de atrito, ou seja, quando há um aumento, acompanhado por uma diminuição brusca e acentuada da força de atrito. As tensões de compressão à frente do indetador são as principais responsáveis pelo arrancamento de partículas observado. Na Figura 4.7, podem-se observar partículas de tamanho superior a 5 µm encontradas nas superfícies de fratura do referido compósito.

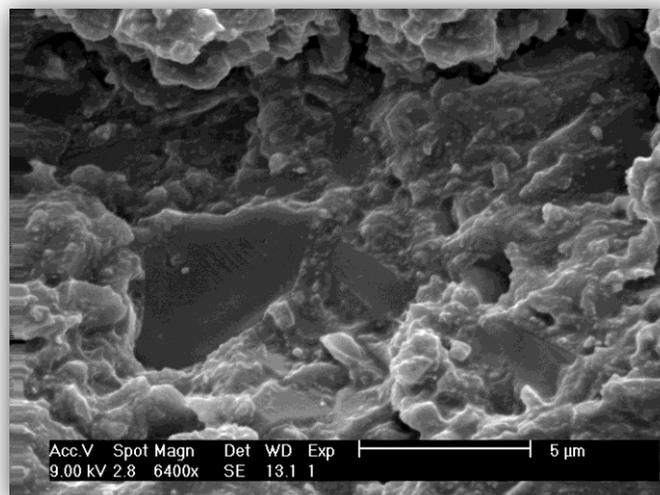


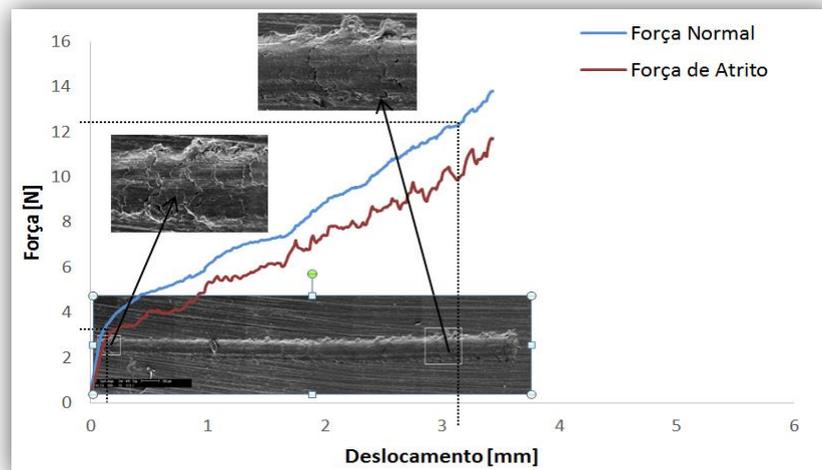
Figura 4.7. Observação da microestrutura do Grandio[®]SO, grupo GC, aumentado 6400x.

Para o grupo GC, o primeiro arrancamento ocorreu para uma força normal de 6 N, quando o indetador já se havia deslocado 1,9 mm. A força necessária para remover partículas aumentou ligeiramente para o GT1, observando-se uma força normal de 6,6 N

aquando do primeiro arrancamento, que ocorreu para um deslocamento do indentador de 1,7 mm. Para o GT2, observou-se deformação plástica antes de ocorrer o primeiro arrancamento, sendo que a primeira remoção de material ocorreu para um deslocamento de 1,3 mm e uma força de 5,5 N.

Parece haver uma tendência para a força normal aplicada pelo indentador registrar valores mais altos para deslocamentos menores, nos grupos termociclados, do que no grupo de controlo. Da observação da Figura 4.6 pode-se concluir que existe menos deformação plástica e mais arrancamento de material do provete GT2, com maior termociclagem, do que os outros. Tanto a deformação plástica como o arrancamento de material começa mais cedo no provete GT2, e verificou-se que o coeficiente de atrito para a primeira falha é inferior aos provetes GT1 e GC. Em GC, a força normal máxima registada foi 10 N, enquanto que em GT1 e GT2 foi cerca de 12 N.

a)



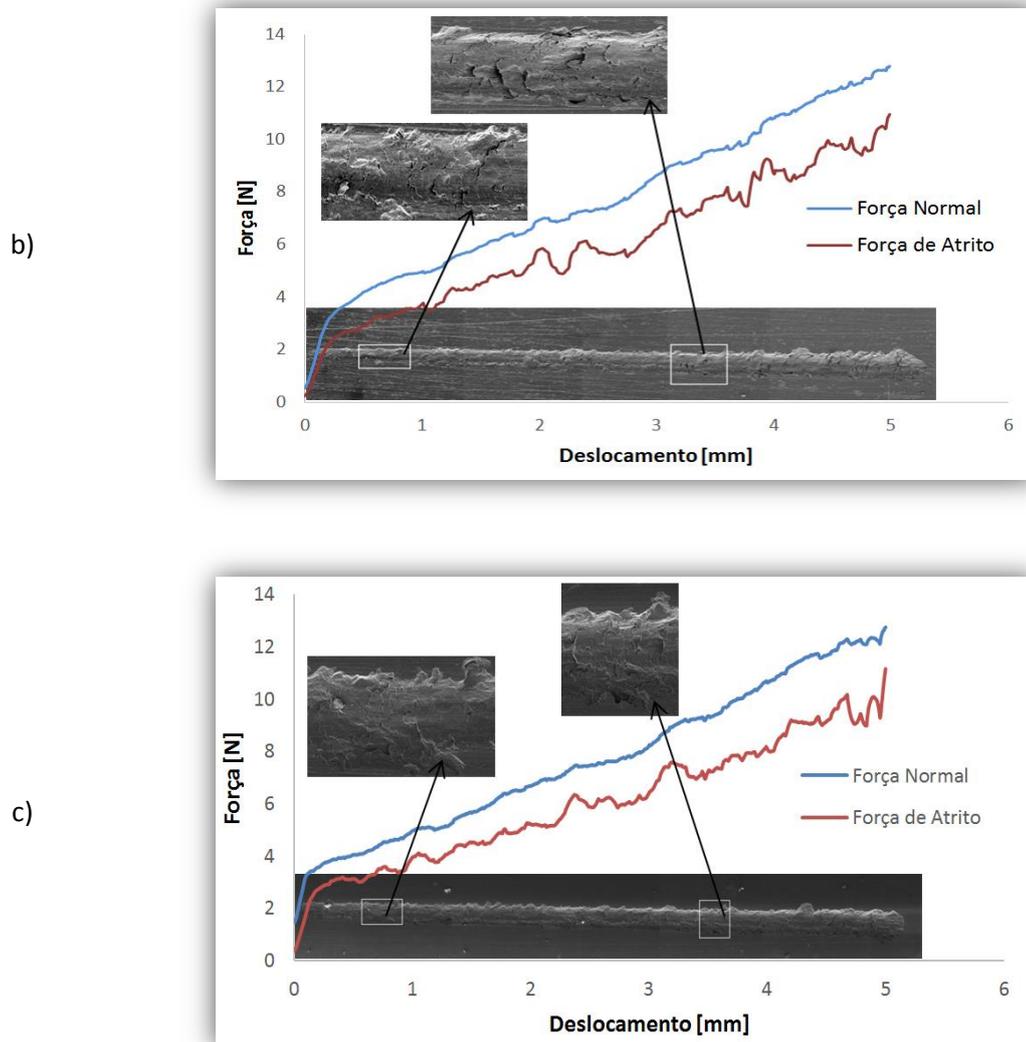


Figura 4.8. Observação do desgaste obtido para o SR Nexco™; a) NC; b) NT1; c) NT2.

No SR Nexco™, que possui menor volume de partículas de reforço e maior volume de matriz orgânica do que o Grandio®SO, o mecanismo de falha predominante obtido através do ensaio de indentação deslizante são microfraturas na zona desgastada, provocadas pela deformação plástica causada pelas tensões de tração, atrás do indentador. Como é mais tenaz que o Grandio®SO, o SR Nexco™ dispersa melhor os esforços aplicados pelo indentador, diminuindo a quantidade de arrancamento de material e aumentando a deformação plástica. Observa-se algum arrancamento de material nas bordas da marca de desgaste, sendo este arrancamento mais notório para os grupos NT1 e NT2.

É difícil qualificar as falhas por fissura, em modo de tração no SR Nexco™, uma vez que estas são notórias logo no início da marca de desgaste provocado pelo indentador, em todos os grupos de teste.

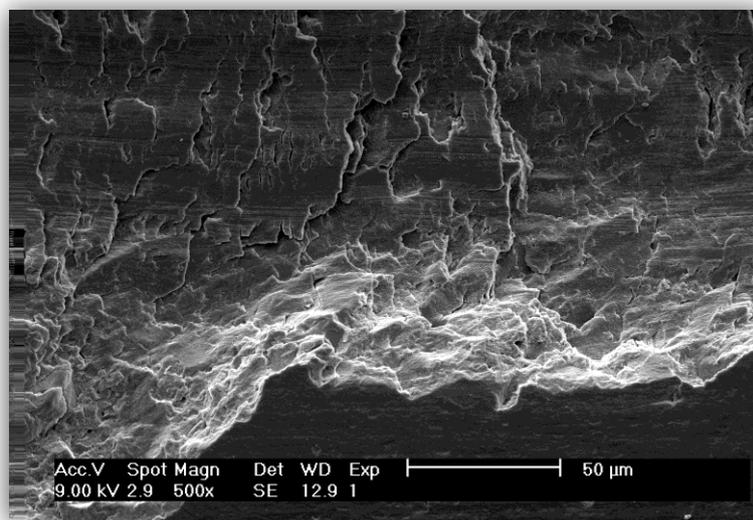


Figura 4.9. Observação do desgaste obtido para o grupo NT2, aumentado 500x. Observou-se deformação plástica no centro da marca de desgaste, e arrancamento nas bordas.

Antunes *et al.* [21] observaram uma boa correlação entre a resistência ao desgaste e o trabalho à fratura, diminuindo o desgaste com o aumento do trabalho à fratura. O trabalho à fratura do SR Nexco™ no grupo NC e NT1 foi muito superior ao trabalho à fratura do grupo GC e GT1. Contudo, o trabalho à fratura para NT2 diminuiu muito, o que explica a diminuição do coeficiente de atrito. A matriz de UDMA sofreu uma degradação geral por causa da absorção de água, diminuindo a sua capacidade de resistir ao avanço do indentador e, conseqüentemente, diminuindo o coeficiente de atrito. O coeficiente de atrito do Grandio®SO aumentou com a termociclagem porque a sua rugosidade superficial aumentou, o que provocou um maior arrancamento de material nos grupos termocicladados.

Após a avaliação qualitativa dos traços deixados pelo indentador no provete, não foi possível quantificar os resultados obtidos, uma vez que os perfis transversais dos traços tinham grandes bocados de material solto, não permitindo distinguir as falhas por arrancamento de eventuais deformações plásticas. Deste modo, optou-se apenas por fazer uma avaliação qualitativa dos materiais em estudo.

5. CONCLUSÕES

No presente estudo, foram avaliadas as propriedades mecânicas e tribológicas de dois compósitos, atualmente em comercialização, de restauração indireta, SR Nexco™ e Grandio®SO, sujeitos a envelhecimento por termociclagem.

De cada um dos materiais foram inicialmente produzidos 40 provetes que foram separados em três grupos. Um deles referia-se aos de provetes de controlo, que não sofreram qualquer tratamento pós-processamento, e foram designados por GC e por NC, respectivamente para os compósitos Grandio®SO e SR Nexco™ Controlo. Dois grupos de provetes de cada material foram submetidos a diferentes níveis de termociclagem, T1 e T2. Os grupos T1 foram sujeitos a 1500 ciclos de termociclagem entre 5°C e 55°C, com um tempo de permanência dos provetes nos banhos de 30 segundos, e os grupos T2 foram sujeitos a 5000 ciclos de termociclagem entre 5°C e 55°C, com um tempo de permanência dos provetes nos banhos de 60 segundos. Seguindo a notação anterior, estes grupos foram designados por GT1, GT2, NT1 e NT2.

No que diz respeito às propriedades mecânicas dos compósitos estudados foi possível concluir que:

- Comparando os grupos Grandio®SO Controlo (GC) e SR Nexco™ Controlo (NC), o módulo de elasticidade de GC, obtido tanto dinâmico como estaticamente, foi cerca de três vezes superior ao de NC;
- A resistência à flexão de GC foi 53,4 % superior à de NC. No entanto, o trabalho à fratura do grupo NC foi 71,3% superior ao obtido para GC;
- O coeficiente de atrito obtido para o grupo NC não foi muito diferente do obtido para GC (1,5%);
- O Grandio®SO possui um módulo de elasticidade e dureza perto da da dentina. A primeira termociclagem (T1) não foi suficiente para degradar as propriedades dos materiais. A segunda termociclagem (T2),

degradou significativamente a resistência à flexão e o trabalho à fratura de ambos os materiais;

- O módulo de elasticidade do Grandio[®]SO não variou significativamente com a termociclagem, mas o módulo de elasticidade do SR Nexco[™] foi afetado pela termociclagem, diminuindo 14,3% para GT2. A dureza não foi afetada pela termociclagem;
- Neste estudo, nenhum dos compósitos satisfaz o requisito mínimo imposto pela norma ISO 4049 (resistência à flexão superior a 80 Mpa), para poderem ser utilizados em restaurações posteriores;
- O coeficiente de atrito do Grandio[®]SO aumentou com a termociclagem, enquanto que o do SR Nexco[™] diminuiu. As propriedades mecânicas do SR Nexco[™] foram mais afetadas pela termociclagem do que as do Grandio[®]SO.
- No que diz respeito avaliação tribológica dos compósitos estudados foi possível concluir que o mecanismo de desgaste predominante no Grandio[®]SO é o arrancamento de partículas da matriz. Para o SR Nexco[™], o principal modo de desgaste observado foi por deformação plástica, com arrancamento de partículas nas bordas da marca de desgaste;
- Os dois compósitos em estudo têm propriedades muito diferentes, o que leva à conclusão que provavelmente têm propósitos diferentes, ou seja, são utilizados em tipos de restaurações diferentes.
- Pelos resultados obtidos neste estudo, conclui-se que o número de ciclos e tempo de permanência dos provetes nos banhos imposto pela norma ISO 11405, não são suficientes para variar as propriedades mecânicas de compósitos de resina atuais. Um maior número de ciclos de termociclagem pode ser representativo do envelhecimento que os materiais de restauração sofrem na cavidade oral.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] P. Hörsted-Bindslev, “Amalgam toxicity - Environmental and occupational hazards,” *J. Dent.*, vol. 32, pp. 359–365, 2004.
- [2] J. L. Drummond, M. D. Cailas, and K. Croke, “Mercury generation potential from dental waste amalgam,” *J. Dent.*, vol. 31, pp. 493–501, 2003.
- [3] Antonio Nanci - Ten Cate's Oral Histology - Development, Structure and Function, 8th Edition, Saunders, Elsevier.
- [4] Beun, Sébastien. Rheological characterization of dental resin composites: fundamental study and clinical applications. Prom. : Leloup, Gaëtane ; Devaux, Jacques (2009) - Tese de doutoramento.
- [5] ANTUNES, Pedro Alexandre de Almeida do Vale – “Physical-mechanical characterization of direct restorative dental materials”, Coimbra: [s.n.], 2012 - Tese de doutoramento.
- [6] Kenneth Anusavice, Chiayi Shen, H. Ralph Rawls – Phillips' Science of Dental Materials, 11th Edition, Saunders, Elsevier.
- [7] I. D. Sideridou, M. M. Karabela, and D. N. Bikiaris, “Aging studies of light cured dimethacrylate-based dental resins and a resin composite in water or ethanol/water.,” *Dent. Mater.*, vol. 23, no. 9, pp. 1142–9, Sep. 2007.
- [8] L. Felipe, J. Schneider, and L. M. Cavalcante, “Silanização de partículas de carga de compósitos odontológicos – revisão de literatura,” *RFO*, Passo Fundo, v. 18, n. 2, p. 254-260, maio/ago. 2013.
- [9] E. Asmussen and A. Peutzfeldt, “Influence of UEDMA , BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites,” *Dent. Mater.*, vol. 5641, no. January, pp. 51–56, 1998.
- [10] S. Beun, T. Glorieux, J. Devaux, J. Vreven, and G. Leloup, “Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites.,” *Dent. Mater.*, vol. 23, no. 1, pp. 51–9, Jan. 2007.
- [11] I. Ikejima, R. Nomoto, and J. F. McCabe, “Shear punch strength and Flexural strength of model composites with varying filler volume fraction , particle size and silanation,” *Dent. Mater.*, vol. 19, pp. 206–211, 2003.
- [12] Catálogo do SR NexcoTM [Internet]; disponível em

www.ivoclarvivadent.com/en/se-nexco-paste

- [13] A. Ramalho, M. D. Braga de Carvalho, and P. V. Antunes, “Effects of temperature on mechanical and tribological properties of dental restorative composite materials,” *Tribol. Int.*, vol. 63, no. 2013, pp. 186–195, Jul. 2013.
- [14] Suzuki S, Leinfelder KF, Kawai K, Tsuchitani Y. "Effect of particle variation on wear rates of posterior composites.", *J Dent* 1995;8173–8 .
- [15] V. V Jain, “Evaluation of second generation indirect composite resins,” no. Agosto, 2008 - Tese de Doutorado.
- [16] T. N. Göhring, L. Gallo, and H. Lüthy, “Effect of water storage, thermocycling, the incorporation and site of placement of glass-fibers on the flexural strength of veneering composite.,” *Dent. Mater.*, vol. 21, no. 8, pp. 761–72, Aug. 2005.
- [17] C. Vaishnavi, S. Kavitha, and L. L. Narayanan, “Comparison of the fracture toughness and wear resistance of indirect composites cured by conventional post curing methods and electron beam irradiation.,” *Journal of conservative dentistry : JCD*, vol. 13, no. 3. pp. 145–7, Jul-2010.
- [18] Catálogo do Grandio[®]SO [Internet]. Disponível em: www.voco.com.
- [19] S. B. Mitra, D. Wu, and B. N. Holmes, “An application of nanotechnology in advanced dental materials,” *J. Dent*, vol. 134, no. 10. pp. 1382–1390, Oct-2003.
- [20] R. M. Pilliar, R. Vowles, and D. F. Williams, “The Effect of Environmental Aging on the Fracture Toughness of Dental Composites,” *J Dent* 66(3):722-726, Março, 1987.
- [21] P. V. Antunes, A. Ramalho, and E. V. P. Carrilho, “Mechanical and wear behaviours of nano and microfilled polymeric composite : Effect of filler fraction and size.” - *Materials and Design* 61 (2014), 50 - 60”.
- [22] R. V. Mesquita and J. Geis-Gerstorfer, “Influence of temperature on the visco-elastic properties of direct and indirect dental composite resins.,” *Dent. Mater.*, vol. 24, no. 5, pp. 623–32, May 2008.
- [23] R. V. Mesquita, D. Axmann, and J. Geis-Gerstorfer, “Dynamic visco-elastic properties of dental composite resins.,” *Dent. Mater.*, vol. 22, no. 3, pp. 258–67, Mar. 2006.
- [24] N. Ilie and R. Hickel, “Resin composite restorative materials.,” *Aust. Dent. J.*, vol. 56 Suppl 1, pp. 59–66, Jun. 2011.
- [25] S. D. Heintze, G. Zellweger, and G. Zappini, “The relationship between physical parameters and wear of dental composites,” *Wear*, vol. 263, no. 7–12, pp. 1138–

- 1146, Sep. 2007.
- [26] C. P. Turssi, J. L. Ferracane, and K. Vogel, "Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites," *Biomaterials*, vol. 26, pp. 4932–4937, 2005.
- [27] S. Palaniappan, J.-P. Celis, B. Van Meerbeek, M. Peumans, and P. Lambrechts, "Correlating in vitro scratch test with in vivo contact free occlusal area wear of contemporary dental composites.," *Dent. Mater.*, vol. 29, no. 3, pp. 259–68, Mar. 2013.
- [28] M. . Gale and B. . Darvell, "Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations," *J. Dent.*, vol. 27, no. 2, pp. 89–99, Feb. 1999.
- [29] D. Y. Papadogiannis, R. S. Lakes, Y. Papadogiannis, and G. Palaghias, "The effect of temperature on the viscoelastic properties of nano-hybrid composites," *Dent. Mater.*, vol. 24, pp. 257–266, 2008.
- [30] L. Musanje and B. W. Darvell, "Effects of strain rate and temperature on the mechanical properties of resin composites," *Dent. Mater.*, vol. 20, pp. 750–765, 2004.
- [31] Ferracane J. L., Berge H. X., Condon J. R., "In vitro aging of dental composites in water--effect of degree of conversion, filler volume, and fillermatrix coupling," *J Biomed Mater Res*. 1998 Dec 5;42(3):465-72. .
- [32] F. Andersson and U. Elgh, "Influence of pH and storage time on the sorption and solubility behaviour of three composite resin materials," *J. Dent.*, vol. 29, pp. 0–6, 2001.
- [33] A. Prakki, R. Cilli, R. F. L. Mondelli, S. Kalachandra, and J. C. Pereira, "Influence of pH environment on polymer based dental material properties.," *J. Dent.*, vol. 33, no. 2, pp. 91–8, Feb. 2005.
- [34] M. D. Weir, J. L. Moreau, E. D. Levine, H. E. Strassler, L. C. Chow, and H. H. K. Xu, "Nanocomposite containing CaF(2) nanoparticles: thermal cycling, wear and long-term water-aging.," *Dent. Mater.*, vol. 28, no. 6, pp. 642–52, Jun. 2012.
- [35] Gökçe Meriç, I. Eystein Ruyter, "Effect of thermal cycling on composites reinforced with two differently sized silica-glass fibers.," *J. Dent.*, vol. 23, Issue 9, September 2007.
- [36] A. L. Morresi, M. D'Amario, M. Capogreco, R. Gatto, G. Marzo, C. D'Arcangelo, and A. Monaco, "Thermal cycling for restorative materials: does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review.," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 29, no. 2014, pp. 295–308, Jan. 2014.
- [37] F.L.B. Amaral, V. Colucci, R.G. Palma-Dibb, S.A.M. Corona, "Assessment of in

- vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review.", *J Esthet Restor Dent.* 2007;19(6):340-53.
- [38] R. Janda, J.-F. Roulet, M. Latta, and S. Rüttermann, "The effects of thermocycling on the flexural strength and flexural modulus of modern resin-based filling materials.," *Dent. Mater.*, vol. 22, no. 12, pp. 1103–8, Dec. 2006.
- [39] M. Braem, P. Lambrechts, V. Van Doren, and G. Vanherle, "The Impact of Composite Structure on Its Elastic Response," *Journal of Dental Research*, vol. 65, no. 5. pp. 648–653, 01-May-1986.
- [40] P. U. Tester, "Autograph AG-X Series." [Internet]; disponível em <https://www.ssi.shimadzu.com/products/literature/Testing/C224-E045.pdf>
- [41] F. Mujika, "On the difference between flexural moduli obtained by three-point and four-point bending tests," *Polym. Test.*, vol. 25, no. 2, pp. 214–220, Apr. 2006.
- [42] G. Willems, P. Lambrechts, M. Braem, J. P. Celis, and G. Vanherle, "A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics.," *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*, vol. 8. pp. 310–319, 1992.
- [43] M. Wong, G. T. Lim, a. Moyse, J. N. Reddy, and H. J. Sue, "A new test methodology for evaluating scratch resistance of polymers," *Wear*, vol. 256, no. May, pp. 1214–1227, 2004.
- [44] <http://graphpad.com/support/faqid/1598/> (acedido em Fevereiro de 2015).
- [45] J. L. Ferracane and H. X. Berge, "Fracture Toughness of Experimental Dental Composites Aged in Ethanol," *Journal of Dental Research*, vol. 74, no. 7, pp. 1418–1423, 1995.
- [46] C. T. Ho, T. V Vijayaraghavan, S. Y. Lee, A. Tsai, H. M. Huang, and L. C. Pan, "Flexural behaviour of post-cured composites at oral-simulating temperatures.," *Journal of oral rehabilitation*, vol. 28. pp. 658–667, 2001.
- [47] E. C. Kao, "Influence of food-simulating solvents on resin composites and glass-ionomer restorative cement.," *Academy of Dental Mat.*, vol. 5. pp. 201–208, 1989.
- [48] S. Y. Lee, H. M. Huang, C. Y. Lin, and Y. H. Shih, "Leached components from dental composites in oral simulating fluids and the resultant composite strengths.," *Journal of oral rehabilitation*, vol. 25. pp. 575–588, 1998.
- [49] D. Zaytsev and P. Panfilov, "Deformation behavior of human enamel and dentin-enamel junction under compression.," *Mater. Sci. Eng. C. Mater. Biol. Appl.*, vol. 34, no. 2014, pp. 15–21, Jan. 2014.

ANEXO A

Resultados do ensaio de vibração induzida por excitação por impulso.

Grandio® SO

| Provetes | GC | | GT | | Provetes | GT2 | |
|--------------|-----------------------|--|-----------------------|--------------------|----------------|-----------------------|--|
| | E _{dinâmico} | | E _{dinâmico} | | | E _{dinâmico} | |
| GC - 1 | 26,41448995 | | GT1 - 1 | 25,36030441 | GT2 - 1 | 24,03038221 | |
| GC - 2 | 23,7288095 | | GT1 - 2 | 24,522285 | GT2 - 2 | 24,5178822 | |
| GC - 3 | 26,6210324 | | GT1 - 3 | 24,4597064 | GT2 - 3 | 29,4243456 | |
| GC - 4 | 25,07223031 | | GT1 - 4 | 25,42851072 | GT2 - 4 | 23,24205101 | |
| GC - 5 | 24,34077057 | | GT1 - 5 | 25,35399183 | GT2 - 5 | 23,31036456 | |
| GC - 6 | 24,92339066 | | GT1 - 6 | 25,67800582 | GT2 - 6 | 25,34332998 | |
| GC - 7 | 25,3812355 | | GT1 - 7 | 24,63993962 | GT2 - 7 | 25,03577341 | |
| GC - 8 | 25,84301282 | | GT1 - 8 | 25,0324203 | GT2 - 8 | 23,60462888 | |
| GC - 9 | 24,69687671 | | GT1 - 9 | 25,76072487 | GT2 - 9 | 24,58826359 | |
| GC - 10 | 24,10185034 | | GT1 - 10 | 21,40688844 | GT2 - 10 | 23,57490143 | |
| Média | 25,11236988 | | GT1 - 11 | 24,87171182 | Média | 24,66719718 | |
| STD | 0,912053757 | | GT1 - 12 | 24,61908759 | STD | 1,727778557 | |
| | | | GT1 - 13 | 21,7169906 | | | |
| | | | GT1 - 14 | 24,83911686 | | | |
| | | | GT1 - 15 | 25,32798416 | | | |
| | | | GT1 - 16 | 24,59620235 | | | |
| | | | GT1 - 17 | 23,61413835 | | | |
| | | | GT1 - 18 | 24,58361689 | | | |
| | | | GT1 - 19 | 24,88663372 | | | |
| | | | GT1 - 20 | 24,92981701 | | | |
| | | | Média | 24,58271705 | | | |
| | | | STD | 1,115262398 | | | |

De acordo com o teste de Grubber, o provete módulo de elasticidade dinâmico do provete GT2 – 3 tem um resultado atípico comparado com os restantes provetes deste grupo, portanto não foi incluído no cálculo do valor médio da Tabela 4.2. Este valor aumentaria a média de $24,1 \pm 0,72$ Gpa para $24,7 \pm 1,7$ Gpa.

SR Nexco™

| | | NT | | | |
|--------------|--------------------|--------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|
| Provetes | NC | Provetes | E _{dinâmico} | Provetes | NT2 |
| | | | | E _{dinâmico} | |
| NC - 1 | 9,80221594 | NT1 - 1 | 9,8542963 | NT2 - 1 | 8,60554822 |
| NC - 2 | 8,877382598 | NT1 - 2 | 9,890439025 | NT2 - 2 | 9,659298105 |
| NC - 3 | 9,687568976 | NT1 - 3 | 10,09601975 | NT2 - 3 | 10,19569981 |
| NC - 4 | 10,01687663 | NT1 - 4 | 9,497330272 | NT2 - 4 | 8,89277488 |
| NC - 5 | 9,9912512 | NT1 - 5 | 9,665558828 | NT2 - 5 | 8,898007283 |
| NC - 6 | 10,06815536 | NT1 - 6 | 9,944599495 | NT2 - 6 | 9,109915512 |
| NC - 7 | 8,657253224 | NT1 - 7 | 9,61191572 | NT2 - 7 | 9,198834143 |
| NC - 8 | 9,264477065 | NT1 - 8 | 10,83245638 | NT2 - 8 | 8,760173051 |
| NC - 9 | 8,871998775 | NT1 - 9 | 9,751872425 | NT2 - 9 | 8,676297807 |
| NC - 10 | 9,575629874 | NT1 - 10 | 9,232656555 | NT2 - 10 | 8,364974219 |
| Média | 9,48181529 | NT1 - 11 | 9,93634866 | Média | 9,036052963 |
| STD | 0,500647258 | NT1 - 12 | 9,82851216 | STD | 0,514473007 |
| | | NT1 - 13 | 9,718337764 | | |
| | | NT1 - 14 | 10,08870004 | | |
| | | NT1 - 15 | 10,1282792 | | |
| | | NT1 - 16 | 9,87358727 | | |
| | | NT1 - 17 | 9,880545576 | | |
| | | NT1 - 18 | 9,490944627 | | |
| | | NT1 - 19 | 9,417597971 | | |
| | | NT1 - 20 | 9,447581535 | | |
| | | Média | 9,809378966 | | |
| | | STD | 0,33527305 | | |

O provete NT2 - 3 partiu-se durante o ensaio de vibração induzida por excitação por impulso.

ANEXO B

Resultados do ensaio de flexão em quatro pontos.

Grandio® SO

Grupo GC

| Provetes | $S_{flexão}$ [Mpa] | $\delta_{máximo}$ [mm] | $F_{máxima}$ [N] | I | $E_{estático}$ [GPa] | $\frac{F_{máxima}}{\delta_{máximo}}$ [N/mm] | $W_{fratura}$ [J/m ²] |
|--------------|-----------------------|---------------------------|---------------------|--------------|-------------------------|--|--------------------------------------|
| GC - 1 | 40,25 | 0,1737 | 38,90 | 6,61 | 21,58 | 214,05 | 373,064 |
| GC - 2 | 67,06 | 0,3989 | 61,76 | 5,84 | 19,72 | 172,60 | 439,349 |
| GC - 3 | 79,36 | 0,3969 | 83,25 | 7,05 | 22,02 | 233,03 | 1598,778 |
| GC - 4 | 89,13 | 0,4353 | 79,63 | 5,38 | 25,23 | 203,44 | 1720,127 |
| GC - 5 | 61,39 | 0,3171 | 86,19 | 10,44 | 18,98 | 297,24 | 1060,196 |
| GC - 6 | 93,07 | 0,4550 | 91,70 | 6,58 | 19,85 | 195,88 | 1979,235 |
| GC - 7 | 117,32 | 0,4564 | 135,33 | 8,37 | 27,06 | 339,59 | 2952,321 |
| GC - 8 | 59,52 | 0,3004 | 53,71 | 5,74 | 21,80 | 187,55 | 854,878 |
| GC - 9 | 86,81 | 0,3592 | 109,03 | 9,85 | 20,23 | 298,92 | 1721,436 |
| GC - 10 | 87,50 | 0,3361 | 119,43 | 10,59 | 23,37 | 371,43 | 1659,337 |
| Média | 78,14 | 0,36 | 85,89 | 7,64 | 21,98 | 251,37 | 1435,87 |
| STD | 20,564 | 0,082 | 28,302 | 1,911 | 2,455 | 66,291 | 737,224 |

Grupo GT

| Provetes | $S_{flexão}$ [Mpa] | $\delta_{máximo}$ [mm] | $F_{máxima}$ [N] | I | $E_{estático}$ [GPa] | $\frac{F_{máxima}}{\delta_{máximo}}$ [N/mm] | $W_{fratura}$ [J/m ²] |
|-----------------|-----------------------|---------------------------|---------------------|--------------|-------------------------|--|--------------------------------------|
| GT1 - 1 | 123,15 | 0,5937 | 162,25 | 9,03 | 21,31 | 288,81 | 3511,028 |
| GT1 - 2 | 80,44 | 0,2843 | 98,66 | 8,72 | 27,63 | 361,57 | 644,563 |
| GT1 - 3 | 106,68 | 0,4473 | 128,63 | 8,98 | 21,21 | 285,57 | 2525,946 |
| GT1 - 4 | 109,97 | 0,5136 | 127,91 | 7,91 | 21,98 | 260,93 | 2723,771 |
| GT1 - 5 | 82,60 | 0,4597 | 96,30 | 7,84 | 20,20 | 237,44 | 1883,169 |
| GT1 - 6 | 55,34 | 0,2222 | 69,73 | 8,18 | 23,66 | 290,19 | 556,143 |
| GT1 - 7 | 42,10 | 0,1745 | 56,85 | 9,34 | 24,32 | 340,74 | 370,850 |
| GT1 - 8 | 125,10 | 0,5962 | 152,13 | 9,02 | 20,49 | 277,17 | 3940,258 |
| GT1 - 9 | 85,77 | 0,3286 | 90,18 | 7,32 | 27,68 | 303,93 | 1422,772 |
| GT1 - 10 | 30,54 | 0,1873 | 31,28 | 6,38 | 17,35 | 165,93 | 279,002 |
| GT1 - 11 | 53,69 | 0,2312 | 76,05 | 10,24 | 20,17 | 310,00 | 608,475 |
| GT1 - 12 | 147,53 | 0,7554 | 161,89 | 7,82 | 18,73 | 219,63 | 5643,067 |
| GT1 - 13 | 68,65 | 0,4087 | 85,41 | 8,28 | 17,81 | 221,10 | 1221,082 |
| GT1 - 14 | 99,50 | 0,5140 | 98,91 | 6,58 | 18,92 | 186,84 | 2326,610 |
| GT1 - 15 | 61,78 | 0,3102 | 82,51 | 9,03 | 21,85 | 295,79 | 958,234 |
| GT1 - 16 | 72,30 | 0,3286 | 77,87 | 8,32 | 19,92 | 248,69 | 1284,491 |
| GT1 - 17 | 61,83 | 0,2825 | 79,34 | 9,99 | 20,58 | 308,42 | 1032,874 |
| GT1 - 18 | 103,63 | 0,4621 | 122,21 | 8,60 | 23,49 | 303,13 | 2593,316 |
| GT1 - 19 | 58,96 | 0,2128 | 84,27 | 10,10 | 26,11 | 395,77 | 661,636 |
| GT1 - 20 | 86,43 | 0,4406 | 77,52 | 5,41 | 25,13 | 203,83 | 1588,806 |
| Média | 82,80 | 0,39 | 98,00 | 8,35 | 21,93 | 275,27 | 1788,80 |
| STD | 29,500 | 0,154 | 33,772 | 1,221 | 2,972 | 56,721 | 1352,913 |

O provete GT1 - 12, que se deformou imenso antes de fraturar, obteve um $W_{fratura}$ de 5643,07 J/m². Se tivesse sido considerado este provete, um dos vinte testados, o valor médio do $W_{fratura}$ aumentaria mais de 200 J/m², passando de 1585,95 ± 1050,57 J/m² para 1788,80 ± 1352,913 J/m².

Grupo GT2

| Provetes | S _{flexão} [Mpa] | $\delta_{\text{máximo}}$ [mm] | F _{máxima} [N] | I | E _{estático} [GPa] | $\frac{F_{\text{máxima}}}{\delta_{\text{máximo}}}$ [N/mm] | W _{fratura} [J/m ²] |
|--------------|------------------------------|----------------------------------|----------------------------|--------------|--------------------------------|--|---|
| GT2 - 1 | 61,36 | 0,2332 | 78,73 | 9,48 | 24,54 | 349,01 | 773,248 |
| GT2 - 2 | 100,01 | 0,4418 | 120,54 | 8,76 | 21,03 | 276,43 | 2281,522 |
| GT2 - 3 | 75,15 | 0,3589 | 102,94 | 9,56 | 19,28 | 276,61 | 1317,355 |
| GT2 - 4 | 68,18 | 0,3590 | 53,62 | 4,75 | 22,31 | 158,98 | 1082,386 |
| GT2 - 5 | 48,00 | 0,2671 | 49,31 | 6,79 | 19,81 | 201,90 | 614,723 |
| GT2 - 6 | 43,91 | 0,1792 | 52,97 | 9,09 | 20,97 | 286,03 | 458,259 |
| GT2 - 7 | 64,11 | 0,2869 | 88,46 | 10,09 | 22,38 | 338,85 | 1021,763 |
| GT2 - 8 | 40,44 | 0,1161 | 52,57 | 10,33 | 27,98 | 433,68 | 303,750 |
| GT2 - 9 | 90,24 | 0,6424 | 77,66 | 5,02 | 18,07 | 136,15 | 2401,632 |
| GT2 - 10 | 40,94 | 0,1566 | 57,14 | 11,23 | 22,18 | 373,70 | 404,649 |
| Média | 63,23 | 0,30 | 73,39 | 8,51 | 21,86 | 283,13 | 1065,93 |
| STD | 19,684 | 0,148 | 23,358 | 2,120 | 2,682 | 90,569 | 707,384 |

SR Nexco™

Grupo NC

| Provetes | S _{flexão} [Mpa] | $\delta_{\text{máximo}}$ [mm] | F _{máxima} [N] | I | E _{estático} [GPa] | $\frac{F_{\text{máxima}}}{\delta_{\text{máximo}}}$ [N/mm] | W _{fratura} [J/m ²] |
|---------------|------------------------------|----------------------------------|----------------------------|--------------|--------------------------------|--|---|
| NC - 1 | 66,02 | 1,0012 | 102,86 | 12,41 | 6,81 | 126,89 | 3964,257 |
| NC - 2 | 43,23 | 0,8709 | 58,31 | 10,03 | 4,27 | 64,25 | 1897,920 |
| NC - 3 | 47,45 | 0,7171 | 48,33 | 7,31 | 7,13 | 78,22 | 1809,709 |
| NC - 4 | 75,87 | 1,3950 | 122,68 | 12,88 | 6,46 | 124,83 | 6859,821 |
| NC - 5 | 45,96 | 0,7301 | 56,87 | 9,27 | 5,49 | 76,31 | 1725,966 |
| NC - 6 | 66,61 | 1,1569 | 71,94 | 7,67 | 5,48 | 63,01 | 3878,185 |
| NC - 7 | 52,88 | 0,9408 | 84,36 | 13,09 | 5,03 | 98,87 | 2907,424 |
| NC - 8 | 42,15 | 0,8148 | 52,39 | 8,91 | 5,13 | 68,55 | 1701,367 |
| NC - 9 | 40,49 | 0,7544 | 62,87 | 12,93 | 4,53 | 87,82 | 1740,679 |
| NC - 10 | 52,95 | 0,9369 | 62,83 | 8,39 | 6,33 | 79,71 | 2508,424 |
| Média | 53,36 | 0,93 | 72,34 | 10,29 | 5,67 | 86,85 | 2899,38 |
| STD | 11,517 | 0,201 | 22,806 | 2,201 | 0,924 | 22,004 | 1558,045 |

O provete NC – 4, que se deformou imenso antes de fraturar, obteve um $W_{fratura}$ de 6859,82 J/m². Como só foram estudados 10 provetes no grupo NC, este valor

anormal provocaria um aumento muito grande, tanto na média como no desvio padrão, desta propriedade. O $W_{fratura}$ obtido para NC foi de 2459,33 (872,23) J/m² e, considerando este provete, passaria para 2899,38 (1558,045) J/m², aumentando mais de 400 J/m².

Grupo NT

| Provetes | $S_{flexão}$ [Mpa] | $\delta_{máximo}$ [mm] | $F_{máxima}$ [N] | I | $E_{estático}$ [GPa] | $\frac{F_{máxima}}{\delta_{máximo}}$ [N/mm] | $W_{fratura}$ [J/m ²] |
|--------------|-----------------------|---------------------------|---------------------|--------------|-------------------------|--|--------------------------------------|
| NT1 - 1 | 55,18 | 0,5925 | 89,43 | 13,43 | 7,07 | 142,30 | 1828,935 |
| NT1- 2 | 62,49 | 0,6399 | 114,21 | 15,32 | 8,79 | 202,17 | 2430,509 |
| NT1 - 3 | 33,84 | 0,3869 | 56,97 | 14,42 | 7,18 | 155,27 | 818,383 |
| NT1 - 4 | 58,25 | 0,8059 | 110,74 | 16,75 | 6,50 | 163,32 | 3038,638 |
| NT1 - 5 | 43,14 | 0,4734 | 65,10 | 12,22 | 7,46 | 136,75 | 1146,799 |
| NT1 - 6 | 77,76 | 0,9080 | 132,23 | 13,98 | 7,57 | 158,67 | 4274,747 |
| NT1 - 7 | 54,15 | 0,7448 | 86,07 | 12,64 | 5,87 | 111,41 | 2205,331 |
| NT1 - 8 | 39,99 | 0,5794 | 59,12 | 11,58 | 6,84 | 118,87 | 1322,559 |
| NT1 - 9 | 67,38 | 0,8379 | 93,40 | 11,49 | 6,83 | 117,70 | 3118,560 |
| NT1 - 10 | 75,82 | 0,9772 | 104,40 | 11,22 | 7,39 | 124,46 | 4475,441 |
| NT1 - 11 | 74,50 | 0,9989 | 120,35 | 13,03 | 7,06 | 137,96 | 4333,797 |
| NT1 - 12 | 65,49 | 0,8123 | 118,93 | 14,95 | 7,05 | 158,02 | 3084,453 |
| NT1 - 13 | 69,91 | 0,8633 | 119,39 | 14,53 | 6,24 | 136,00 | 3568,131 |
| NT1 - 14 | 60,82 | 0,7397 | 106,47 | 14,40 | 7,08 | 152,86 | 2577,523 |
| NT1 - 15 | 47,99 | 0,6359 | 77,18 | 12,68 | 5,96 | 113,44 | 1612,582 |
| NT1 - 16 | 59,85 | 0,8287 | 86,74 | 12,19 | 5,46 | 99,95 | 2887,441 |
| NT1 - 17 | 56,57 | 0,6561 | 96,89 | 14,02 | 7,31 | 153,68 | 2112,786 |
| NT1 - 18 | 50,23 | 0,6096 | 98,36 | 16,85 | 6,12 | 154,59 | 1799,893 |
| NT1 - 19 | 48,03 | 0,6591 | 66,68 | 11,24 | 5,55 | 93,62 | 1731,076 |
| NT1 - 20 | 67,06 | 0,8322 | 117,97 | 14,67 | 7,10 | 156,27 | 3265,236 |
| Média | 58,42 | 0,73 | 96,03 | 13,58 | 6,82 | 139,37 | 2581,64 |
| STD | 11,811 | 0,157 | 21,776 | 1,653 | 0,771 | 25,136 | 1043,665 |

Grupo NT2

| Provetes | S _{flexão} [Mpa] | δ _{máximo} [mm] | F _{máxima} [N] | I | E _{estático} [GPa] | $\frac{F_{máxima}}{\delta_{máximo}}$ [N/mm] | W _{fratura} [J/m ²] |
|--------------|------------------------------|-----------------------------|----------------------------|--------------|--------------------------------|--|---|
| NT2 - 1 | 28,27 | 0,4530 | 29,60 | 8,24 | 5,54 | 68,51 | 750,905 |
| NT2 - 2 | 45,13 | 0,5065 | 78,76 | 14,47 | 7,89 | 171,21 | 1351,788 |
| NT2 - 3 | - | - | - | - | - | - | - |
| NT2 - 4 | 20,48 | 0,4458 | 23,23 | 8,09 | 4,77 | 57,91 | 508,716 |
| NT2 - 5 | 17,36 | 0,3505 | 24,70 | 11,11 | 4,47 | 74,47 | 373,723 |
| NT2 - 6 | 41,10 | 0,7218 | 49,90 | 9,72 | 5,11 | 74,56 | 1739,517 |
| NT2 - 7 | 23,24 | 0,3732 | 34,86 | 11,94 | 4,93 | 88,23 | 469,728 |
| NT2 - 8 | 19,32 | 0,4378 | 23,40 | 8,50 | 4,43 | 56,49 | 439,541 |
| NT2 - 9 | 23,74 | 0,4716 | 27,22 | 8,51 | 4,99 | 63,67 | 634,362 |
| NT2 - 10 | 17,34 | 0,3180 | 29,47 | 14,17 | 4,62 | 98,12 | 354,450 |
| Média | 26,22 | 0,45 | 35,68 | 10,53 | 5,19 | 83,68 | 735,86 |
| STD | 9,639 | 0,111 | 17,101 | 2,385 | 1,006 | 33,489 | 457,538 |

O provete NT2 – 3 partiu-se durante o ensaio de vibração induzida por excitação por impulso.

O provete NT2 – 2 não foi incluído nos valores médios apresentados na Tabela 4.3, uma vez que foi considerado um valor atípico pelo teste de Grubber, aumentando o valor do módulo de elasticidade estático de $4,9 \pm 0,35$ para $5,2 \pm 1,00$. Pode parecer um aumento pequeno, mas em termos percentuais é um aumento de 5% em relação ao grupo de controlo.

ANEXO C

Resultados do ensaio à microdureza.

Grandio® SO

| Provetes | GC | | Provetes | GT | | Provetes | GT2 | |
|--------------|----------------|--------|--------------|----------------|--------|--------------|----------------|-------|
| | Média | STD | | Média | STD | | Média | STD |
| GC - 1 | 1148,75 | 72,28 | GT1 - 1 | 1066,84 | 18,84 | GT2 - 1 | 1024,70 | 85,79 |
| GC - 2 | 1102,40 | 96,20 | GT1 - 2 | 1079,10 | 46,53 | GT2 - 2 | 1030,05 | 74,71 |
| GC - 3 | 1104,61 | 85,21 | GT1 - 3 | 1107,55 | 61,65 | GT2 - 3 | 993,02 | 55,86 |
| GC - 4 | 1099,95 | 109,26 | GT1 - 4 | 1032,50 | 29,73 | GT2 - 4 | 1030,05 | 9,81 |
| GC - 5 | 1113,51 | 110,93 | GT1 - 5 | 1120,79 | 10,69 | GT2 - 5 | 1029,36 | 42,40 |
| GC - 6 | 1067,33 | 46,18 | GT1 - 6 | 1086,95 | 58,99 | GT2 - 6 | 1121,28 | 81,14 |
| GC - 7 | 996,62 | 294,96 | GT1 - 7 | 1064,39 | 45,22 | GT2 - 7 | 1031,62 | 92,68 |
| GC - 8 | 1097,83 | 61,83 | GT1 - 8 | 1236,06 | 42,31 | GT2 - 8 | 1027,11 | 28,89 |
| GC - 9 | 1098,72 | 84,39 | GT1 - 9 | 1102,28 | 132,47 | GT2 - 9 | 1119,32 | 57,11 |
| GC - 10 | 1214,48 | 34,77 | GT1 - 10 | 1086,46 | 69,84 | GT2 - 10 | 1033,17 | 86,99 |
| Média | 1104,42 | | GT1 - 11 | 1054,58 | 68,84 | Média | 1043,97 | |
| STD | 52,21 | | GT1 - 12 | 1066,84 | 63,72 | STD | 39,72 | |
| | | | GT1 - 13 | 949,22 | 75,62 | | | |
| | | | GT1 - 14 | 1172,30 | 17,69 | | | |
| | | | GT1 - 15 | 1118,34 | 30,24 | | | |
| | | | GT1 - 16 | 1118,34 | 41,04 | | | |
| | | | GT1 - 17 | 1069,09 | 54,09 | | | |
| | | | GT1 - 18 | 1100,68 | 77,26 | | | |
| | | | GT1 - 19 | 1132,07 | 47,49 | | | |
| | | | GT1 - 20 | 1101,17 | 76,42 | | | |
| | | | Média | 1093,28 | | | | |
| | | | STD | 54,59 | | | | |

 Provetes indentados 10 vezes

SR Nexco™

| Provetes | NC | | Provetes | NT | | Provetes | NT2 | |
|--------------|---------------|-------|--------------|---------------|-------|--------------|---------------|-------|
| | Média | STD | | Média | STD | | Média | STD |
| NC - 1 | 316,13 | 15,35 | NT1 - 1 | 330,84 | 15,31 | NT2 - 1 | 318,83 | 26,34 |
| NC - 2 | 343,10 | 29,14 | NT1 - 2 | 355,39 | 20,02 | NT2 - 2 | 324,09 | 21,40 |
| NC - 3 | 322,65 | 19,70 | NT1 - 3 | 358,31 | 13,88 | NT2 - 3 | - | - |
| NC - 4 | 335,99 | 7,80 | NT1 - 4 | 353,41 | 13,91 | NT2 - 4 | 321,57 | 17,32 |
| NC - 5 | 320,69 | 15,59 | NT1 - 7 | 357,53 | 15,14 | NT2 - 5 | 291,28 | 42,88 |
| NC - 6 | 347,18 | 20,73 | NT1 - 8 | 338,94 | 24,49 | NT2 - 6 | 318,43 | 12,15 |
| NC - 7 | 351,82 | 23,60 | NT1 - 9 | 323,24 | 18,49 | NT2 - 7 | 284,98 | 18,83 |
| NC - 8 | 334,03 | 28,17 | NT1 - 10 | 368,12 | 30,73 | NT2 - 8 | 286,99 | 26,01 |
| NC - 9 | 322,26 | 19,68 | NT1 - 11 | 325,45 | 15,88 | NT2 - 9 | 304,85 | 25,03 |
| NC - 10 | 339,43 | 27,72 | NT1 - 15 | 386,16 | 34,67 | NT2 - 10 | 323,24 | 26,66 |
| Média | 333,33 | | NT1 - 16 | 341,39 | 18,77 | Média | 308,25 | |
| STD | 11,69 | | NT1 - 17 | 339,92 | 10,42 | STD | 15,50 | |
| | | | NT1 - 18 | 315,15 | 9,19 | | | |
| | | | NT1 - 19 | 335,26 | 18,81 | | | |
| | | | NT1 - 20 | 380,45 | 30,79 | | | |
| | | | Média | 345,19 | | | | |
| | | | STD | 18,24 | | | | |

Provetes indentados 10 vezes

O provete NT2_3 partiu-se durante o ensaio de vibração induzida por excitação por impulso.