

EFEITO DAS VARIÁVEIS MICROESTRUTURAIS NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS DE CIMENTO IONÔMERO DE VIDRO CONVENCIONAL

Taís Munhoz Machado Garcia de Oliveira

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

Aprovada por:

Prof. Luiz Henrique de Almeida, D.Sc.

Prof. Fernando Luiz Bastian, Ph.D.

Prof. Tsuneharu Ogasawara, D.Sc.

Prof. Ivo Carlos Corrêa, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL
SETEMBRO DE 2005

DE OLIVEIRA, TAÍS MUNHOZ MACHADO
GARCIA

Efeito das Variáveis Microestruturais nas
Propriedades Mecânicas de Cimento Ionômero de
Vidro Convencional [Rio de Janeiro] 2005

X, 99 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, M.Sc.,
Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2005)

Dissertação – Universidade Federal do Rio de
Janeiro, COPPE

1. Cimento Ionômero de Vidro

2. Propriedades Mecânicas

I. COPPE/UFRJ

II. Título (série)

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

EFEITO DAS VARIÁVEIS MICROESTRUTURAIS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE CIMENTO IONÔMERO DE VIDRO CONVENCIONAL

Taís Munhoz Machado Garcia de Oliveira

Setembro/2005

Orientador: Luiz Henrique de Almeida

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O objetivo deste estudo foi determinar a resistência mecânica em flexão e a microdureza Vickers em função da fração volumétrica e da distribuição granulométrica das partículas de vidro bem como da fração volumétrica de porosidades presentes em cimentos ionômero de vidro comerciais.

Foram utilizados os cimentos *Fuji I*[®] (GC Corp) e *Fuji IX*[®] (GC Corp) que apresentam partículas de vidro com diferentes granulometrias. Além disso, foram obtidas por peneiração do pó do *Fuji IX*[®] mais duas faixas granulométricas. As amostras foram preparadas com proporção pó:líquido de 1,8:1g e 3,6:1g e mantidas em água destilada a $37^{\circ} \pm 2$ por 24 horas antes dos ensaios. A análise de variância (ANOVA) e o teste LSD foram utilizados para determinar as variáveis determinantes em cada ensaio.

A combinação de granulometria mais fina (*Fuji I*[®]) e maior proporção pó:líquido (3,6:1g) apresentou o melhor limite de resistência à flexão e o maior dureza Vickers, sendo que todas as amostras preparadas com a maior proporção pó:líquido foram mais resistentes e mais duras que aquelas preparadas com a proporção de 1,8:1g. Tanto a granulometria quanto a proporção pó:líquido foram variáveis determinantes no índice de dureza das amostras. Resultados de limite de resistência à flexão mais elevados, dentro de um mesmo grupo, foram correlacionados com menores frações volumétricas de porosidade.

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

EFFECT OF MICROSTRUCTURAL VARIABLES ON MECHANICAL
PROPERTIES OF CONVENTIONAL GLASS IONOMER CEMENT

Taís Munhoz Machado Garcia de Oliveira

September/2005

Advisor: Luiz Henrique de Almeida

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The aim of this study was to determine the flexural strength and Vickers hardness depending on the volumetric fraction and the grain size distribution of glass particles as well as of the volumetric fraction of porosities in commercial glass ionomer cements.

The glass ionomers used were *Fuji I*[®] (GC Corp) and *Fuji IX*[®] (GC Corp) and they showed different glass particles granulometry. Additionally, powders in two other powder size range were obtained by winnowing of the powder of *Fuji IX*[®]. The samples were fabricated with powder:liquid ratio of 1,8:1g and 3,6:1g and stored in distilled water $37^{\circ} \pm 2$ for 24 hours before the tests. The analysis of variance (ANOVA) and LSD test were used to determine significance among variables in each test.

The combination of finer granulometry (*Fuji I*[®]) and higher powder:liquid ratio (3,6:1g) showed the best flexural strength and the higher Vickers hardness number, being noticed that all the samples prepared with the higher powder:liquid ratio were more resistant and harder than those prepared with the ratio of 1,8:1g. The granulometry and the powder:liquid ratio were determinative variables in the index of hardness of the samples. Better flexural strength values were correlated with lower volumetric fractions of porosity and higher powder:liquid ratio.

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1. FASE VÍTREA	3
2.2. MATERIAIS IONOMÉRICOS	7
2.3. MATERIAIS COMPÓSITOS	10
2.4. CIMENTO CONVENCIONAL	11
2.5. CIMENTOS ODONTOLÓGICOS	11
2.6. CIMENTO IONÔMERO DE VIDRO	12
2.6.1. HISTÓRICO	12
2.6.2. REAÇÃO DE CURA	13
2.6.3. PROPRIEDADES	15
2.6.4. MODIFICAÇÕES	20
2.6.5. CIV COMERCIAL	22
2.7. TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO	24
3. MATERIAIS E MÉTODOS	29
3.1. MATERIAIS	29
3.2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	30
3.2.1. CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS ESTUDADOS	30
3.2.1.1. DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA	30
3.2.1.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ENERGIA DISPERSIVA POR RAIOS X (EDS)	31
3.2.1.3. PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA ENSAIOS MECÂNICOS E MICROGRAFIA	31
3.2.2. CARACTERIZAÇÃO DO CIMENTO	32
3.2.2.1. MICROSCOPIA ÓTICA	32
3.2.2.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E EDS	32
3.2.2.3. ANÁLISE MICROESTRUTURAL	33
3.2.3. METODOLOGIA PARA SEPARAÇÃO DAS PARTÍCULAS	33
3.2.3.1. DECANTAÇÃO E ELUTRIAÇÃO	33
3.2.3.2. SEPARAÇÃO POR PENEIRA	36
3.2.3.3. GRUPOS GRANULOMÉTRICOS OBTIDOS	37
3.2.4. ENSAIOS MECÂNICOS	38
3.2.4.1. ENSAIO DE FLEXÃO A 3 PONTOS	39
3.2.4.2. MICRODUREZA	40
3.2.5. ANÁLISE ESTATÍSTICA	41
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	42

4.1. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	42
4.1.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA	42
4.1.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DO PÓ	47
4.1.3. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO PÓ POR ANÁLISE DE EDS	50
4.1.4. MICROSCOPIA ÓTICA DO CIMENTO	54
4.1.5. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DO CIMENTO	63
4.2. CARACTERIZAÇÃO QUANTITATIVA	67
4.2.1. ANÁLISE DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE PARTÍCULAS DO CIMENTO CURADO	67
4.2.2. ANÁLISE DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE POROSIDADES	77
4.3. PROPRIEDADES MECÂNICAS	80
4.3.1. ENSAIO DE FLEXÃO A 3 PONTOS	80
4.3.2. MICRODUREZA VICKERS	82
4.3.3. CORRELAÇÃO ENTRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS E AS VARIÁVEIS MICROESTRUTURAS	85
5. CONCLUSÕES	93
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	94
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	95

Índice de Figuras

Figura 1 - Representação bidimensional: (A) do arranjo cristalino simétrico e periódico de um cristal (B) representação da rede do vidro do mesmo composto, na qual fica caracterizada a ausência de simetria e periodicidade [3].	5
Figura 2 - Diferentes regiões da partícula de vidro: (A) fase de gotas rica em cálcio e flúor; (B) cristais de CaF_2 e (C) matriz vítrea [19]	7
Figura 3 - Molécula do ácido acrílico	8
Figura 4 - Possíveis carboxilatos formados na cura de CIV, onde X representa o ânion OH ou F [22].	9
Figura 5 - Reação ácido-base entre o pó de vidro e o líquido	13
Figura 6 - Esquema de microdureza Vickers [73]	26
Figura 7 - Corpo de prova em ensaio de flexão em 3 pontos. (A) Região submetida principalmente a forças trativas, (B) Região submetida principalmente a forças compressivas e (C) Região submetida principalmente a forças cisalhantes	27
Figura 8 - Apresentação comercial dos materiais estudados <i>Fuji IX</i> [®] e <i>Fuji I</i> [®]	30
Figura 9 - Material incluído no molde, coberto com tira de poliéster sob ação de placa de vidro	32
Figura 10 - Estrutura necessária para separação de partículas por decantação e elutriação	34
Figura 11 - Gráfico da distribuição granulométrica do pó obtido por decantação e elutriação por 5 minutos, 4 vezes seguidas	35
Figura 12 - Gráfico da distribuição granulométrica do pó obtido por decantação e elutriação por 20 minutos, 4 vezes seguidas	36
Figura 13 - Estrutura necessária para separação por peneiração	37
Figura 14 - Posicionamento do corpo de prova para ensaio de flexão	40
Figura 15 - Curvas de acumulação do pó dos materiais analisados	42
Figura 16 - Curva de acumulação adaptada para as partículas maiores que 0,4 μm para o material <i>Fuji IX</i> [®] original, o passante e o retido	43
Figura 17 - Distribuição granulométrica dos pós em % de Volume	44
Figura 18 - Distribuição granulométrica de pó de <i>Fuji I</i> [®]	45
Figura 19 - Distribuição granulométrica do passante (abaixo de 20 μm)	45
Figura 20 - Distribuição granulométrica do pó de <i>Fuji IX</i> [®]	46
Figura 21 - Distribuição granulométrica do retido (acima de 20 μm)	46
Figura 22 - Imagens obtidas por MEV dos pós de (a) <i>Fuji I</i> [®] e (b) <i>Fuji IX</i> [®]	48
Figura 23 - Imagem obtida por MEV do pó passante	49

Figura 24 - Imagem obtida por MEV (a) do pó retido (b) Imagem em maior aumento mostrando a superfície de uma partícula com partículas menores agregadas	50
Figura 25 - Espectro de EDS do pó de <i>Fuji I</i> [®]	51
Figura 26 - Espectro de EDS do pó de <i>Fuji IX</i> [®]	52
Figura 27 - MEV do pó <i>Meron</i> [®] como recebido pelo fabricante	52
Figura 28 - Espectro de EDS do pó <i>Meron</i> [®] partículas Escuras	53
Figura 29 - Espectro de EDS do pó <i>Meron</i> [®] partículas Claras	53
Figura 30 - Micrografia do cimento curado, amostra FI1	55
Figura 31 - Micrografia do cimento curado, amostra FI2	56
Figura 32 - Micrografia do cimento curado, amostra P1	57
Figura 33 - Micrografia do cimento curado, amostra P2	58
Figura 34 - Micrografia do cimento curado, amostra FIX1	59
Figura 35 - Micrografia do cimento curado, amostra FIX2	60
Figura 36 - Micrografia do cimento curado, amostra R1	61
Figura 37 - Micrografia do cimento curado, amostra R2	62
Figura 38 - Micrografia do cimento curado, amostra FI1	63
Figura 39 - Micrografia do cimento curado, amostra FI2	63
Figura 40 - Micrografia do cimento curado, amostra P1	64
Figura 41 - Micrografia do cimento curado, amostra P2	64
Figura 42 - Micrografia do cimento curado, amostra FIX1	65
Figura 43 - Micrografia do cimento curado, amostra FIX2	65
Figura 44 - Micrografia do cimento curado, amostra R1	66
Figura 45 - Micrografia do cimento curado, amostra R2	66
Figura 46 - Imagem original para análise da fração volumétrica de partículas	67
Figura 47 - Imagem tratada para análise da fração volumétrica de partículas	67
Figura 48 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento FI1 e detalhe da distribuição do <i>Fuji I</i> [®] antes da cura	68
Figura 49 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento FI2 e detalhe da distribuição do <i>Fuji I</i> [®] antes da cura	69
Figura 50 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento P1 e detalhe da distribuição do passante antes da cura	70
Figura 51 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento P2 e detalhe da distribuição do passante antes da cura	70
Figura 52 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento FIX1 e detalhe da distribuição do <i>Fuji IX</i> [®] antes da cura	71

Figura 53 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento FIX2 e detalhe da distribuição do <i>Fuji IX</i> [®] antes da cura	72
Figura 54 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento R1 e detalhe da distribuição do retido antes da cura	73
Figura 55 - Influência da proporção pó:líquido e da distribuição granulométrica na % da partículas do cimento	76
Figura 56 - Imagem original para análise da fração volumétrica de porosidades	77
Figura 57 - Efeitos da distribuição granulométrica e proporção pó:líquido na porcentagem de porosidades	78
Figura 58 - Gráfico da análise dos efeitos da distribuição granulométrica e proporção pó:líquido na Microdureza Vickers	83
Figura 59 - Gráficos do Limite de resistência à flexão em relação com a fração volumétrica de partículas para a proporção 1 (a) e para a proporção 2 (b)	86
Figura 60 - Gráficos do Limite de resistência à flexão em relação com a fração volumétrica de porosidades para a proporção 1 (a) e para a proporção 2 (b)	87
Figura 61 - Gráficos do Limite de resistência à flexão em relação com a tamanho médio de partícula pós cura para a proporção 1 (a) e para a proporção 2 (b)	89
Figura 62 - Resultados experimentais e resultados simulados do Limite de resistência à flexão de cimentos produzidos com a proporção pó:líquido 1,8:1g	91
Figura 63 - Resultados experimentais e resultados simulados do Limite de resistência à flexão de cimentos produzidos com a proporção pó:líquido 3,6:1g	92

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Composição básica de diferentes cimentos ionômeros de vidro	6
Tabela 2 - Cimentos pó:líquido com aplicação em odontologia	12
Tabela 3 - Algumas características relevantes dos cimentos odontológicos pó:líquido	12
Tabela 4 - Desempenho das restaurações de CIV em Tratamentos Restauradores Atraumáticos [47]	18
Tabela 5 - Características dos ionômeros de vidro e procedimentos de teste segundo a norma ISO 9917:1991 (E) [53]	19
Tabela 6 - Materiais comerciais utilizados	29
Tabela 7 - Tempo necessário para a separação das partículas de <i>Fuji IX</i> [®] pelo método de decantação	34
Tabela 8 - Grupos granulométricos utilizados neste estudo	38
Tabela 9 - Amostras utilizadas neste estudo combinando proporção pó:líquido e distribuição granulométrica	38
Tabela 10 - Fração Volumétrica de Partículas dos Cimentos Curados	74
Tabela 11 - Tabela ANOVA para os efeitos de Distribuição granulométrica e Proporção Pó:Líquido na % de Partículas do cimento	75
Tabela 12 - Resultado de Teste LSD para % de Partículas entre os grupos estudados	76
Tabela 13 - Resultado da média da fração volumétrica de porosidades	78
Tabela 14 - Teste LSD para a porcentagem de porosidades em função da Distribuição granulométrica e Proporção pó:líquido	79
Tabela 15 - Tabela ANOVA para os efeitos de Distribuição granulométrica e Proporção Pó:Líquido na % de Porosidades do cimento	79
Tabela 16 - Resultado da média do Limite de resistência à flexão	81
Tabela 17 - Tabela ANOVA para os efeitos de Distribuição granulométrica e Proporção Pó:Líquido no Limite de resistência à flexão do cimento	82
Tabela 18 - Resultado de microdureza Vickers das amostras estudadas	83
Tabela 19 - Tabela ANOVA da variável resposta Microdureza e o efeito da Distribuição granulométrica e da Proporção pó:líquido	84
Tabela 20 - Teste LSD para a Microdureza em função da Distribuição granulométrica e Proporção pó:líquido	84
Tabela 21 - Tamanho médio de partícula pós-cura	88

1. INTRODUÇÃO

O cimento de ionômero de vidro é conhecido para aplicação em odontologia desde os anos 70. É um material amplamente utilizado em restaurações na saúde pública, como material de escolha em situações onde não se dispõe de infra-estrutura adequada para atendimento odontológico convencional. Este material ainda encontra aplicações na ortodontia, para colagem de *brackets*, em prótese, nas cimentações de peças protéticas e em cirurgia, nos enxertos ósseos.

Os ionômeros de vidro têm a designação ISO “glass polyalkenoate” e baseiam-se na reação entre vidros de alumino-silicatos na forma de pó e uma solução aquosa de ácido polialquenoico (poliácido acrílico). Atualmente, inúmeras apresentações comerciais deste material com diferentes composições e designações estão disponíveis no mercado odontológico. As variáveis entre esses diferentes produtos são: o tamanho das partículas de vidro, a proporção pó:líquido, a introdução de metais ou resina como reforço e a composição do ativador, no caso o ácido polialquenoico. Cada alteração resulta em um material com propriedades modificadas que se mostram relevantes em uso, mantendo inalteradas algumas características importantes, como a liberação de flúor e a adesão química dos cimentos de ionômero de vidro.

Por sua excelente biocompatibilidade entre os materiais restauradores de odontologia, por ser o único com a capacidade de liberar íons fluoreto, por oferecer adesão química à estrutura dental que garante excelente relação de continuidade restauração-dente, por possuir técnica simples de utilização e ainda por apresentar coeficiente de expansão térmica linear mais próximo ao do dente o cimento ionômero de vidro torna-se um interessante objeto de estudo.

Entretanto este material não possui resistência mecânica adequada para resistir às cargas oclusais intensas de forma eficiente. Vários estudos têm como interesse melhorar esta propriedade. As alterações mais relevantes desde seu surgimento foram os cimentos ionômeros de vidro modificados por resina, os adicionados de prata e os encapsulados. A linha de base se situa na agregação de cargas inertes como metais ou reativas como fibras elaboradas a partir do próprio cimento. Como resultado dessas pesquisas se obtém cimentos com melhores propriedades mecânicas que levam à uma maior longevidade das restaurações.

Apesar da grande dispersão da distribuição granulométrica do pó, não há estudos consistentes que avaliam o efeito da distribuição dessas partículas. Neste trabalho pretende-se contribuir para o entendimento das variáveis associadas à tenacidade dessa classe de material em função da distribuição do tamanho das partículas antes da reação de cura. Um outro aspecto de abordagem é a presença de poros e a influência destes nas propriedades do cimento ionômero de vidro.

Esta pesquisa foi realizada tomando como base cimentos ionômero de vidro com propriedades conhecidas¹. A microestrutura destes materiais foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura, microscopia ótica, análise do tamanho das partículas e espectroscopia por dispersão de energia de raios-X (EDS). Pós com diferentes distribuições granulométricas foram isolados a fim de produzir cimentos com granulometrias e frações pó:líquido diferentes. O comportamento mecânico dos cimentos foi avaliado através de ensaios de flexão a 3 pontos e microdureza Vickers. O comportamento mecânico destes materiais foi discutido em função da distribuição do tamanho de partículas e da fração volumétrica de porosidades.

Os resultados mostraram que a tenacidade é favorecida pela maior fração de partículas, ou seja, pela maior proporção pó:líquido, pela distribuição granulométrica mais fina destas partículas e pela maior dissolução de pó na matriz. A fração volumétrica de poros é determinante para as propriedades e pode anular os efeitos benéficos da microestrutura controlada, como descrito acima.

¹ *Fuji IX* (GC Corp)[®], *Fuji I* (GC Corp)[®]

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

MATERIAIS DENTÁRIOS

Com a perda de parte ou de toda a estrutura dental, se faz necessária à aplicação de materiais para restabelecer funções importantes para manter o estado de saúde de um indivíduo. Dos materiais restauradores, se exige que estes adiram ao remanescente dental e possuam propriedades mais semelhantes possíveis às do dente natural. Grandes destruições, com perdas de dentes, exigem que um material conformado laboratorialmente simule a presença de um dente natural.

Os agentes cimentantes fixam as próteses, os pinos, os *brackets* e bandas ortodônticas à estrutura dental e devem manter tais peças aderidas pelo maior tempo e com a maior estabilidade possíveis, sem provocar danos à estrutura dental.

A cavidade bucal é um ambiente que submete tais materiais a condições específicas de serviço que devem ser consideradas, a saber [1]:

- temperatura: - 10 a 50°C
- forças de contato e mastigação: de 1 a 700 N
- ciclos de carregamento: até 1500 por dia
- extensão do deslocamento por dente: 30 km em 50 anos
- pH: 1 a 9
- saliva como lubrificante: solução salina com composição e capacidade de neutralizar pH variáveis

Os materiais podem ser divididos em quatro grandes categorias básicas: metálicos, compósitos, poliméricos e cerâmicos. O material em estudo nesta dissertação é o resultado de uma mistura de uma parte sólida vítrea, uma parte líquida polimérica, que ao serem agregadas resultam em um compósito de matriz polimérica reforçado com partículas de vidro. As características de cada uma das classes empregadas neste material estão descritas a seguir.

2.1. FASE VÍTREA

Os materiais vítreos são frequentemente incluídos no grupo de cerâmicos, mas há definições modernas reformuladas a partir do modelo de rede aleatória publicado em 1932 por ZACHARIASEN [2]. Como proposto por ALVES [3], os vidros podem ser definidos como “um sólido não cristalino, portanto, com ausência de simetria e

periodicidade, que exhibe o fenômeno de transição vítrea(...), podendo ser obtido a partir de qualquer material inorgânico, orgânico ou metálico (...).”

ZACHARIASEN [2] considera as seguintes regras para a formação de vidros óxidos:

- Cada íon de oxigênio deve estar ligado a não mais do que dois cátions
- O número de coordenação dos íons oxigênio em relação ao cátion central deve ser pequeno, 4 ou menos
- O poliedro de oxigênio compartilha vértices, não arestas nem faces
- Pelo menos três vértices de cada poliedro devem ser compartilhados

Os cerâmicos podem ser considerados materiais caracterizados pela fragilidade e alta resistência ao cisalhamento. Estas características conduzem à alta microdureza e alta resistência à compressão, combinadas com uma alta sensibilidade ao entalhe e baixa resistência à fratura [4].

Um fundido para formar um vidro deve possuir elevada viscosidade à temperatura de fusão, baixa taxa de nucleação e ausência de heterogeneidades que possam atuar como agentes nucleadores [4]. Durante o resfriamento, as mudanças são de ordem para ordem com menos espaços vazios (Figura 1), por isso os vidros são muitas vezes classificados como sólidos cujo arranjo atômico é mais característico de líquidos. Essa observação sugere que se um líquido é resfriado rápido o suficiente para evitar a ordenação dos átomos em um arranjo cristalino, desta forma obtém-se um vidro.

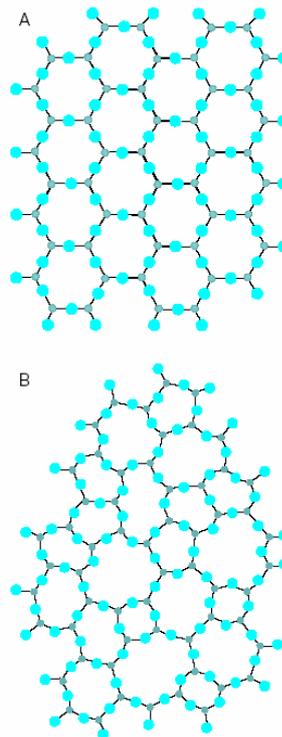


Figura 1 –Representação bidimensional: (A) do arranjo cristalino simétrico e periódico de um cristal (B) representação da rede do vidro do mesmo composto, na qual fica caracterizada a ausência de simetria e periodicidade [3].

Quando somente a sílica está presente e todos os átomos de oxigênio servem como ponte, o vidro resultante é muito rígido. A maioria dos vidros possui modificadores de cadeia na forma de óxidos, como o CaO, como fonte de cátions para a estrutura e reduzem a energia de ativação requerida para movimentação atômica necessária à fluidez do vidro líquido [5].

Segundo os primeiros pesquisadores do cimento ionômero de vidro (CIVs) [6], os vidros de alumino-silicatos são fabricados a partir da fusão dos componentes em temperatura entre 1100 e 1500°C por cerca de 2 horas no forno em cadinho de silimanita. O fundido é resfriado em uma placa de metal por 2 minutos e depois em água. O vidro é moído a seco em moinho de bolas até atingir a distribuição granulométrica desejada. Entretanto, também é possível produzir o pó mantendo os componentes em misturador e aquecimento a 700°C [7].

O ionômero de vidro original tem sua composição baseada em $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaF}_2\text{-AlPO}_4\text{-Na}_3\text{AlF}_6$, apresenta relação $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:SiO}_2$ de 1:2 ou mais e conteúdo de flúor acima de 23%. O Si é um excelente formador de vidro e é o elemento mais abundante nesta classe de vidros. As novas composições contêm mais Na e menos F e as mais recentes ainda podem incluir Sr, Ba e Zn [8]. A Tabela 1 apresenta algumas composições básicas de cimentos ionômeros de vidro apresentadas na literatura científica.

Tabela 1 - Composição básica de diferentes cimentos ionômeros de vidro

Refs	AlF ₃	AlPO ₄	NaF	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₃ AlF ₆	CaF ₂	CaO
[8]	2,4	12	3,6	35,2	20,1	----	20,1	----
[9]	3,3	----	3,3	33,3	16,7	16,2	----	14
[10]	5	10	----	30	16	5	34	----
[11]	11	24,2	12,8	24,9	14,2	----	12,8	----
[12]	4,6	24,2	----	24,9	14,3	19,2	12,8	----

GRIFFIN e colaboradores, em uma série de estudos [11, 13, 14, 15] investigaram a influência da concentração dos componentes na composição do vidro e mostraram que as propriedades mecânicas do material também podem ser alteradas pela adição de flúor ou fosfato e além disso, inúmeras combinações podem ser elaboradas para controlar o comportamento dos CIVs [16].

Os vidros de aluminossilicato podem ser considerados como uma estrutura de {SiO₄⁴⁻} e {AlO₄⁴⁻} ligados. A carga da rede é balanceada por cátions de Na⁺ e Ca²⁺. Se a relação atômica Al:Si é igual ou excede a proporção de 2:3, a rede se torna suscetível ao ataque ácido nos sítios Al³⁺, mas não altera significativamente os tempos de cura e de trabalho, nem as propriedades mecânicas do cimento resultante [11]. Também quando a razão CaO:Al₂O₃ é maior que 1:1, o número de átomos não ligados por pontes de oxigênio aumenta e assim a rede se torna novamente mais sensível ao ataque ácido [17].

O flúor e o cálcio são importantes na quebra da cadeia de vidro, substituindo as pontes de oxigênio por oxigênio não ligado. O flúor reduz a temperatura de transição vítrea, a viscosidade, o índice de refração, aumenta a cristalização e facilita a ação do ácido na degradação do vidro [18] e assim, resulta em menor tempo de cura e de trabalho do cimento [13]. O tempo de trabalho é aquele em que se pode inserir o material na cavidade dentária e finalizar a restauração. Entretanto, as propriedades mecânicas do cimento ionômero de vidro atingem um melhor desempenho quando o conteúdo de flúor é intermediário sendo este dependente do equilíbrio estequiométrico entre o conteúdo de CaO e CaF₂ [14].

A concentração de fosfato tem efeito determinante no tempo de cura e de trabalho. Quanto maior a sua presença, mais elevado o tempo de cura. Já os cimentos livres de fosfato reagem tão rapidamente que não podem ser utilizados. Uma elevada concentração de fosfato interfere nas ligações cruzadas competindo com carboxilatos e resulta em um cimento menos resistente [15]. Há portanto uma quantidade intermediária adequada de fosfato que deve ser adicionada aos constituintes do pó de CIV.

A Figura 2 [19] mostra uma fotomicrografia de microscopia eletrônica de transmissão de uma partícula do pó de cimento ionômero de vidro. A figura mostra que pode haver a presença de flúor e cálcio em fases separadas da fase vítrea (C). A fase (A) rica em flúor e cálcio e a fase (B) de cristais de CaF_2 .

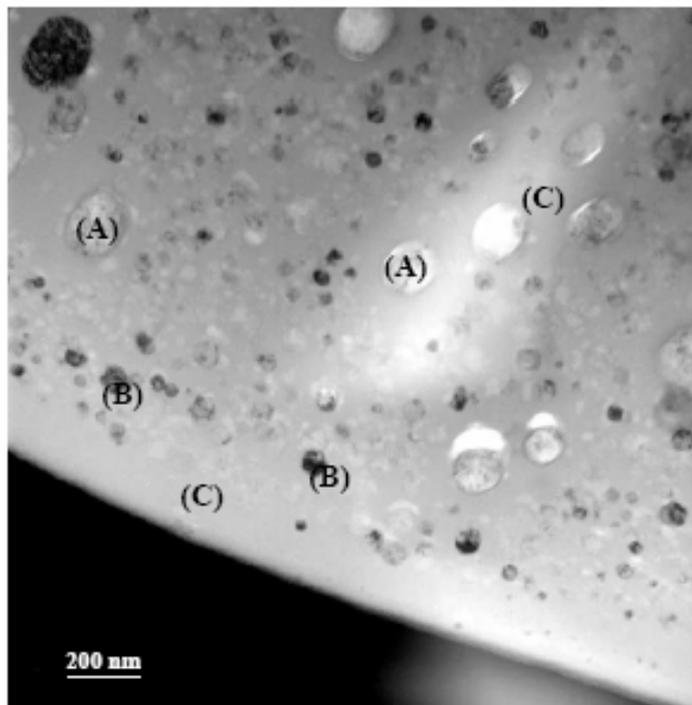


Figura 2 - Diferentes regiões da partícula de vidro: (A) fase de gotas rica em cálcio e flúor; (B) cristais de CaF_2 e (C) matriz vítrea [19]

2.2. MATERIAIS IONOMÉRICOS

Uma importante classe de materiais multifásicos é a de polímeros que contém íons ou simplesmente ionômeros. Em função da combinação de cadeias de polímeros hidrocarbonetadas e espécies iônicas na mesma molécula, estes materiais apresentam propriedades não usuais e estruturas complexas. O ionômero deste estudo é classificado como cimento iônico com ligações cruzadas em alto grau [20]. A fase polimérica, neste caso é composta de um copolímero de poliácido acrílico (PAA) em solução aquosa. A molécula do ácido acrílico está representada na Figura 3.

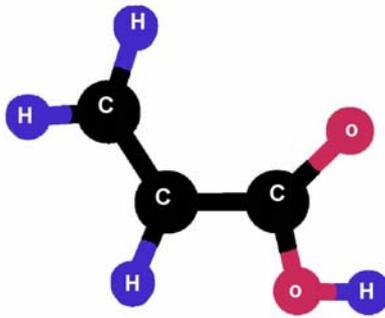


Figura 3 - Molécula do ácido acrílico

Ensaio com amostras de CIVs produzidas com uma composição do poliácido acrílico baseada em copolímeros indicam que estas geralmente possuem menor limite de resistência à flexão que aquelas composições baseadas em homopolímeros do ácido acrílico [21]. Os copolímeros são macromoléculas contendo diferentes monômeros, já as cadeias de homopolímeros contêm somente uma espécie de estrutura monomérica.

Atualmente não é possível produzir amostras volumosas de PAA para serem submetidas a ensaios convencionais e avaliar suas propriedades mecânicas. A literatura descreve apenas a produção de filmes solúveis em água e com comportamento vítreo.

Uma vez posta em contato com os vidros de alumino-silicato, a fase de ácido polimérico ataca a superfície das partículas e faz com que sejam liberados cátions para ligar as cadeias poliméricas. O resultado é um cimento composto de uma fase polimérica sólida, uma interface composta de um hidrogel silício e partículas remanescentes enclausuradas na matriz curada. As cadeias de poliácido acrílico formam ligações inter e intramoleculares com os cátions liberados (Ca^{2+} e Al^{3+}). A cura é gradual, onde parte da água ligada à estrutura vai sendo trocada por água não ligada e as propriedades mecânicas aumentam progressivamente até um valor máximo ao fim da cura [22]. A Figura 4 ilustra os carboxilatos que podem ser formados a partir da reação do ácido poliacrílico com as partículas de vidro. Nesta figura, estão representadas as cadeias poliméricas do ácido poliacrílico ligadas aos íons cálcio ou alumínio e a ligação destes com moléculas de água, com o flúor ou com hidroxilas. Os elementos cálcio ou alumínio podem ou não formar as ligações cruzadas entre duas cadeias de ácido poliacrílico.

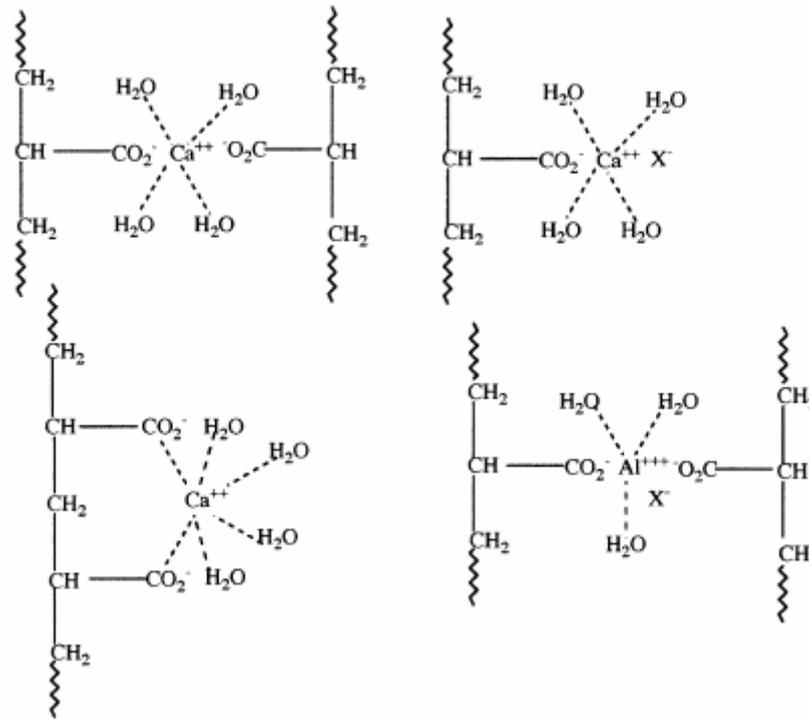


Figura 4 – Possíveis carboxilatos formados na cura de CIV, onde X representa o ânion OH ou F [22].

A análise DMTA (“Dynamic Mechanical Thermal Analysis”) destes cimentos revela um pico agudo típico de termoplásticos que sugere que apenas ligações cruzadas fracas estão presentes e que estas ligações estão continuamente quebrando e se refazendo quando sob ação de temperatura e de forças mecânicas. Em última análise o cimento ionômero de vidro se comporta como um tipo de compósito de matriz polimérica termoplástica [17].

Como a solução de PAA em água é instável para armazenamento, foram propostas novas composições com a agregação de ácidos mais estáveis. A gelificação das soluções de poliácido acrílico provém das ligações de ponte de hidrogênio e para que o cimento pudesse começar a ser produzido e comercializado em nos anos 70 foi utilizado o ácido itacônico na solução [8].

Além de prevenir a gelificação, a introdução de copolímeros, como ácidos carboxílicos insaturados, melhora a reatividade do ácido por causa do número aumentado de grupamentos carboxila e do menor pH final [23]. O principal aditivo que se encontra em uso no ácido poliacrílico de cimentos ionoméricos de vidro é o ácido tartárico. Este é adicionado a fim de melhorar as propriedades de manuseio e intensificar o estágio da reação de cura. Atualmente a maioria dos líquidos dos cimentos de ionômero de vidro apresentam 10% ou mais de ácido tartárico em sua composição.

Verificou-se que o ácido cítrico tem efeitos semelhantes ao tartárico, mas o uso desta substância não dá origem a cimentos clinicamente bem sucedidos, principalmente pelo aumento da solubilidade dos cimentos resultantes em água [23].

O ácido congelado a seco pode ser incorporado ao pó para aumentar o prazo de validade do produto. Assim, surgiu no mercado o CIV anidro, onde o pó é misturado com água destilada [8].

2.3. MATERIAIS COMPÓSITOS

Um compósito pode ser definido como uma combinação macroscópica de dois ou mais materiais quimicamente distintos, havendo uma interface reconhecível entre estes [24], os ionômeros deste estudo são portanto adequadamente classificados como compósitos. Nesta combinação, os constituintes retêm suas identidades, ou melhor, estes não se dissolvem ou se descaracterizam completamente e atuam em conjunto, fazendo com que as propriedades do compósito sejam normalmente superiores para uma determinada função às de cada constituinte individualmente [25].

Assim, os compósitos têm tipicamente uma ou mais fases descontínuas envolvidas por uma fase contínua. A fase descontínua (reforço) é frequentemente mais rígida e resistente que a fase contínua (aglomerante), denominada matriz.

Um esquema simples de classificação dos materiais compósitos consiste em três grupos principais: reforçados com partículas, reforçados com fibras e compósitos estruturais [26].

A fração volumétrica de partículas em cimentos ionômeros de vidro é variável, pois depende da finalidade da aplicação e da orientação do fabricante do produto. Um cimento ionômero de vidro para restauração onde é indicada proporção pó:líquido maior certamente terá maior fração volumétrica de partículas que um outro para cimentação, em que é indicada uma pequena proporção pó:líquido para facilitar o escoamento.

Nos materiais compósitos reforçados por partículas, teoricamente apenas 35 a 48% em volume (aproximadamente 25 a 30% em peso em um compósito odontológico convencional) de micropartículas conferem propriedades melhoradas ao compósito. Entretanto, BRAEM e colaboradores [27] encontraram as melhores propriedades de resistência compressiva transversal nos compósitos produzidos com a maior fração volumétrica de partículas avaliada no estudo, 55,2%.

Em termos gerais, as propriedades mecânicas de compósitos estão correlacionadas com a fração de partículas de preenchimento. Algumas propriedades como resistência ao desgaste e a fratura devem ser aumentadas para melhorar a atuação clínica dos materiais [27]. Outras propriedades como dureza e fragilidade

devem ser tão baixas quanto o possível para evitar danos à restauração e aos dentes que fazem contato com ela. A grande vantagem dos compósitos é permitir a obtenção de uma combinação única de propriedades que podem variar de acordo com a proporção dos seus constituintes [28]. Suas quantidades relativas e a geometria da fase dispersa devem ser otimizadas para atender às necessidades de aplicação *in vivo*. A geometria da fase dispersa, neste contexto, significa o formato, o tamanho, a distribuição e a orientação morfológica da mesma.

A contribuição de cada fase (matriz e fase dispersa) para as propriedades mecânicas do ionômero não está claramente elucidada na literatura científica atual.

2.4. CIMENTO CONVENCIONAL

Um cimento convencional pode ser definido como um material que possui o seguinte comportamento: o componente sólido forma uma pasta plástica quando misturado com água ou uma solução aquosa e ao mesmo tempo passa a resistir a esses líquidos. A pasta perde a sua plasticidade passado o tempo, sua resistência mecânica aumenta progressivamente, alcançando seu valor máximo depois de um período de tempo que pode ser de horas a dias.

Os fatores que afetam as propriedades dos cimentos, tais como sua plasticidade inicial, tempo de pega ou resistência mecânica, são [29]:

- composição química
- tamanho de partícula
- relação pó:líquido
- temperatura

2.5. CIMENTOS ODONTOLÓGICOS

Os cimentos são largamente utilizados em procedimentos odontológicos. Geralmente os cimentos odontológicos possuem a apresentação comercial de um pó e um líquido, que devem ser misturados no momento de utilização. A composição dos cimentos pó:líquido em uso pode ser observada na Tabela 2, onde pode-se observar que dois tipos de pó e dois tipos de líquido que podem ser misturados para dar origem aos cimentos atuais.

Tabela 2 – Cimentos pó:líquido com aplicação em odontologia

	Pó de Vidro de Silicato	Pó de Óxido de Zinco
Solução de Ácido Poliacrílico	Cimento Ionômero de Vidro	Policarboxilato de Zinco
Solução de Ácido Fosfórico	Cimento de Silicato	Fosfato de Zinco

Além destes, há apenas o cimento OZE, cuja composição do pó é óxido de zinco e a do líquido é eugenol, o óleo essencial obtido do cravo. Alguns destes cimentos já não são mais largamente utilizados e suas características gerais podem ser observadas na Tabela 3 [30].

Tabela 3 – Algumas características relevantes dos cimentos odontológicos comerciais pó:líquido

	Resistência à Compressão (depois de 24 h)	Solubilidade em água (% em peso)	Propriedades Biológicas	Indicação	Observação
Cimento Ionômero de Vidro	150 MPa	1,25	Biocompatível	Restauração provisória e cimentação de peças protéticas e bráquetes	União química com o dente e liberação de Flúor
Cimento de Silicato	145 MPa	0,40	Irritante grave à polpa	Restauração e cimentação de peças protéticas	
Policarboxilato de Zinco	55 MPa	0,06	Biocompatível	Cimentação de próteses	União química com o dente
Fosfato de Zinco	104 MPa	0,06	baixo pH durante a cimentação	Cimentação de próteses	Longevidade apesar de não se aderir quimicamente ao dente
OZE	55 MPa	0,05	Biocompatível	Restauração provisória	Interfere na cura de compósitos

2.6. CIMENTO IONÔMERO DE VIDRO

2.6.1. HISTÓRICO

O cimento ionômero de vidro surgiu a partir de alterações na composição do cimento de silicato em uma época em que os materiais para restaurações odontológicas disponíveis não preenchiam as necessidades estéticas e de manipulação, como cura rápida. No início do século XIX, apenas restaurações de

ouro, cerâmica e amálgama eram realizadas. Com o desenvolvimento do cimento oxifosfato em 1879, cimento de óxido de zinco e eugenol, em 1875, cimento fosfato de zinco, em 1902, cimento de silicato, em 1902, e cimento poliacrilato, em 1968, foram abertas frentes de estudos em novos materiais odontológicos [30]. O aprimoramento do cimento de silicato através da adição de flúor e de alterações na relação Al_2O_3/SiO_2 , levaram WILSON *et al* [31] a produzir em 1971 um pó de vidro para ser usado com poliácido acrílico: o cimento ionômero de vidro.

2.6.2. REAÇÃO DE CURA

O cimento é processado pela espatulação manual ou em um misturador automático das cápsulas pré-dosadas [9]. O poliácido acrílico ataca a superfície das partículas de vidro e são liberados íons que estabelecem ligações cruzadas entre suas próprias cadeias formando uma rede. A liberação de íons é facilitada pelo ácido tartárico. A cura inicial se dá com a formação de um emaranhado de ligações cruzadas fracas de caráter iônico responsável pelo comportamento viscoelástico do material [8]. A Figura 5 ilustra a reação ácido-base que ocorre entre o vidro e o ácido poliacrílico durante a cura do cimento ionômero de vidro. Inicialmente as partículas são atacadas pelos íons H^+ e liberam os cátions responsáveis pelas ligações cruzadas. Estes cátions se ligam ao CO_2^- livre das cadeias do ácido poliacrílico e as mantêm unidas. A cura da matriz ocorre quando o alumínio, que é liberado mais lentamente, completa a formação do hidrogel de polisais que circunda as partículas de vidro não reagidas. O hidrogel silício que envolve cada fase vítrea é formado pelo resíduo de partículas de vidro parcialmente degradadas pelo ácido [32].

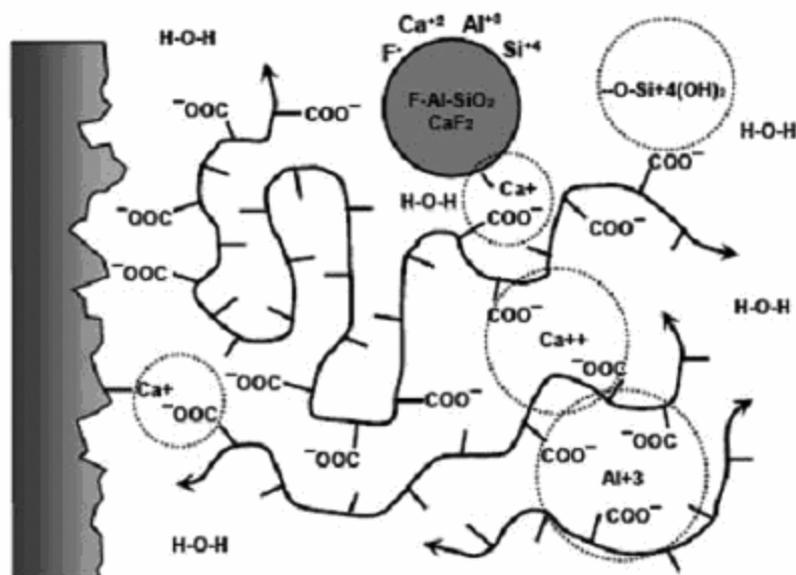


Figura 5. Reação ácido-base entre o pó de vidro e o líquido

A mesma reação que ocorre entre o líquido e o pó, ocorre entre o líquido e a superfície do dente. O ataque ácido desloca íons de cálcio e fosfato da estrutura dental, que reagem com os grupos carboxílicos, promovendo a adesão química à estrutura dentária. A inserção do material na cavidade dental deve ser feita na etapa inicial dessa fase enquanto o cimento apresenta brilho, indicando a presença de grupos carboxílicos livres para reagirem com o dente [33,34].

A maioria da bibliografia sobre CIV descreve a reação de presa inicial com a liberação de íons cálcio, formação do poliacrilato de cálcio e redução da mobilidade das cadeias poliméricas. Essa fase dura de 5 a 10 minutos após o início da manipulação e deve-se ter cuidado para evitar perda ou ganho de líquido pelo cimento. Se o material perder líquido, este apresentará trincas e se houver ganho de água, a superfície se tornará excessivamente opaca, frágil e anti-estética [33,34].

Para evitar o ressecamento do material na sua fase de aplicação deve-se fazer uma proteção da superfície da restauração. Entre os materiais propostos podemos destacar: vaselina, vernizes à base de copal, resina fluida sem carga e vernizes à base de nitrocelulose (esmalte de unha). A resina fluida fotoativada e o esmalte de unha vêm sendo indicados como os materiais mais eficazes em proteger a superfície dos ionômeros [35]. Além da estabilidade hídrica, os agentes protetores também previnem temporariamente o manchamento da restauração.

Após a cura de 24 horas, 24% da sua estrutura é composta de água e essa quantidade deve se manter constante até o final de sua vida útil para que suas propriedades não sejam prejudicadas [35].

A água presente na restauração pode ser dividida em “fracamente ligada”, facilmente removida pela desidratação e “fortemente ligada”, que não pode ser removida e permanece como uma parte importante da reação de cura. Nos estágios iniciais, após a mistura, a matriz permanece altamente solúvel em água, de forma que água adicional pode ser incorporada. Por outro lado, a água fracamente ligada pode ser perdida por evaporação se o cimento estiver exposto ao ar [33].

Não existem dados exatos sobre a fração em volume das partículas consumidas à partir da superfície durante a reação de cura. Relatos na literatura indicam que apenas 20-30% do diâmetro da partícula de vidro é utilizado na reação. Entretanto não discutem sobre a fração consumida em função do volume de partícula. [17].

Ao fim da cura, os cimentos são moderadamente duros e frágeis. Os quatro fatores que afetam significativamente as propriedades físicas desse material são: a composição e tamanho das partículas do pó, variação na relação pó:líquido, a quantidade de água presente no cimento e a fração volumétrica de poros [32].

Ao promover a cura sob ação de temperatura (70°) ou de ultra-som (30kHz) KLEVERLAAN [36] obteve cimentos significativamente mais resistentes à compressão do que aqueles curados sem qualquer interferência. O efeito do ultra-som nas propriedades mecânicas pode ser explicado pelo efeito mecânico da agitação na reação das partículas com o líquido, desordenando aglomerados e favorecendo a eliminação de porosidades.

Sabe-se que maiores relações pó:líquido resultam em um cimento com resistência a compressão mais elevada, mas há autores [37] que sugerem que um cimento produzido com mais pó cura com poros maiores (acima de 26µm) aprisionados, mas não necessariamente com maior porosidade total.

2.6.3. PROPRIEDADES

A previsão da resistência das massas de cimento não necessita de um conhecimento exato da microestrutura em escala atômica. A resistência mecânica somente parece depender das características estruturais em uma escala maior. Os principais parâmetros que determinam a resistência dos cimentos são:

- porosidade total
- a distribuição de tamanho de poros
- a presença de defeitos no sistema
- a homogeneidade ou heterogeneidade do sistema

Intuitivamente deve-se esperar que a inclusão de poros conduza à diminuição da resistência de qualquer sistema. A presença de macroporos tem sido relacionada a baixas resistências à flexão. A eliminação destes defeitos leva a importantes incrementos na resistência, mesmo com a presença de microporosidades [29]. Têm-se feito numerosas expressões matemáticas empíricas para relacionar a resistência dos cimentos com sua fração de poros. NOMOTO [38] observou que a resistência à compressão de amostras de cimentos ionômero de vidro diminui quando a fração volumétrica de poros aumenta. Neste estudo, foi observado também que o método de mistura manual para os cimentos com baixa viscosidade resulta em um cimento com menor porosidade.

A fração de poros em cimento ionômero de vidro tem sido reportada na literatura de 0,1% [38] a 12% [39] em amostras produzidas pela manipulação manual do pó e do líquido. Tal discrepância pode ser justificada por que foram utilizados diferentes métodos de obtenção da fração volumétrica de porosidades, no caso, tomografia computadorizada no estudo que encontrou a menor fração de poros e análise de imagens no estudo com a maior fração. De um modo geral, considera-se a fração volumétrica de poros entre 6 e 9% [39]. Outros métodos de análise da fração de

porosidades como a estereomicroscopia indicam que cerca de 2% do volume de cimento é composto de porosidades e que estas são esféricas [40]. Já a microscopia acústica indica que cerca de 9% do cimento é composto de porosidades [10].

Os polímeros hidroxilados são agentes plastificantes frequentemente adicionados aos cimentos para melhorar a trabalhabilidade da massa do cimento e reduzir a fração de água necessária para a manipulação. O poliácido acrílico é um exemplo de polímero plastificante e provavelmente a sua presença afeta a fração volumétrica de poros nos cimentos ionômeros de vidro.

O desgaste do material *in vivo* envolve tanto a resistência mecânica para suportar as cargas mastigatórias como a estabilidade química que evita a perda da camada de hidrogel que circunda as partículas e a perda dessas partículas [40]. A distribuição granulométrica do pó de CIV é variável entre as marcas comerciais e se situa abaixo de 45 µm nos cimentos restauradores, mas há aqueles cujo tamanho máximo de partícula é de 9 µm [41]. MITSUHASHI *et al* [42] sugere que a redução do tamanho médio de partícula de cimentos modificados por resina resulta em um material com propriedades físicas melhoradas.

Os cimentos ionômero de vidro (CIV) podem ser classificados nos seguintes tipos de acordo com a aplicação [43]:

- Tipo I: Cimentação de peças protéticas
- Tipo II: Restaurador estético, autocura (química) e cura dual (química e foto)
Restaurador estético reforçado
- Tipo III: Forramento ou base de restaurações

A principal limitação do cimento de ionômero de vidro é sua baixa resistência mecânica. Estes não devem ser submetidos a cargas mastigatórias elevadas a menos que estejam bem suportados pela estrutura do dente que contém a restauração. Portanto, muitas abordagens têm sido propostas para otimizar as propriedades mecânicas dos CIVs [8, 43, 50]. Os CIVs falham em função da população de defeitos que contém, da ação de forças trativas, cisalhantes e compressivas. Na boca, os alimentos mais viscosos podem tracionar a restauração e os contatos mastigatórios podem resultar em forças compressivas e cisalhantes.

A principal vantagem no cimento de ionômero de vidro é a sua capacidade de adsorver-se permanentemente as superfícies hidrofílicas dos dentes (esmalte e dentina) [55]. A adesão é adequada e a biocompatibilidade é ótima, o que significa que a irritação pulpar não constitui um problema. A combinação de cor pode ser satisfatória, e a translucidez é adequada, embora leve alguns dias para ser completada [56]. A manipulação clínica não é particularmente complexa e a estabilidade a longo prazo no ambiente bucal está bem comprovada [33]. Além disso,

o coeficiente de expansão térmica linear é o mais próximo ao do dente entre os materiais odontológicos [52].

De acordo com QUEIROZ [44], 98,41% dos dentistas utilizam o cimento ionômero de vidro para uma ou mais finalidades. Neste mesmo estudo, foi observado também que todas as categorias de cimentos de ionômero de vidro convencionais são mais utilizadas que os cimentos de ionômero de vidro modificados por resina e que os cimentos convencionais para forramento e cimentação são os mais empregados. MILSOM et al [45] identificou que o cimento ionômero de vidro é o material mais utilizado em restaurações na prática odontopediátrica de cirurgiões-dentistas ingleses.

Como material restaurador, os cimentos ionômero de vidro convencionais são mais frequentemente empregados em procedimentos de odontopediatria e em tratamento restaurador atraumático. O tratamento restaurador atraumático (TRA) é uma estratégia para alcançar o equilíbrio entre abordagens curativas e preventivas da Odontologia [46], que se apresenta como uma solução para a necessidade de tratamento, aliando a remoção de tecido cariado e o pronto preenchimento da cavidade com material capaz de cumprir seu papel obturador [47].

O cimento ionômero de vidro utilizado no TRA também é conhecido como de alta viscosidade ou grande proporção pó:líquido. O tempo de cura deste material é menor e a manipulação adequada pode ser mais difícil de ser realizada [48].

O percentual de sucesso das restaurações utilizando cimentos ionômero de vidro próprios para o TRA tem sido comparável ao das restaurações de amálgama de uma superfície [47], resultados que fizeram com que o cimento ionômero de vidro passasse a ser usado como material restaurador definitivo em TRA e não provisório. A Tabela 4 apresenta exemplos reportados na literatura onde a retenção das restaurações de cimento ionômero de vidro é acompanhada [47].

Tabela 4 - Desempenho das restaurações de CIV em Tratamentos Restauradores
Atraumáticos [47]

Autor	Local	Preservação	Idade dos pacientes	Pacientes	Restaurações realizadas	Material	Retenção das restaurações
GAO (1998) <i>apud</i> [47]	China	6 meses	14 - 64	68	161	<i>Fuji IX</i> [®] <i>Ketac Molar</i> [®]	89% F IX 53% KM
FRENCKEN (1998) <i>apud</i> [47]	Zimbabue	1 a 3 anos	13 - 16	142	297	<i>Fuji IX</i> [®]	1 ano:98,6% 2 anos:93,8% 3 anos:88,3%
LUO (1999) <i>apud</i> [47]	China	1 ano	6 - 14	92	-	<i>Fuji IX</i> [®] <i>ChemFlex</i> [®]	98,2% FIX 94,6% CF
FIGUEIREDO (1999) <i>apud</i> [47]	Brasil	1 ano	1 - 3	-	54	<i>Fuji IX</i> [®]	84,6%

Mesmo sendo capaz de se manter por alguns anos, para o aprimoramento das técnicas restauradoras de fácil aplicação e baixo custo, é necessário que se desenvolvam materiais com melhores propriedades físicas para aumentar os índices de sobrevida das restaurações [49] e particularmente com maior tenacidade para ampliar os sítios de aplicação, no que se refere às restaurações sujeitas à cargas oclusais.

Como exemplo do alcance de suas aplicações na cidade do Rio de Janeiro, pode-se destacar que a Rede de Atenção Básica da Prefeitura Municipal está pondo em prática programas de saúde bucal que procuram atender à demanda de serviços odontológicos de escolares, adolescentes e adultos. As ações estratégicas para incluir os novos pacientes na rede de saúde municipal envolvem restaurações iniciais com cimento ionômero de vidro e marcação de consultas subseqüentes.

Além do campo da odontologia, os ionômeros de vidro começaram a encontrar uso também nas aplicações que exploram a sua boa biocompatibilidade. Estas incluem ossículos artificiais do ouvido e placas substitutas de ossos para reconstrução craniofacial [50]. Ainda na área da odontologia, o cimento ionômero de vidro também pode ser usado para reconstrução do rebordo alveolar como enxerto para pacientes edêntulos [51].

Uma das mais importantes características dos CIVs é a contínua liberação de íons fluoreto e a possibilidade de sofrer recargas ao ser reexposto a este, atuando como um reservatório de flúor na cavidade bucal. O flúor tem ação antimicrobiana e

capacidade remineralizadora das lesões de cárie [52]. O fluoreto é liberado das partículas de vidro sob a forma de microgotas livres na matriz que não fazem parte da sua constituição física. Assim o fluoreto é capaz de sair da restauração, assim como de se reincorporar novamente à estrutura [33].

A norma ISO 9917 [53] determina as características necessárias para os cimentos à base de água. Para os CIVs com função restauradora são especificados: tempo de cura, resistência à compressão, erosão ácida, opacidade e concentrações máximas de As e Pb. Não há especificações para normatizar os ensaios para determinar as propriedades intrínsecas do material, como resistência à flexão, fluência, tenacidade à fratura, abrasão e adesão ao esmalte e à dentina.

A Tabela 5 resume as características requeridas e os métodos de ensaio para um cimento ionômero de vidro com função restauradora estética [53]:

Tabela 5 - Características dos ionômeros de vidro e procedimentos de teste segundo a norma ISO 9917:1991 (E) [53]

	Requerido	Procedimento
Tempo de cura (min)	Min 2 Max 6	Endentações com intervalos de 30s
Resistência à compressão mínima (MPa)	130	Aplicação de 50 N/min +- 16 N/min
Erosão ácida máxima (mm/h)	0,05	24 horas em banho de ácido láctico (pH 2,7) + Jato de ácido láctico até corrosão de 1,5 mm
Opacidade C0,70	Min 0,35 Max 0,90	Comparação com dois padrões apropriados
Concentração de As solúvel em ácido (mg/Kg)	2	A partir de uma alíquota de 50 ml de ácido hidrolórico diluído a 20% em contato por 16 horas com uma amostra de 3g de cimento
Concentração de Pb solúvel em ácido (mg/Kg)	100	

Resumindo as características comerciais gerais dos cimentos ionômero de vidro convencionais para restauração comercialmente disponíveis [55]:

- o pó consiste em um material amorfo de Si, Al, F, em alguns casos Ca e um elemento para conferir radiopacidade como Sr ou Ba
- o líquido consiste de uma solução aquosa de poliácido acrílico
- a relação pó:líquido recomendada pelo fabricante é variável em torno de 3g:1g
- o tempo de mistura é de 25 a 30 segundos
- o tempo de trabalho, durante o qual se deve colocar o material em seu sítio final, é de até 2 minutos

- o tempo de cura inicial é de cerca de 3 minutos, depois disso pode-se liberar o paciente
- o cimento sofre sorção e sinérise em contato com a saliva
- o cimento não expande nem retrai depois da cura
- a liberação de flúor é bem variável entre marcas comerciais e se situa no intervalo de 1 a 126 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ durante o primeiro dia depois da cura
- a resistência a tração após 24 horas é de cerca de 12 MPa
- a resistência a compressão após 24 horas é de cerca de 150 MPa
- enquanto o módulo de elasticidade do esmalte é de 82,7 GPa e o da dentina, 18,6 GPa [55], o módulo de elasticidade dos cimentos ionômeros de vidro é de cerca de 11 GPa [54].
- a microdureza Vickers é em torno de 55 depois de 24 horas com carga de 50gf
- o cimento é biocompatível e possui propriedades antibacterianas

2.6.4. MODIFICAÇÕES

Para a formulação original foi proposta uma série de modificações. A seguir, está apresentada uma breve revisão daquelas com maior repercussão:

Pela incorporação de 40% em peso de partículas microfinas de prata (<35 μm) foram sinterizadas sob pressão partículas de pó de vidro recobertas com prata. As partículas dos *Cermets* resultantes são mais arredondadas e a presença de prata leva à uma manipulação facilitada, com um potencial para alta densidade e baixa porosidade na restauração final. A prata confere melhor resistência à abrasão, à compressão e à fratura. Entretanto a adesão à dentina e as características estéticas são reduzidas [33].

O reforço com nióbio [7], estanho, ferro, carbono [32], estrôncio, titânio, lantânio entre outros metais, além de melhorar as propriedades mecânicas, oferece radiopacidade ao cimento, mas geralmente comprometem a estética.

Os cimentos com cura dual foram obtidos pela incorporação de monômeros e iniciadores dando origem a um cimento com polimerização química e foto induzida. Adicionando monômeros polimerizáveis hidrofílicos (por exemplo, 2-hidroxietilmetacrilato, 2-HEMA) ao CIV ou oligômeros de ácido polialquênico polimerizável o resultado é um material dentário bem estabelecido e conhecido como *compômero* ou *Cimento de Ionômero de Vidro Modificado por Resina* (“*RMGIC*”) [55]. Também podem ser incluídas fases de ionômero pré-reagido em matriz resinosa, resultando em um material conhecido como *giômero* [56]. O desempenho clínico das restaurações de CIV reforçado com resina é significativamente melhor do que

daqueles reforçados com metal [57], entretanto, o aspecto da praticidade e técnica simples do CIV convencional é perdido.

Ainda com a proposta de aprimorar a fase polimérica, estudos em [58] copolímeros de poliácido acrílico-ácido itacônico adicionados de N-acrilóil ou ácido N-metacrilóilglutâmico apontam para alternativas nesta fase, que resultam em um cimento com propriedades mecânicas favoráveis.

Incorporação de fases de reforço como partículas de alumina, zircônia, fibras de vidro, grânulos de hidroxiapatita e whiskers. Por exemplo, um aumento de 140% da resistência à fratura pôde ser obtido como resultado da adição de 20% de fibras curtas reativas com a mesma composição do pó de vidro [9]. Cimentos ionômero de vidro produzidos com reforço de partículas de hidroxiapatita e zircônia [59] têm suas propriedades mecânicas melhoradas, especialmente em relação ao cimento ionômero de vidro reforçado apenas por hidroxiapatita. O emprego de partículas parcialmente cristalizadas obtido por devitrificação do vidro do pó de CIV para enxerto resulta em maior biocompatibilidade [60]. Já a adição de vidro bioativo [61] não demonstrou avanços importantes em termos de propriedades mecânicas, mas altera a microdureza do cimento.

A clorexidina é um dos medicamentos utilizados em odontologia que está sendo adicionada à matriz do ionômero experimentalmente para liberação lenta e gradual assim como já acontece com o flúor [62]. Os CIVs carreadores de medicamentos ainda não estão disponíveis comercialmente, mas podem representar um importante avanço na área de biomateriais.

As partículas angulares normalmente obtidas pela trituração do vidro são supostamente prejudiciais para as propriedades mecânicas dos vidros já que as pontas são locais de concentração de tensões. Teoricamente as partículas esféricas são mais vantajosas já que permitem proporções pó:líquido maiores, melhoram as características de mistura e eliminam uma das possíveis variáveis para a fragilização do cimento [63]. Entretanto a esferoidização das partículas do pó de vidro resultam em um cimento menos duro e menos resistente. Durante a esferoidização, as partículas menores (<5 μm) podem ser perdidas e o diâmetro médio das partículas do pó pode aumentar.

Já foi observado que quanto menores as partículas do pó de reforço de CIV modificado por resina, menor a resistência à fratura do cimento final. Quando as partículas são reduzidas para tamanhos máximos de 25, 10, 5 e 2 μm , suas respectivas tenacidades à fratura caem para 0,98; 0,94; 0,83 e 0,76 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ [42]. Neste mesmo estudo, o cimento comercial, com tamanho máximo de partícula de 45 μm , foi menos resistente que os cimentos obtidos a partir das partículas de até 25 e 10

μm . Entretanto um comportamento semelhante não pode ser observado em cimentos ionômero de vidro convencionais.

O pó de cimento convencional com distribuição granulométrica fina pode ser correlacionado com maior resistência à compressão [64]. A microdureza Knoop é maior quando um cimento que combina partículas pequenas e baixa porosidade é ensaiado. Sobre a resistência a flexão, XIE [64] sugere que quanto mais integrada a estrutura, isto é, quanto melhor a ligação entre as partículas e a matriz maior a resistência a flexão.

A análise [65] de um cimento produzido com uma mistura de partículas com distribuições diferentes resultou em conclusões objetivas sobre o tempo de cura e de trabalho, como por exemplo, o pó composto de partículas grosseiras (neste caso, em torno de $10\ \mu\text{m}$) forma uma pasta não-coesiva e o pó composto com partículas finas (em torno de $3,4\ \mu\text{m}$), reage tão rápido que torna a aplicação clínica do material inviável. Das 36 possibilidades de combinação entre distribuição granulométrica e proporção pó:líquido propostas pelo artigo, apenas 8 resultados de resistência a compressão foram apresentados e estes sugerem que um aumento na resistência está correlacionado com a diminuição do tamanho das partículas do cimento.

KAPLAN *et al* [66] não observou muitas diferenças significativas nos resultados de resistência a flexão de amostras de cimento produzidas com distribuições granulométricas de $1,3$ a $35\ \mu\text{m}$ e $0,6$ a $65\ \mu\text{m}$. Neste estudo foram utilizadas água destilada ou saliva artificial como meios de envelhecimento e tempos de envelhecimento de 24 horas, uma semana, duas semanas, quatro semanas, oito semanas e doze semanas. A análise da diferença entre os materiais revelou que somente o material com distribuição granulométrica mais fina, envelhecido em saliva artificial e envelhecido por 24 horas foi estatisticamente mais resistente.

O papel da fase inorgânica foi estudado por vários pesquisadores [42, 65, 66, 67, 68] e o maior volume desta fase está frequentemente relacionado ao aumento da resistência a compressão, microdureza, resistência a flexão e módulo de elasticidade [68]. Entretanto, o efeito de alterações granulométricas, tanto da distribuição quanto do tamanho das partículas, ainda não é suficientemente compreendido em cimentos ionômeros de vidro convencionais [21].

2.6.5. CIV COMERCIAL

Há um grande número de empresas que fabricam cimentos ionômero de vidro, supostamente com composições químicas do pó e do líquido semelhantes, mas com propriedades mecânicas bem distintas. A seguir há um panorama geral das principais empresas que comercializam cimentos ionômero de vidro convencionais.

A *GC Corp* é uma importante empresa do setor de ionômeros e produz uma grande variedade de ionômeros convencionais: *Fuji I*[®] (para cimentação), *Fuji II*[®] (para restauração), *Fuji IX*[®] (para restauração, mas com maior proporção pó:líquido), *Fuji IX*[®] GP (para restauração de todos os sítios), *Fuji VII*[®] (um cimento ionômero de cor rosa para tratamento expectante), *Lining Cement*[®] (desenvolvido exclusivamente para proteger a polpa) e *Fuji III*[®] (utilizado para proteger fissuras). Os *Fujis* são os materiais mais encontrados na literatura científica. Os cimentos ionômeros desenvolvidos para aplicação em tratamento restaurador atraumático (TRA) são basicamente os mesmos materiais, que sofreram um aumento na proporção pó:líquido. Estes produtos são fabricados por várias empresas.

A *3M ESPE* comercializa no Brasil um grande número de produtos: *Ketac-Fil*[®] *Plus*[®] (para restauração), *Ketac Molar*[®] (para restauração em TRA), *Ketac Molar Easy Mix*[®] (para restauração em TRA e com tratamento na superfície das partículas), *RelyX Luting*[®] (cimento de ionômero de vidro convencional indicado para cimentação de peças metálicas). Segundo o fabricante, o tamanho médio das partículas do pó de *Ketac Molar*[®] é de 2,7µm e a distribuição granulométrica está quase totalmente abaixo de 9µm e a proporção pó: líquido ideal é de 2,9:1g. O perfil técnico do material *Ketac Molar Easy Mix*[®] diz que este material é uma versão cujo pó possui propriedades umectantes melhoradas, com isso, a proporção pó:líquido indicada para manipulação deste material é de 4,5:1g.

Há um cimento que chamado *Amalomer*[®] e uma versão adicionada de partículas cerâmicas *Amalomer CR*[®] que o fabricante (*Advanced Healthcare Ltd*) afirma possuir propriedades superiores às do amálgama quando estes materiais são avaliados cumprindo as normas ISO para as ligas de amálgama.

A *SDI* é uma empresa australiana que produz os seguintes tipos de ionômero: *Riva Self Cure*[®] para restauração, *Riva Luting*[®] para cimentação, *Riva Protect*[®], para selar cicatrículas e fissuras, e o com prata, o *Riva Silver*[®]. No site da empresa há uma comparação entre o *Riva Self Cure*[®], *Fuji IX*[®] e *Ketac-Molar*[®], em que após 24 horas de cura a resistência a compressão é de 34,5MPa 16,4MPa e 14,9MPa respectivamente; os mesmos materiais submetidos a compressão diametral após uma semana de cura possuem resistência de 250MPa, 240MPa e 254MPa, a microdureza Vickers destes materiais, segundo a *SDI* é 85, 68 e 72 respectivamente. Entretanto, em um artigo publicado recentemente na *Scripta Materialia* [71], o *Fuji IX*[®] foi submetido a ensaios em condições semelhantes e os resultados de resistência a compressão depois de 24 horas de cura foi de 151,66MPa, a resistência a compressão diametral depois de uma semana de cura foi de 12,49 MPa e a microdureza Vickers depois de uma semana, 70,9 HV, o único dado mais próximo do descrito pela *SDI*.

A empresa alemã *Voco* produz os seguintes materiais ionoméricos: *Aqualonobond*[®] (base ou forro), *AqualonofilPlus*[®] (para restauração), *AquaMeron*[®] (cimentação), *Argion*[®] (uma mistura com prata para restauração), *Ionofil*[®] (para restauração de posteriores) e *Meron*[®] (também para cimentação). O *Meron*[®] é uma dos principais concorrentes no mercado de materiais ionoméricos para cimentação.

Há uma empresa brasileira chamada *DFL* que fabrica 3 versões de CIV convencional. Baseada no princípio da maior proporção pó:líquido produz o *VitroMolar*[®]. Para restauração produz o *VitroFil*[®] e ainda o *VitroCem*[®] para cimentação.

A fabricante catarinense *FGM* lançou a pouco tempo um cimento ionômero de vidro chamado *Maxxion R*[®] para restaurações, mas ainda não há estudos científicos sobre suas propriedades mecânicas, apenas uma avaliação não publicada de suas propriedades de liberação de flúor, que segundo o estudo, são adequadas.

A *SSWhite* é outra empresa brasileira cuja matriz é no Rio de Janeiro. Esta empresa comercializa cimentos ionômero de vidro bastante consumidos no mercado nacional e com o preço entre os mais baixos do mercado: *Vidrion C*[®] (cimentação), *Vidrion R*[®] (restauração), *Vidrion F*[®] (forro ou base) e *Vidrion N*[®], este último, a mistura milagrosa, um cimento ionômero de vidro acrescido de prata. Estes cimentos são produzidos na Alemanha e apenas embalados no Brasil.

A empresa *Vigodent*, também brasileira, produz dois tipos de ionômero convencionais para restauração o *Magic Glass ART*[®] e o *Magic Glass R*[®].

Os materiais nacionais não são largamente exportados e não estão marcadamente presentes na literatura científica internacional.

2.7. TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Para avaliar as propriedades dos materiais dentários, atualmente não existe um ensaio que consiga simular a cavidade bucal com exatidão. O grande número de variáveis individuais que compõem o ambiente bucal, como por exemplo características anatomofisiológicas, hábitos individuais e faixa etária, faz com que esta simulação se torne ainda mais complexa. Os ensaios mais utilizados para avaliar as propriedades físicas, mecânicas químicas e morfológicas dos materiais dentários estão listados a seguir:

Propriedades Físicas

Abrasão

Tempo de Cura

Resistência à Corrosão

Propriedades Mecânicas

Microdureza Vickers e Knoop

Ensaio de Tração

Ensaio de Compressão

Ensaio de Compressão Diametral

Ensaio de Flexão

Impacto

Características Químicas

Energia Dispersiva de Raios X

Fluorescência de Raios X

Características Morfológicas

Microscopia Ótica

Microscopia Eletrônica

Naturalmente, quanto mais ensaios forem feitos, maior o conhecimento sobre as propriedades do material estudado. Para contornar a necessidade de um grande número de ensaios e ainda assim conseguir caracterizar um material, pode-se selecionar os ensaios mais adequados e compatíveis com a situação de trabalho deste material. Neste estudo foram selecionados ensaios de microdureza Vickers, flexão a 3 pontos, microscopias ótica e eletrônica.

MICRODUREZA

Microdureza é a medida da resistência de um material a uma deformação permanente ou plástica localizada [26, 72]. A microdureza e o módulo de elasticidade são propriedades importantes no estudo dos materiais dentários para determinar a resistência da restauração às forças oclusais. Resistência mecânica, ductilidade, módulo de elasticidade e resistência à abrasão são informações que podem ser associados aos valores de microdureza do material. Os ensaios de microdureza são simples e baratos - os corpos de prova não precisam de preparo especial e não são destruídos [26].

Na técnica de microdureza Vickers um pequeno penetrador é forçado contra a superfície do material a ser testado, sob condições controladas de carga e taxa de aplicação. O índice que mede a microdureza neste teste é chamado de DPH (*Diamond-Pyramid Hardness number*) ou HV (*Hardness Vickers*) e é definido pela divisão entre a carga utilizada para provocar a penetração (variando entre 1 e 1000g)

e a área de superfície da mesma. Na prática, faz-se a medida da distância entre os vértices da base da pirâmide impressa (Figura 6) a qual é relacionada a um número índice de microdureza. Quanto mais macio o material, maior e mais profunda é a impressão e menor é o número índice de microdureza.

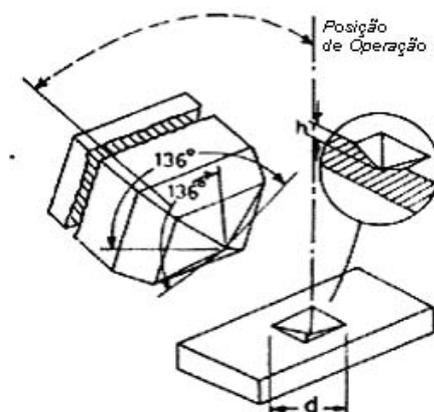


Figura 6 - Esquema de microdureza Vickers [73]

ENSAIO DE FLEXÃO A TRÊS PONTOS

A possibilidade de sofrer ação de forças de todas as naturezas, sugere que o ensaio de flexão seja bastante adequado para avaliar a resistência mecânica de cimentos ionômero de vidro. O ensaio de resistência à compressão não é frequentemente indicado para materiais cerâmicos e vidros já que o mecanismo de falha desses materiais é a nucleação e propagação de trincas, e sob compressão, as trincas se fecham. PROSSER *et al* [74] comentou que o ensaio mais adequado para avaliar a resistência mecânica dos cimentos ionômero de vidro é o ensaio em que este material sofre flexão. A tenacidade à fratura do material é calculada pela maior força suportada pelo material. Onde K é o fator de intensidade de tensões na ponta da trinca e K_{Ic} , o fator de intensidade de tensão crítico, que provoca falha do material em presença de uma trinca [4].

O fator K_{Ic} pode ser considerado uma propriedade que descreve a resistência à fratura inerente do material em presença de uma trinca. Para materiais que estão frequentemente sujeitos a ação de um meio capaz de alterar suas propriedades, como a cavidade bucal, o K_{Ic} pode ser alterado.

Os dados da literatura de limite de resistência à flexão dos diferentes tipos de CIV pode variar de $11,1 \pm 1,1$ a $26,8 \pm 3,1$ MPa [64] e não parece seguir um padrão previsível. Mesmo os materiais desenvolvidos para o mesmo propósito clínico podem apresentar grandes variações de propriedades mecânicas entre fabricantes.

Do material a ser ensaiado faz-se uma viga que pode assumir seção transversal circular, retangular ou quadrada que será apoiada em dois pontos. No ensaio de flexão a 3 pontos, uma haste localizada no centro da distância entre os apoios inferiores é movimentada com velocidade controlada contra o corpo de prova. A Figura 7 ilustra a técnica de realização do ensaio de flexão em 3 pontos.

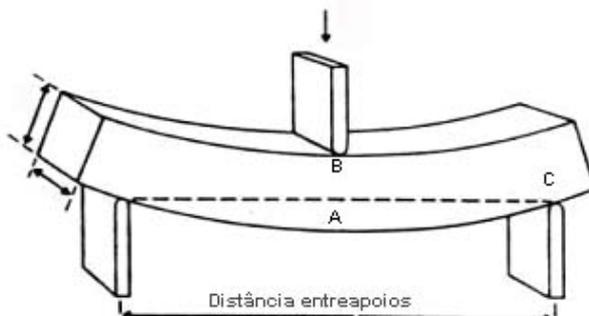


Figura 7 - Corpo de prova em ensaio de flexão em 3 pontos. (A) Região submetida principalmente a forças trativas, (B) Região submetida principalmente a forças compressivas e (C) Região submetida principalmente a forças cisalhantes

A resistência à tração destes materiais tende a ser muito baixa, em função do mecanismo de fratura por propagação de trincas descrito anteriormente. Este ensaio não é frequentemente utilizado para determinar a tenacidade à fratura K_{Ic} do material. Os ensaios de flexão são os mais utilizados em materiais cerâmicos e vítreos. O corpo de prova se submete às forças indicadas na figura e o resultado extraído do ensaio é a força máxima que o corpo de prova suporta até a fratura.

MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X

A análise em microscópio eletrônico de varredura permite a obtenção de imagens de superfícies de diferentes topografias com aparência tridimensional. Além da topografia também é possível extrair informações sobre a orientação cristalina, diferenciação entre os elementos, potencial elétrico e campos magnéticos localizados. Nesta técnica, um feixe colimado de elétrons de alta energia incide na superfície da amostra e parte do feixe é refletida e coletada por um detector que converte este sinal em imagem [75]. Amostras não condutoras e que são danificadas pelo vácuo, como as de CIV, podem dar origem à imagens satisfatórias em MEV de baixo vácuo.

Da interação feixe-amostra, ocorre também a emissão de raios-X com comprimento de onda característico do elemento que o originou. Este é o conceito básico para realizar microanálise elementar de um ponto ou região da superfície. Os

raios X gerados atravessam o detector, geram uma corrente proporcional à energia do fóton incidente e dão origem a um espectro com os elementos presentes na amostra.

MICROSCOPIA ÓTICA

O microscópio óptico é um equipamento que permite a observação da microestrutura dos materiais pela transmissão ou reflexão da luz visível. A amostra é posicionada na mesa porta-amostra e uma lâmpada emite um feixe de luz que ao atravessar a estrutura do microscópio faz com que seja possível formar uma imagem ampliada da amostra.

A luz emitida por uma lâmpada incandescente atravessa o coletor, que serve para convergir a luz emitida e gerar um novo ponto de emissão de luz, evitando que a imagem da lâmpada seja sobreposta a imagem da amostra e atinge a amostra. As diferentes direções da luz refletida atravessam a objetiva e formam a imagem na ocular. A ocular funciona como uma lupa e magnifica a imagem intermediária fornecida pela objetiva. Esta nova imagem ampliada é formada na retina do olho e assim é possível ver a imagem.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. MATERIAIS

Os produtos comerciais utilizados neste trabalho foram os cimentos ionoméricos convencionais *Fuji I*^{®2}, *Fuji IX*^{®3} e *Meron*^{®4}. Estes materiais são de aplicação odontológica recorrente e frequentemente reportados na literatura como cimentos ionoméricos com qualidade adequada para sua aplicação. Estes cimentos podem ser descritos segundo sua finalidade como indicados para cimentação de peças protéticas metálicas e *brackets* ortodônticos (*Fuji I*[®] e *Meron*[®]) e indicados para restauração (*Fuji IX*[®]) e as informações fornecidas pelo fabricante podem ser observadas na Tabela 6.

Tabela 6 – Materiais comerciais utilizados

Material	Identificação	Lote n°	Proporção pó:liq (g:g)
<i>Fuji I</i> [®]	FI	0207191	1,8:1
<i>Fuji IX</i> [®]	FIX	0309051	3,6:1
<i>Meron</i> [®]	Me	26507	

Foi utilizada apenas uma pequena porção do material *Meron*[®] neste estudo para comparar a composição química dos pós produzidos pela *GC Corp* com outra amostra de material comercial semelhante. Na Figura 8 pode-se observar a apresentação comercial dos materiais estudados *Fuji I*[®] e *Fuji IX*[®].

² *GC Fuji I*[®] Glass Ionomer Luting Cement - GC Dental Products Corp

³ *GC Fuji IX*[®] Glass Ionomer for Atraumatic Restorative Treatment - GC Dental Products Corp

⁴ *Meron*[®] - VOCO GmbH



Figura 8 – Apresentação comercial dos materiais estudados *Fuji IX*[®] e *Fuji I*[®]

3.2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.2.1. CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS ESTUDADOS

3.2.1.1. DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

A fim de caracterizar a distribuição granulométrica do pó dos materiais estudados, foi utilizado o equipamento *Malvern MasterSizer Micro Plus MAF 5001*.⁵ no Laboratório de Sistemas Particulados do Programa de Engenharia Química – COPPE – UFRJ. A distribuição de tamanho das partículas é determinada pelo espalhamento de luz laser de 633 nm. Nesta análise, as partículas são diluídas em água, filtradas em tela de *nylon* e submetidas a ultra-som dentro do próprio equipamento. Desta forma, possíveis aglomerados são dispersos e a solução de partículas é atravessada pelo laser. O tamanho das partículas é calculado pelas imagens geradas em um pequeno painel com a resolução de medida entre 0,05 – 550 μ m. Para tal procedimento, aproximadamente 5g de pó foi solubilizado em água e foram realizadas sucessivas análises até que os resultados fossem coincidentes. Estes são apresentados na forma de gráficos com o tamanho das partículas no eixo das abscissas e a fração em porcentagem no eixo das ordenadas.

⁵ Malvern Master Sizer – Malvern Instruments Ltd

3.2.1.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ENERGIA DISPERSIVA POR RAIOS X (EDS)

A microscopia eletrônica de varredura possibilita a observação da morfologia de superfície do material, tamanho das estruturas analisadas e ainda da presença de aglomerados no pó. Para esta análise, uma pequena quantidade de pó foi dispersa em uma superfície de papel. À superfície do suporte foi colada uma fita de carbono dupla face e o suporte então foi suavemente repousado sobre o pó disperso até que pudessem ser observadas partículas fixadas à fita. O microscópio utilizado para as análises foi Jeol JSM 6460 LV (30 kV). As imagens foram obtidas com feixes de elétrons retroespalhados 20 kV.

A análise de EDS foi realizada em baixo vácuo em espectrômetro Noran System SIX 200. Para esta análise, as amostras foram preparadas da mesma forma que aquelas para MEV. A análise do pó por EDS teve a finalidade de avaliar quantitativamente os dados sobre as composições descritas para este material na literatura didática e científica e ainda comparar a composição do pó de dois cimentos comerciais de fabricantes diferentes, mas com a mesma indicação clínica.

3.2.1.3. PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA ENSAIOS MECÂNICOS E MICROGRAFIA

Foram preparados corpos de prova à temperatura ambiente para os ensaios de flexão, microdureza e análise micrográfica. As amostras foram preparadas em moldes de silicone para duplicação *SternTek*⁶ com medidas internas de 3x3x35 mm (altura x largura x comprimento) (Figura 9) utilizando várias combinações entre diferentes faixas granulométricas e proporções em peso de pó e de líquido como descrito adiante. Para tanto, o pó e o líquido foram pesados em balança de precisão e manipulados com espátula de plástico *Jon*⁷, sobre o papel fornecido pelo fabricante. Tão logo o cimento já se apresentasse visualmente homogêneo, era vertido no molde suavemente para evitar o aprisionamento de bolhas. Em seguida, o cimento era coberto por uma fita de poliéster, apenas para evitar a perda de água, e após 1 hora de cura sob o carregamento de uma placa de vidro de 502 gramas era realizada a desinclusão cuidadosa da amostra. As amostras foram mantidas em água destilada a 37°C por 24 horas quando então foram ensaiadas segundo os procedimentos descritos a seguir. A escolha da água destilada deveu-se ao fato de que a quase totalidade da literatura de

⁶ Stern Tek Duplicating Material - Sterngold Dental, LLC

⁷ Jon Comércio de Produtos Odontológicos

cimentos ionômero de vidro utiliza este meio de armazenamento, o que facilita a comparação dos resultados. O cimento ionômero de vidro é um material que dependendo de sua aplicação pode ou não estar em contato com a saliva, como no caso dos materiais para forramento.

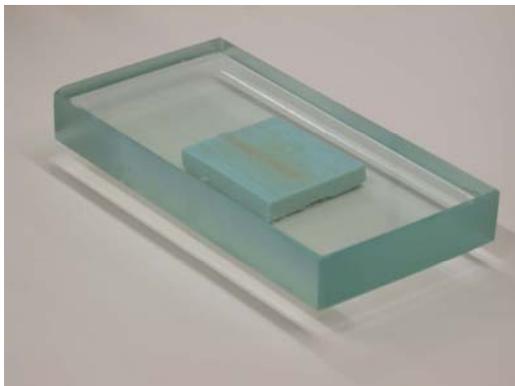


Figura 9 – Material incluído no molde, coberto com tira de poliéster sob ação de placa de vidro

3.2.2. CARACTERIZAÇÃO DO CIMENTO

3.2.2.1. MICROSCOPIA ÓTICA

Com a observação em microscópio óptico, foi possível obter imagens de forma simples e rápida e ainda evitar que as amostras perdessem muita água, já que, nesta técnica, não é necessário manter a amostra em vácuo. As imagens obtidas a partir desta técnica não possuem grande aumento e assim foi feita uma análise das características morfológicas gerais do cimento. Para preparar as amostras para esta técnica, a superfície do cimento foi lixada com lixas d'água de granulação 600, 1200 (marca 3M[®]) e polida utilizando suspensão de alumina I e depois alumina II em água e pano de polimento de feltro tipo camurça. A observação das amostras foi realizada em microscópio óptico *Olympus BX60M*.

3.2.2.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E EDS

A observação do cimento em microscopia eletrônica de varredura permite a observação da relação entre cada fase do cimento curado. As amostras foram lixadas com lixas d'água de granulação 600 e 1200 (3M[®]). Em seguida, as amostras foram fixadas com fita de carbono dupla face no suporte e submetidas à análise em baixo vácuo.

A caracterização por EDS do cimento foi realizada com a finalidade de observar os elementos que compõem o material curado, especialmente os íons que são incorporados à matriz polimérica curada.

3.2.2.3. ANÁLISE MICROESTRUTURAL

O cálculo da fração volumétrica de partículas nos materiais estudados foi realizada pelo tratamento das imagens em *ImagePro 6.0*. Foram utilizadas imagens de MEV com aumentos de 500, 1000, 3000 e 5000 vezes. A claridade e a tonalidade de cada fase foi saturada até as fases ficarem distintas e convertidas em informações pretas ou brancas.

O cálculo da fração de porosidades foi executado em imagens de microscopia ótica em *Photoshop 7.0*. O princípio de tratamento da imagem por este programa é semelhante ao do *ImagePro 6.0*, mas a acurácia do *Photoshop 7.0* para distinguir e saturar duas fases escuras (poros ou matriz) foi maior.

Cada imagem foi tratada por 3 vezes e a fração volumétrica de partículas e de porosidades foi calculada pela média dos resultados.

3.2.3. METODOLOGIA PARA SEPARAÇÃO DAS PARTÍCULAS

3.2.3.1. DECANTAÇÃO E ELUTRIAÇÃO

Com a intenção de separar as cinco faixas granulométricas propostas, foi utilizado o método de decantação e elutriação. Este método se baseia na lei de Stokes onde através da ação da força peso e do empuxo, partículas com diferentes dimensões e mesma densidade podem ser separadas em várias faixas granulométricas. O cálculo do tempo de decantação necessário para separar as partículas é feito pela aplicação da seguinte equação:

$$V_s = \frac{(\rho_s - \mu_l)D^2g}{18\eta}$$

Onde V_s é a velocidade da partícula

ρ_s é a densidade do material a ser separado

μ_l é a massa específica do fluido utilizado para separar as partículas

D é o diâmetro da partícula

g é a aceleração da gravidade

η é a viscosidade do fluido

Neste processo, uma pêra de decantação foi preenchida com água à temperatura ambiente, um líquido de densidade conhecida, e fixada em um suporte. Um *becher* vazio foi posicionado logo abaixo da sua abertura de saída, como ilustra a Figura 10.



Figura 10 – Estrutura necessária para separação de partículas por decantação e elutriação

Com a intenção de vencer a tensão superficial e reduzir os aglomerados, o pó seco foi misturado com água até que um líquido leitoso fosse obtido. Este líquido foi então vertido no interior da pêra e ao fim dos intervalos de tempo pré-determinados a torneira foi aberta. A Tabela 7 apresenta os resultados calculados com o valor de densidade do pó de $2,17 \text{ g/cm}^3$ fornecido pelo fabricante, densidade da água à temperatura ambiente de $0,997 \text{ g/cm}^3$, aceleração da gravidade de 10m/s^2 e viscosidade da água de $0,00086 \text{ kg/ms}$.

Tabela 7 – Tempo necessário para a separação das partículas de *Fuji IX*[®] pelo método de decantação

	Tempo de decantação
Partículas abaixo de $1\mu\text{m}$	além de 37 horas
Partículas entre 1 e $2 \mu\text{m}$	37 horas
Partículas de 2 a $5 \mu\text{m}$	9 h 20 min
Partículas de 5 a $10 \mu\text{m}$	1 h 30 min
Partículas de 10 a $45 \mu\text{m}$	20 min

Inicialmente, a torneira da pera foi aberta ao fim de 5 minutos. Esta mistura de água e partículas recolhida ao fim de 5 minutos de decantação foi reservada e a pêra com o restante de água e partículas foi esvaziada, lavada e novamente preenchida com água limpa. A fração reservada de água e pó foi então submetida a mais uma decantação de 5 minutos. Ao fim de quatro decantações consecutivas de 5 minutos se obteve um grupo de partículas que por quatro vezes decantou no máximo em 5 minutos, devendo conter apenas as partículas mais grosseiras.

As decantações foram feitas no laboratório de Tecnologia Mineral do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais seguindo a metodologia descrita.

Para avaliar a eficiência do procedimento de decantação para separação das partículas do pó em estudo foi feita a análise de distribuição granulométrica do produto final obtido depois de quatro repetições de decantação. Para isto, foi utilizado o mesmo método anteriormente descrito em 3.2.1.1 para a análise granulométrica do pó como recebido.

O gráfico da análise granulométrica do pó resultante da separação por decantação e elutriação por 5 minutos 4 vezes seguidas está apresentado na Figura 11.

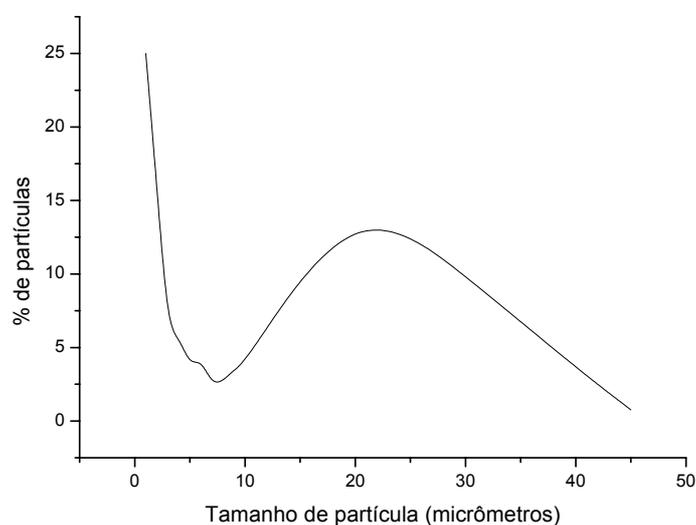


Figura 11 – Gráfico da distribuição granulométrica do pó obtido por decantação e elutriação por 5 minutos, 4 vezes seguidas.

O gráfico da análise granulométrica do pó resultante da separação por decantação e elutriação por 20 minutos 4 vezes seguidas está apresentado na Figura 12.

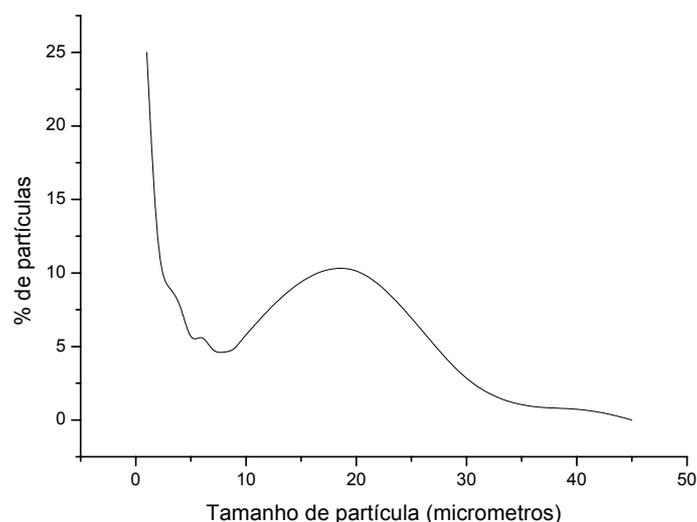


Figura 12 – Gráfico da distribuição granulométrica do pó obtido por decantação e elutriação por 20 minutos, 4 vezes seguidas

Apesar do método de decantação e elutriação ser indicado para separação de partículas de 2 a 50 μm , no presente trabalho esta metodologia não se mostrou um método eficaz para a separação dentre as faixas de tamanho pretendidas. Mesmo depois de várias tentativas, os resultados da medida da distribuição granulométrica dos pós separados se mantiveram semelhantes a distribuição granulométrica do pó sem tratamento. Segundo o fabricante, o pó seco de ionômero de vidro possui uma película de poliácido acrílico desidratado na superfície. A intenção deste recobrimento é facilitar a agregação do pó ao líquido durante a manipulação. A presença do poliácido acrílico pode ter sido responsável pelo comportamento imprevisto do material ao se deslocar na água e conseqüentemente pelos resultados de separação obtidos. Quando experimentamos deixar o pó em água por alguns dias pudemos observar que o material floclula em grandes aglomerados.

3.2.3.2. SEPARAÇÃO POR PENEIRA

Para a obtenção de pós com diferentes faixas granulométricas, as partículas foram separadas em peneira *Granutest*[®] com 635 meshes, 20 μm de abertura, 20 centímetros de diâmetro com tela de naylon e aro de aço. Para tanto, a peneira foi adaptada a um vibrador elétrico e este conjunto, posicionado em cima de um balde comum como mostrado na Figura 13.



Figura 13 - Estrutura necessária para separação por peneiração

Cinco gramas do pó a ser peneirado foram misturadas e homogeneizadas com 300 ml de água limpa e esta solução, vertida na peneira. O pó retido recebeu repetidos jatos suaves de água durante todo o tempo de peneiração. Ao fim de 15 minutos, o passante (pó peneirado fino ou P) recolhido no balde foi transferido para um *becher* e o material retido (pó peneirado grosseiro ou R) foi removido da superfície da peneira com a ajuda de jatos de água de um *pset* e também transferido para um *becher*. Ambos foram mantidos em estufa a 60°C até a secagem completa. Este procedimento foi repetido até que fosse obtida a quantidade suficiente de pó acima de 20µm para produzir os corpos de prova.

Lavagem e Secagem do Pó como Recebido

Este procedimento objetivou remover o poliácido acrílico que, segundo o fabricante e a literatura disponível sobre cimentos ionômero de vidro, costuma recobrir as partículas deste pó. Em um *becher* cheio de água foi adicionada uma fração de pó de *Fuji IX*[®] como recebido. Esta solução foi mantida à temperatura ambiente até que todo o pó visualmente se depositasse no fundo do *becher*. Neste momento, uma fração de água foi dispensada e o *becher* foi novamente preenchido de água. Em seguida, o *becher* foi mantido em estufa a 60°C até que o pó estivesse seco.

3.2.3.3. GRUPOS GRANULOMÉTRICOS OBTIDOS

A intenção de separar o pó de cimento ionômero de vidro em diversas faixas granulométricas e avaliar as propriedades do produto final foi distinguir a contribuição dos reforços de partículas de diferentes tamanhos nas propriedades mecânicas.

Como o método de decantação e elutrição não foi eficiente, apenas os grupos granulométricos obtidos por peneiração foram utilizados para preparar corpos de prova. Pelo método de peneiração foram gerados mais dois grupos granulométricos. Os quatro grupos utilizados neste estudo estão apresentados na Tabela 8:

Tabela 8 – Grupos granulométricos utilizados neste estudo

Grupo Granulométrico (μm)	Identificação
0,23 a 15	FI (<i>Fuji I</i> [®])
0,23 a 20	P (Peneirado Fino)
0,23 a 45	FIX (<i>Fuji IX</i> [®])
20 a 45	R (Retido)

Todas as amostras foram confeccionadas utilizando o poliácido acrílico (*GC Corp*) presente no kit comercial. Com a combinação dos quatro grupos granulométricos com as duas frações em peso de pó:líquido foram gerados oito amostras diferentes (Tabela 9).

Tabela 9 – Amostras utilizadas neste estudo combinando proporção pó:líquido e distribuição granulométrica

	1,8:1g (P1)	3,6:1g (P2)
0,23 a 15 (FI)	FI1	FI2
0,23 a 20 (P)	P1	P2
0,23 a 45 (FIX)	FIX1	FIX2
20 a 45 (R)	R1	R2

Além das amostras conforme descrito na tabela 9, o pó de *Fuji IX*[®] lavado também foi utilizado para a preparação de corpos de prova para ensaios de flexão e microdureza. Esta porção foi preparada exclusivamente com a proporção pó:líquido original para este produto (3,6:1g ou P2) com a intenção de comparar com a amostra produzida com as características FIX2.

3.2.4. ENSAIOS MECÂNICOS

Como descrito anteriormente, os ensaios mecânicos para cimentos ionômero de vidro estão padronizados pela norma ISO 9917. Para esta modalidade, esta norma compreende apenas o ensaio de resistência à compressão. A literatura de cimentos ionômero de vidro faz uso de um grande número de ensaios não normatizados, especialmente ensaios de microdureza, flexão e tensão diametral, deixando à livre

escolha e bom senso dos pesquisadores a determinação das dimensões dos corpos de prova utilizados em seu estudo.

3.2.4.1. ENSAIO DE FLEXÃO A 3 PONTOS

Em trabalho na cavidade bucal, a grande maioria dos materiais dentários está simultaneamente sujeito à forças trativas como efeito da ação de alimentos aderentes, compressivas realizada pelos dentes ou restaurações antagonistas e de cisalhamento, especialmente durante a mastigação. A escolha de um ensaio para avaliar a capacidade de um material resistir à deformação ou à fratura deve portanto submetê-lo a forças destas naturezas. O ensaio de resistência a flexão é uma boa opção pois é simples, submete o corpo de prova às forças de diferentes naturezas e é bastante utilizado com materiais frágeis.

Foram utilizadas 5 barras (3x3x35 mm) de cada grupo. Antes dos ensaios, as barras foram preparadas com lixas d'água de granulação 600 e 1200 (3M) e polidas em alumina I e alumina II para remover os excessos de cimento e reduzir possíveis pontos de concentração de tensões. As amostras foram medidas e apenas aquelas com as dimensões de 3x3x35 mm foram ensaiadas.

As dimensões dos corpos de prova foram determinadas com base na literatura científica publicada sobre este material neste tipo de ensaio e na norma ISO 4049:1988 para materiais dentários com base de resina. Cada amostra foi retirada da água no momento do ensaio, suavemente seca com papel absorvente e imediatamente ensaiada para evitar a desidratação e geração de trincas na superfície do corpo de prova.

Os ensaios foram realizados em máquina para ensaios universal EMIC DL1000 com distância entre apoios de 20 mm, velocidade do travessão de 1mm/min e célula de carga de 10kN. Este equipamento está instalado no Laboratório de Cerâmicas Dentais do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. O corpo de prova foi cuidadosamente centralizado e posicionado na direção do eixo aplicação de carga como ilustra a Figura 14.



Figura 14 – Posicionamento do corpo de prova para ensaio de flexão

A resistência a flexão dos corpos de prova foi obtida através da seguinte equação:

$$RF = \frac{3Pl}{2bd^2}$$

Onde RF é a resistência a flexão

P é a carga máxima suportada pelo material (N)

l é a distância entre apoios (mm)

b é a largura do corpo de prova (mm)

d é a espessura do corpo de prova (mm)

3.2.4.2. MICRODUREZA

O ensaio de microdureza tem sido frequentemente utilizado para comparar materiais dentários, como por exemplo cimentos ionômeros de vidro com aplicações diferentes. A microdureza é importante para extrair informações preliminares sobre as propriedades de resistência ao desgaste como também para avaliar a capacidade de um determinado material provocar danos às estruturas dentais adjacentes.

Os ensaios de microdureza foram realizados com os mesmos corpos de prova submetidos aos ensaios de flexão. Com a intenção de obter as superfícies superior e inferior lisas e paralelas entre si, foram utilizadas lixas d'água de granulação 600 (3M). Em seguida, as amostras foram polidas com solução de alumina I e II por 60 segundos. Para focalizar a superfície da amostra no microdurímetro, foi necessário aplicar uma camada de grafite de lapiseira.

Os ensaios foram realizados em microdurímetro Vickers marca *Ernest Leitz Wetzlar-Germany* com pesos de 50 e 100g durante 30 segundos. A média das diagonais de cada impressão foi obtida e o valor de microdureza, calculado com a aplicação da seguinte equação:

$$DPH = \frac{2P \operatorname{sen}\left(\frac{\theta}{2}\right)}{L^2} = \frac{1854P}{L^2}$$

Onde: P = carga aplicada, kg

L = comprimento das diagonais, mm

θ = ângulo entre as faces opostas do diamante = 136°

Foram realizadas 6 penetrações em cada corpo de prova.

3.2.5. ANÁLISE ESTATÍSTICA

A análise de variância *ANOVA* foi utilizada para determinar a significância de cada variável na variável resposta estudada. Foi utilizado $\alpha = 0,05$ como nível de significância. Para tal análise foi utilizado o programa *Statística 7.0*. O teste *LSD* foi utilizado para comparar as médias dos resultados de cada grupo em cada análise.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

4.1.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

Os resultados das análises da distribuição granulométrica realizadas no pó de *Fuji I*[®], *Fuji IX*[®], passante e retido através do procedimento descrito em 3.2.1.1., estão apresentados nas figuras 15 e 16. A Figura 15 apresenta as curvas de acumulação da porcentagem em volume das partículas nas distribuições granulométricas indicadas.

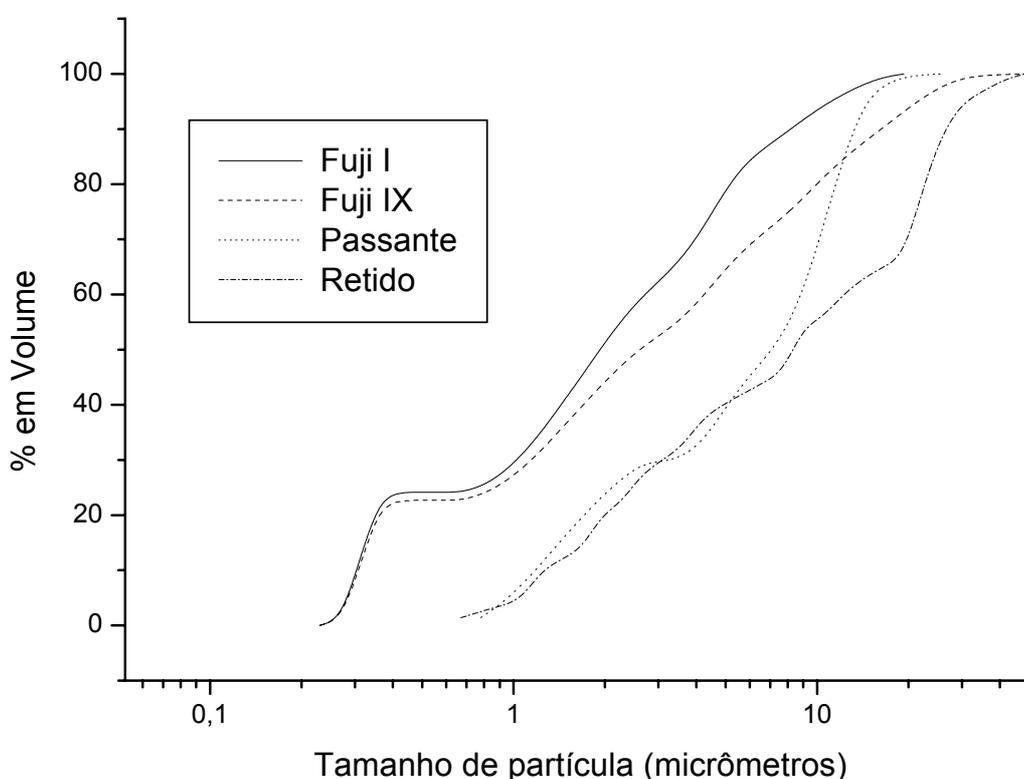


Figura 15 – Curvas de acumulação do pó dos materiais analisados

A curva do *Fuji IX*[®] em comparação com a curva do *Fuji I*[®] mostra a presença de partículas mais grosseiras para uma mesma fração volumétrica. Neste gráfico pode-se observar que o material *Fuji IX*[®] apresenta uma distribuição mais uniforme que o *Fuji I*[®] pois a curva de acumulação se apresenta com menos sinuosidades, que a faz suavemente menos irregular. Ambas apresentam uma fração em volume razoável de partículas muito finas entre 0,25 e 0,35 μm . *Fuji I*[®] apresenta uma

distribuição além das finas, entre 1 e 10 μm , com uma concentração mais elevada perto de 5 μm denotada pela maior inflexão da curva em torno deste valor de tamanho de partícula. O *Fuji IX*[®] apresenta uma distribuição, neste caso, entre 1 e 40 μm .

As curvas dos materiais peneirados, passante e retido, mostram que houve uma perda ou aglomeração das partículas mais finas (abaixo de 0,4 μm) durante o peneiramento (molhado) e que, além disso, a linha de corte do material em função do peneiramento foi em torno de 15 μm . Com poucas partículas acima deste valor, a concentração de partículas no passante foi entre 8 e 10 μm , enquanto no retido, foi em torno de 20 μm , como mostram as maiores inflexões das suas respectivas curvas.

A fim de ilustrar a distribuição do material *Fuji IX*[®] em passante e retido e considerando a perda de partículas abaixo de 0,4 μm , a Figura 16 apresenta estas em comparação ao *Fuji IX*[®] original com as partículas abaixo desse tamanho descontadas do seu volume. Esta figura mostra que não houve uma eficiência na separação de partículas finas no processo de peneiramento pois mesmo no material retido a concentração de partículas finas está presente. O resultado da separação como esperado, localizado entre o passante e o retido, só ocorreu para as partículas maiores.

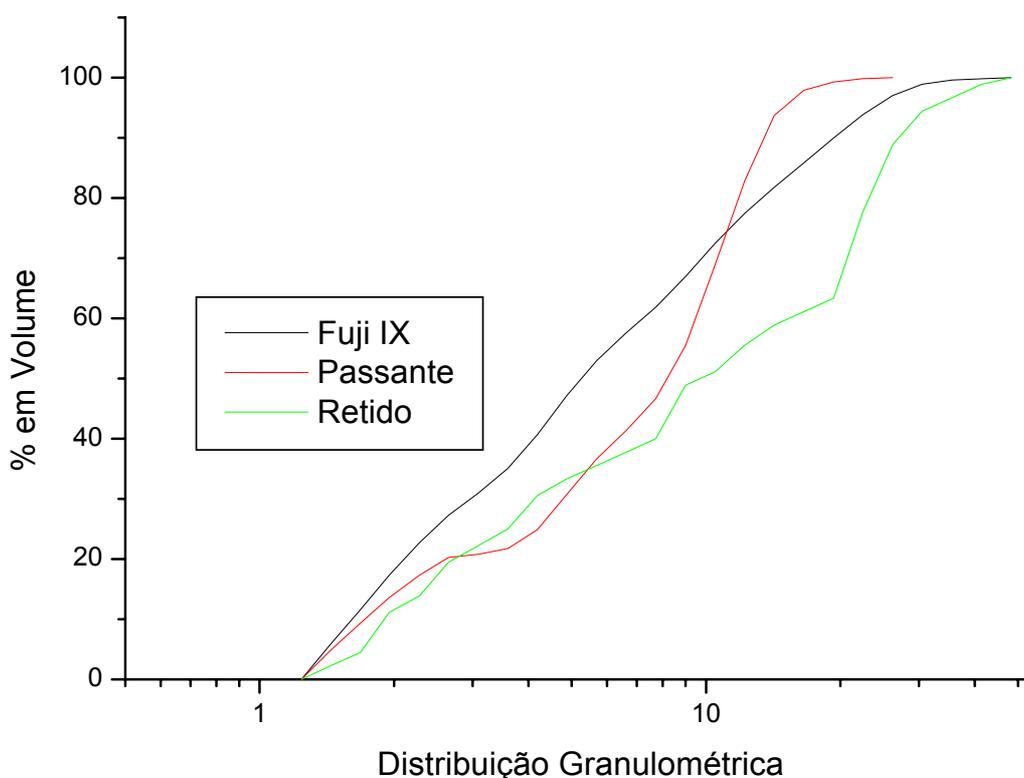


Figura 16 – Curva de acumulação adaptada para as partículas maiores que 0,4 μm para o material *Fuji IX*[®] original, o passante e o retido

A distribuição de partículas em faixas de tamanho em função da porcentagem em volume de amostra está apresentada nas Figuras de 17 a 21. Em 17, estão apresentadas as curvas de distribuição das quatro amostras consideradas e nas Figuras de 18 a 21 na forma de diagrama de barras.

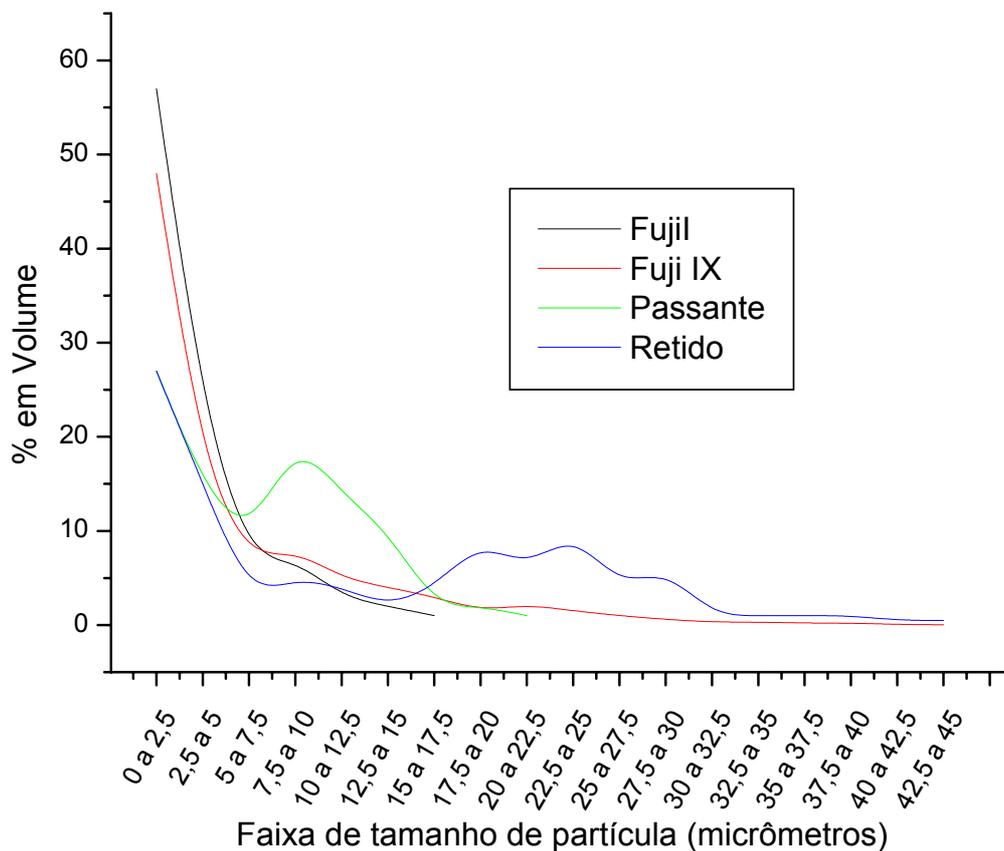


Figura 17 – Distribuição granulométrica dos pós em % de Volume

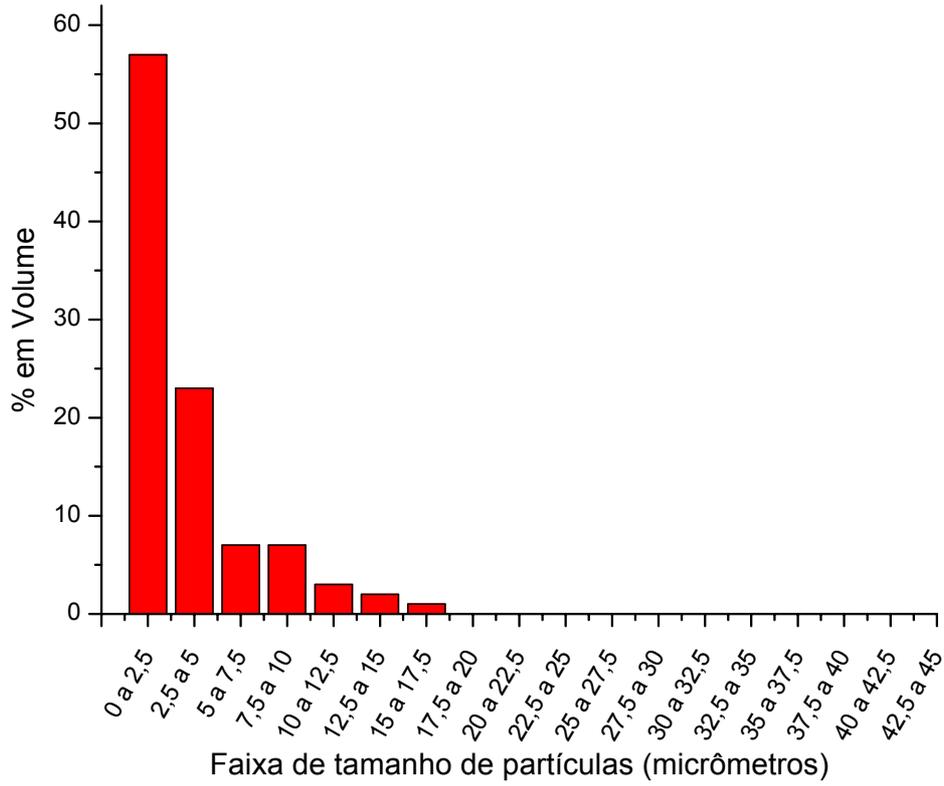


Figura 18 – Distribuição granulométrica de pó de Fuji I®

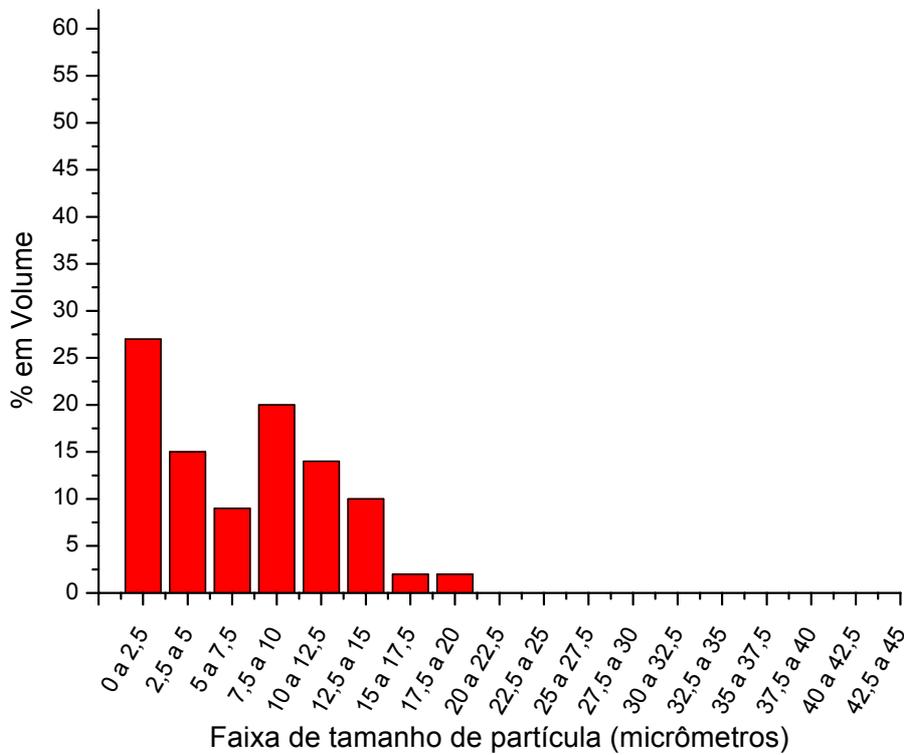


Figura 19 – Distribuição granulométrica do passante (abaixo de 20μm)

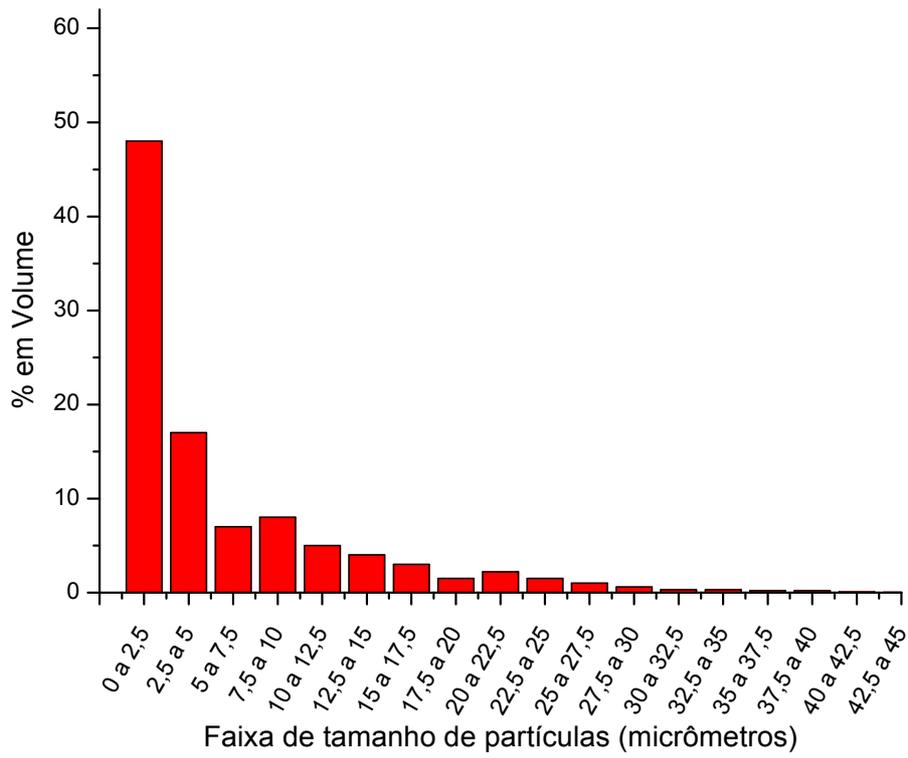


Figura 20 – Distribuição granulométrica do pó de *Fuji IX*[®]

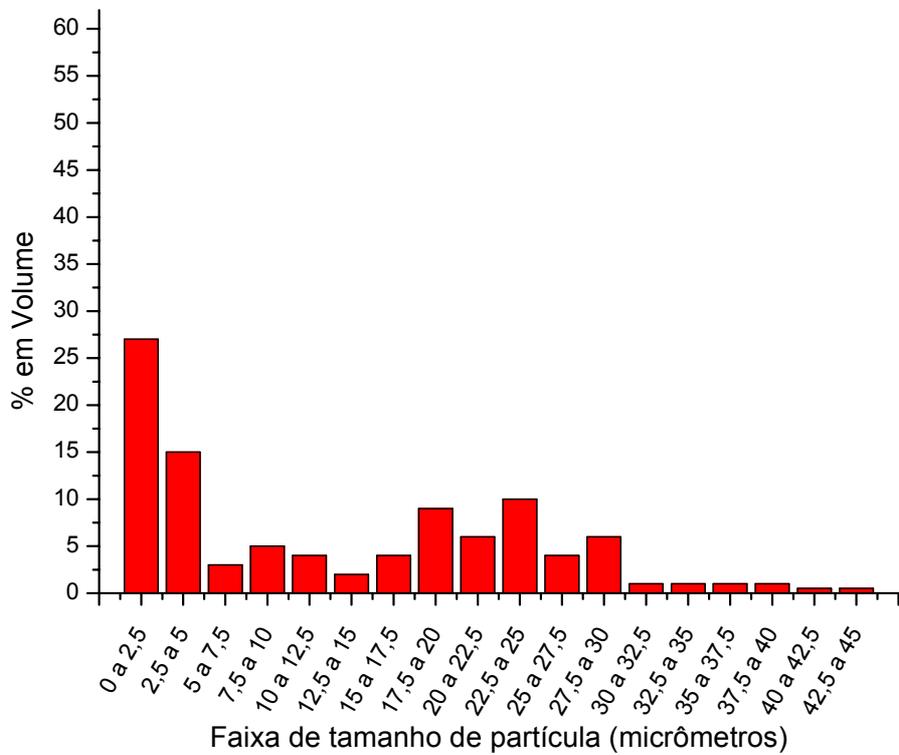


Figura 21 - Distribuição granulométrica do retido (acima de 20 μ m)

Pelos resultados apresentados pode-se observar que o pó de *Fuji I*[®] apresenta quase que na sua totalidade partículas menores que 16 µm sendo que cerca de 55% destas com tamanho próximo a 2 µm. Nota-se também que 80% das partículas têm tamanho menor que 5 µm.

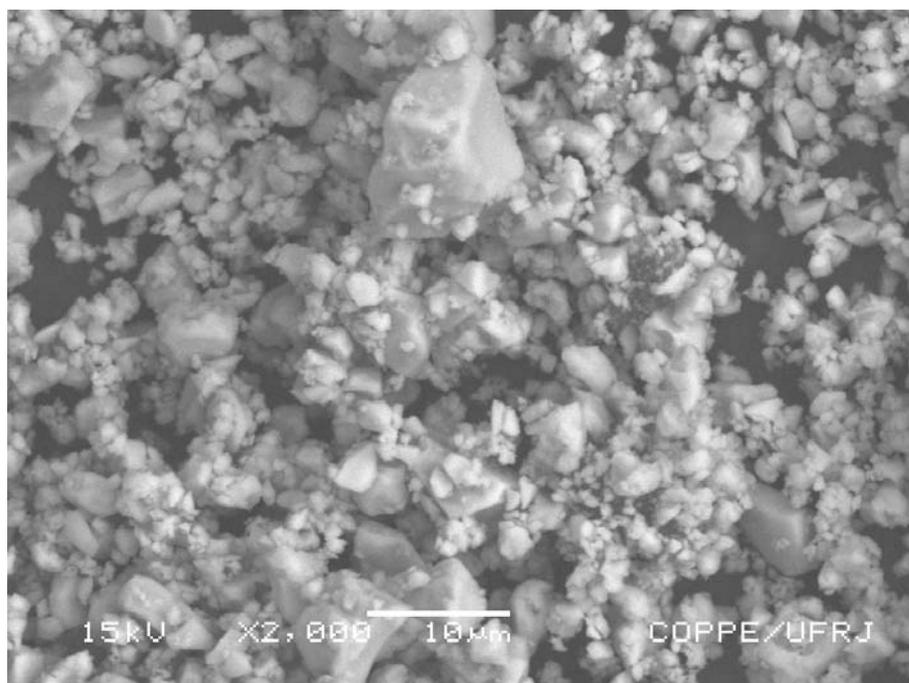
O *Fuji IX*[®] por sua vez apresenta partículas com até 45 µm de tamanho, sendo que uma fração significativa no intervalo de 15 a 30 µm. Apresenta também quase 50% de partículas em torno de 2 µm.

Para a distribuição granulométrica do pó obtido por peneiração a partir do *Fuji IX*[®] nota-se que o volume de partículas na faixa de 0 a 2,5 µm ficou abaixo das expectativas. Este fato é consequência da perda ou aglomeração daquelas partículas em torno de 0,4 µm durante o processo de separação. A Figura 21 mostra que no material retido uma certa fração de partículas menores que 20 µm estão presentes. A explicação para isto se deve, como será visto na figura 24b, a presença de partículas menores aderidas às partículas maiores.

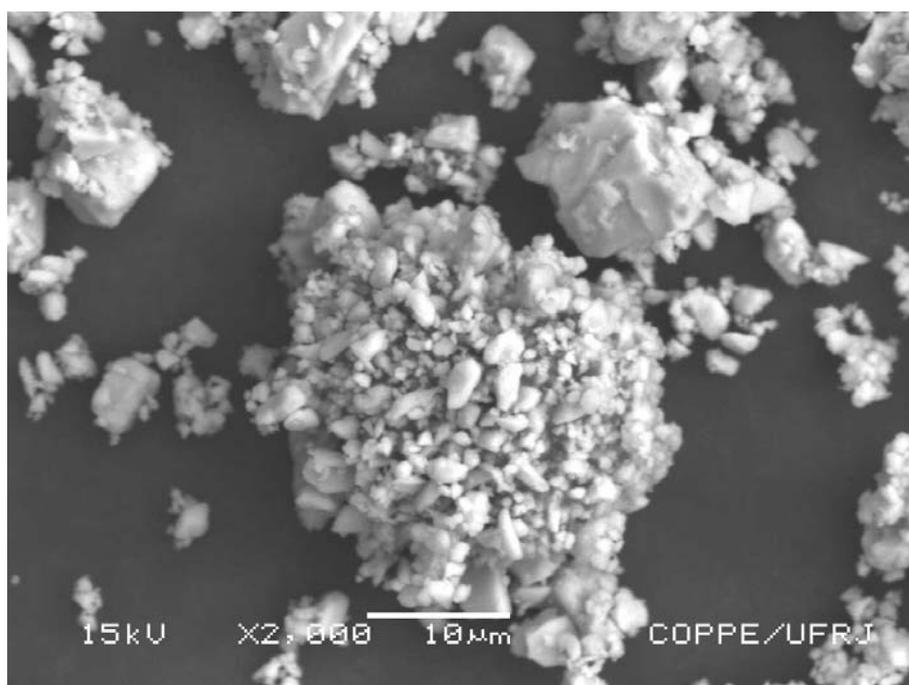
Desta forma, ratifica-se que as faixas de separação em consequência do peneiramento ficaram concentradas nas faixas de 10 e de 20 µm, respectivamente ambas com a presença de partículas na faixa de até 2,5 µm.

4.1.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DO PÓ

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura dos pós *Fuji I*[®] e *Fuji IX*[®] apresentadas na Figura 22 mostraram que as partículas são angulosas e irregulares. Mesmo antes de passar pelos processos de separação, as partículas menores se apresentam aderidas à superfície das partículas maiores, ou formando aglomerados, como pode ser observado nesta mesma Figura.



(a)



(b)

Figura 22 - Imagens obtidas por MEV dos pós de (a) *Fuji I*[®] e (b) *Fuji IX*[®]

Após passar pelo processo de peneiração, as partículas foram também observadas em microscópio eletrônico de varredura. As imagens 23 e 24 ilustram a eficiência do método de separação adotado e descrito no item 3.2.3.2.. A Figura 23 é uma imagem do pó passante e a Figura 24, do pó retido.

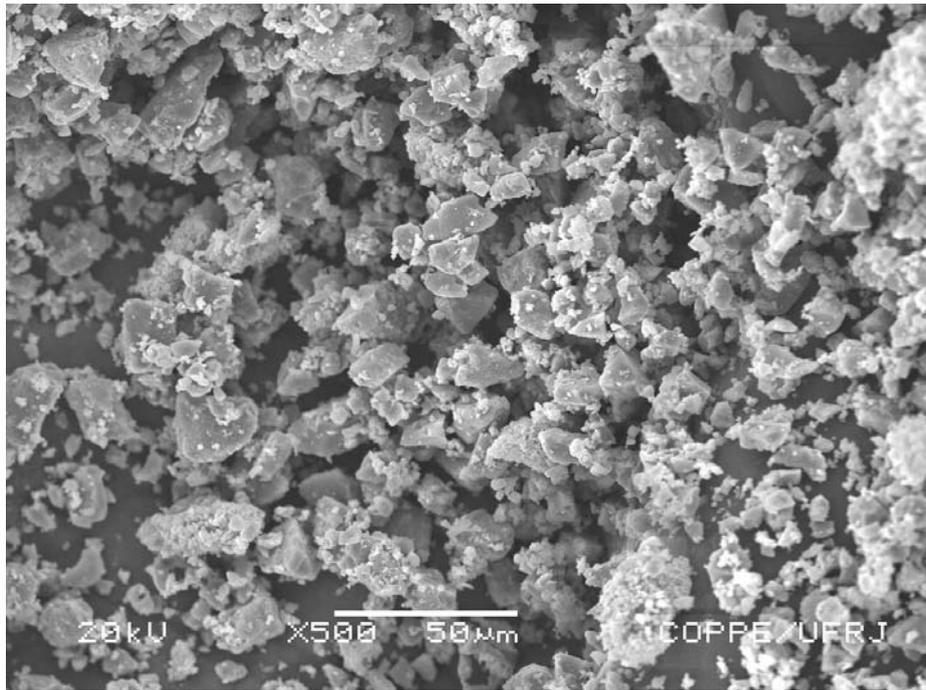
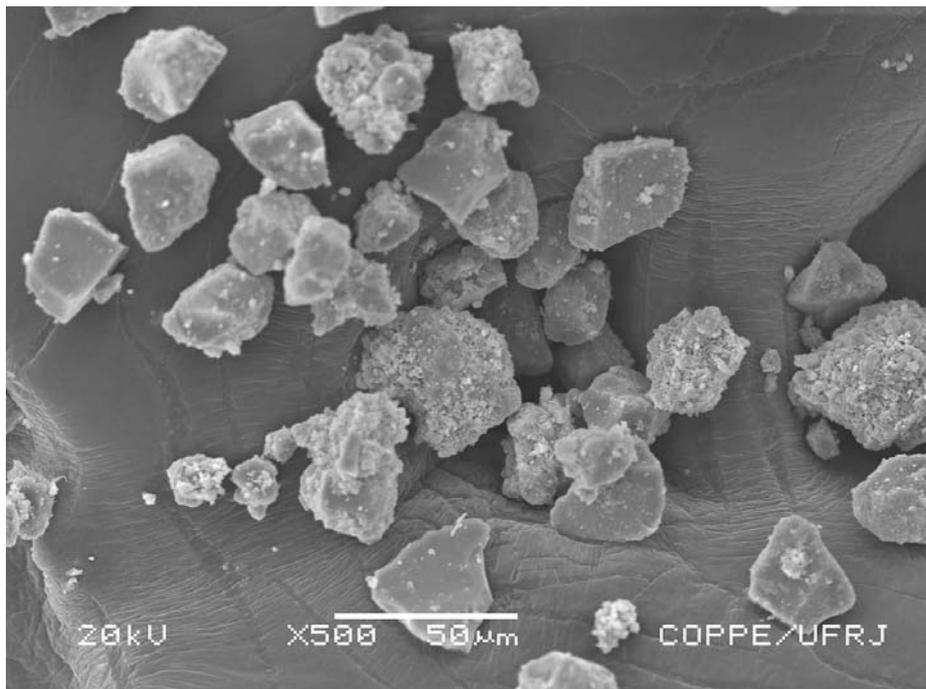
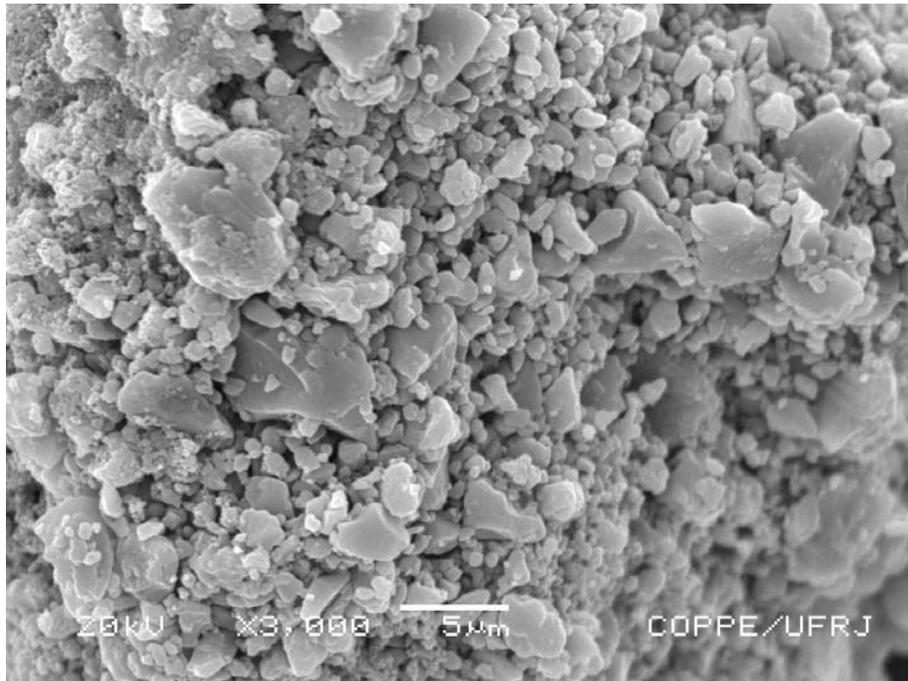


Figura 23 – Imagem obtida por MEV do pó passante



(a)



(b)

Figura 24 – Imagem obtida por MEV (a) do pó retido (b) Imagem em maior aumento mostrando a superfície de uma partícula com partículas menores agregadas

As imagens do pó passante confirmam que apenas partículas abaixo de 20 μm foram obtidas. As imagens do pó retido, onde, a princípio, estariam presentes apenas partículas acima de 20 μm , revelaram a presença de pequenas partículas aderidas à superfície das maiores, como já foi comentado anteriormente. Este é um comportamento frequentemente observado em pós com partículas muito pequenas. As partículas menores possuem maior energia de superfície e assim se tornam mais favoráveis os mecanismos de aglomeração.

4.1.3. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO PÓ POR ANÁLISE DE EDS

A figura 25 é resultado da análise por EDS do pó do material *Fuji I*[®].

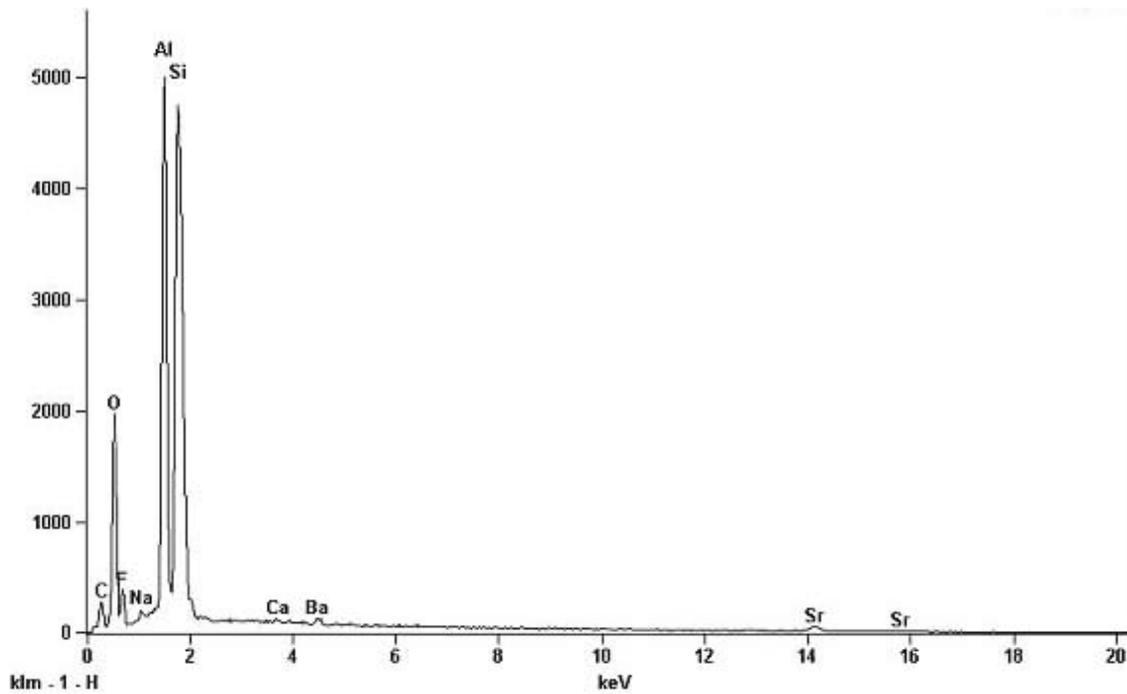


Figura 25 - Espectro de EDS do pó de *Fuji I*[®]

A composição química deste pó está de acordo com o fabricante, que diz que se constitui em um vidro de aluminossilicato, apresentando também picos de F e Na. Neste espectro também pode-se observar um pico de Sr, adicionado para conferir radiopacidade. Os picos de C e O, neste caso, não devem ser levados em consideração na altura relativa dos seus picos em função da baixa resolução do método para elementos mais leves. A ausência do elemento cálcio é um resultado inesperado, pois na literatura corrente, a descrição da reação de cura deste material sempre inclui a participação do cálcio como um cátion importante para dar início a ligação entre os meros de poliácido acrílico. O gráfico da composição do pó de *Fuji IX*[®] pode ser observado na Figura 26.

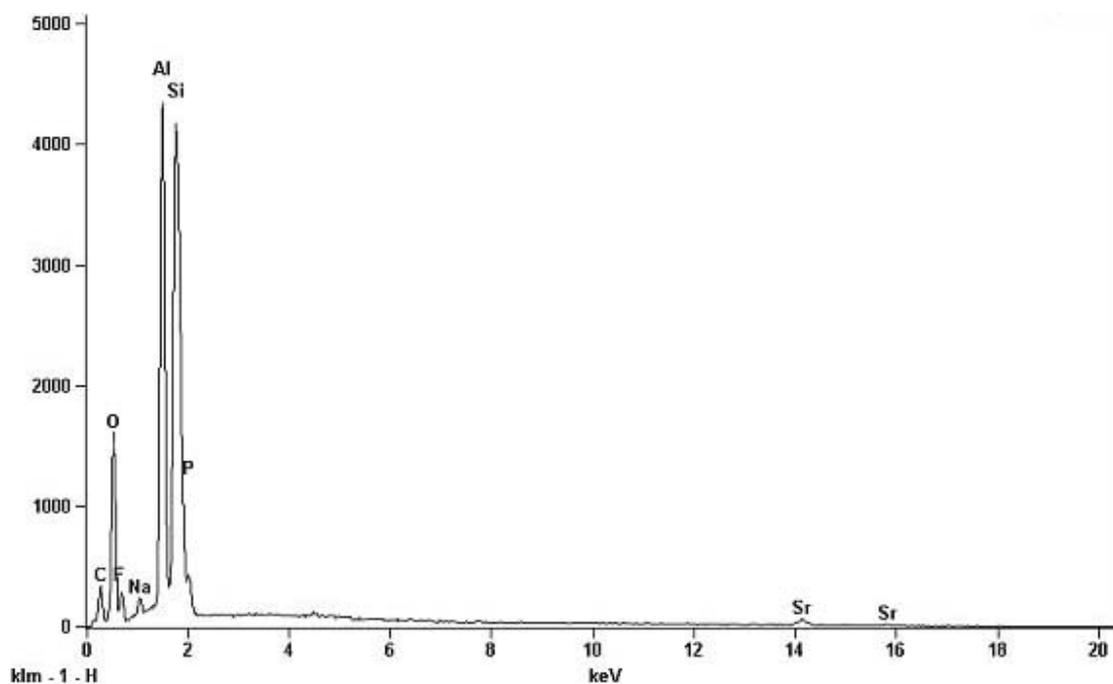


Figura 26 – Espectro de EDS do pó de *Fuji IX*[®]

Os materiais analisados têm basicamente a mesma composição: Al, Si, F, Na e ainda um elemento radiopacificador, neste caso, o Sr.

A fim de comparação, o pó do produto *Meron*[®] foi analisado da mesma forma. Ao contrário do pó de *Fuji I*[®] e *Fuji IX*[®], a imagem de microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados deste material (Figura 27) indicou diferentes colorações entre as partículas maiores e menores.

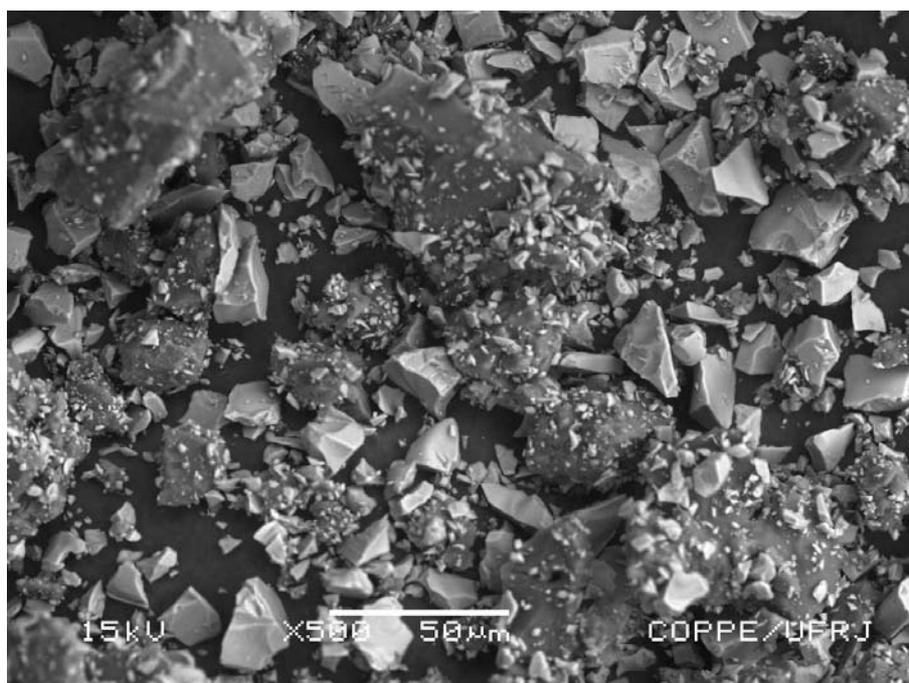


Figura 27 – MEV do pó *Meron*[®] como recebido pelo fabricante

As partículas maiores se apresentaram mais escuras e as menores, mais claras. Isto significa que as partículas maiores possuem elementos de número atômico menor e as menores consequentemente, de número atômico maior. Os gráficos obtidos da análise do produto *Merón*[®] podem ser observados nas Figuras 28 e 29.

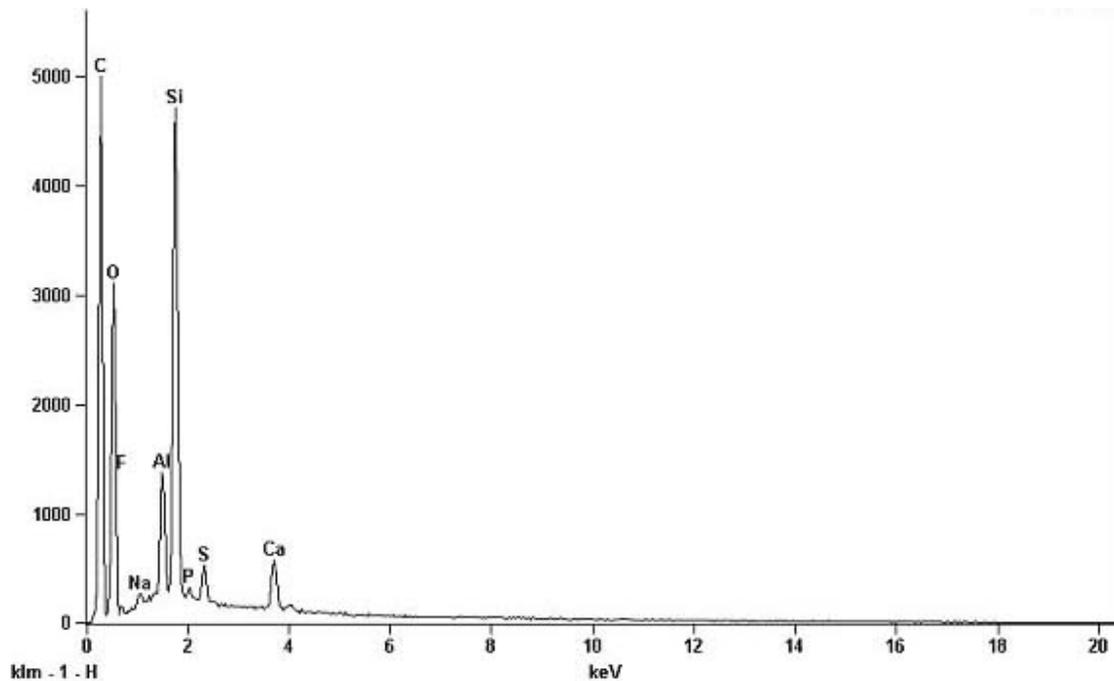


Figura 28 – Espectro de EDS do pó *Merón*[®] partículas Escuras

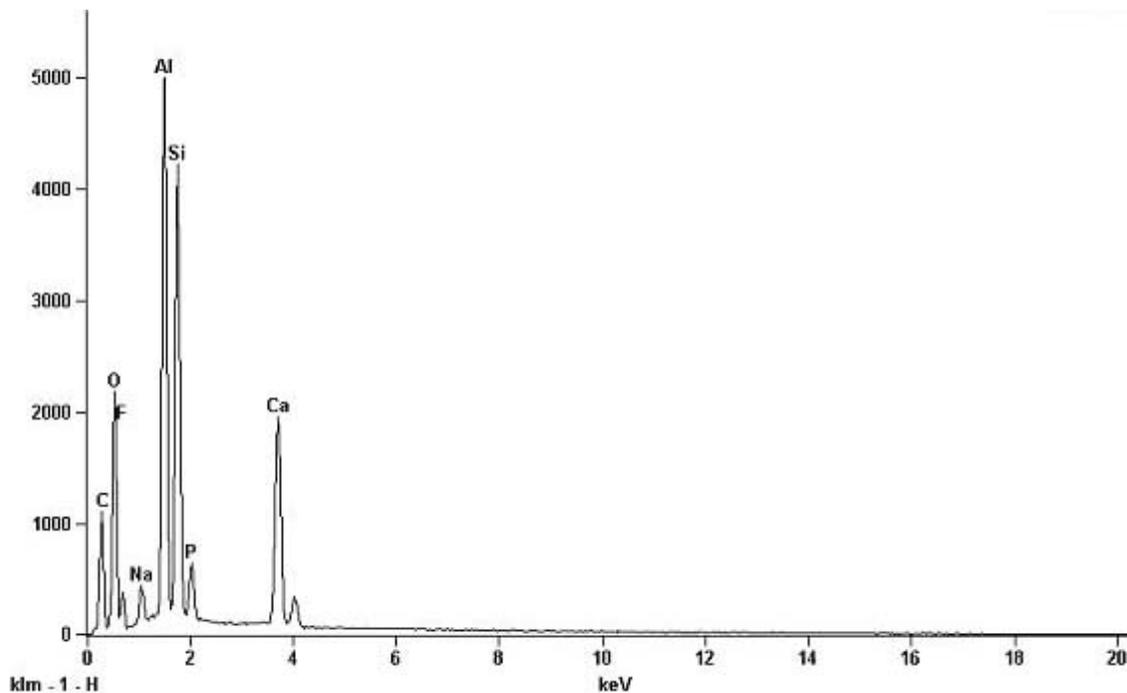


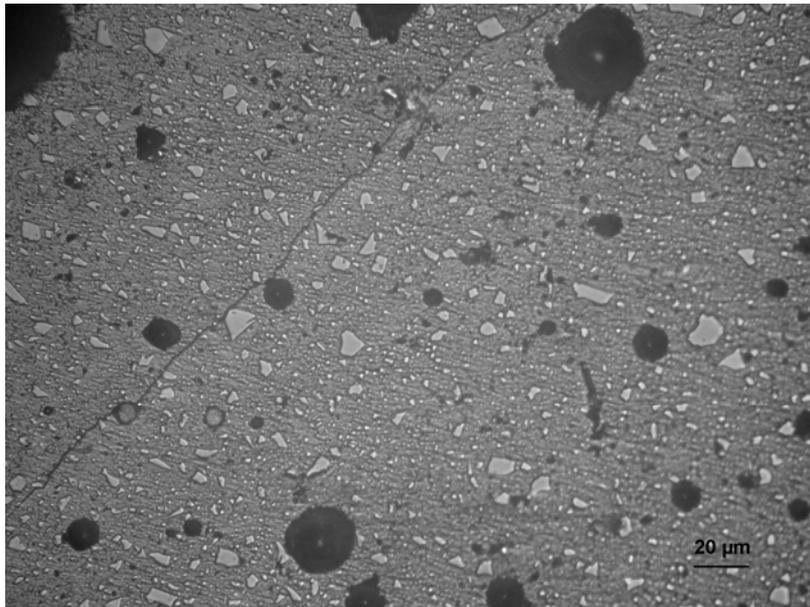
Figura 29 – Espectro de EDS do pó *Merón*[®] partículas Claras

De fato as partículas possuem composições diferentes e como podemos observar as partículas claras possuem maior quantidade Ca, que por sua vez tem maior número atômico. Este elemento, notavelmente mais abundante nas partículas menores, são os átomos que de acordo com a literatura irão se ionizar, seja na reação de cura, seja na cavidade bucal. Provavelmente o interesse do fabricante em fazê-lo, é tornar estes cátions mais acessíveis, já que para um mesmo volume, a área da superfície é muito maior, acelerando a reação. Podemos destacar a presença do Ca no pó do produto *Merón*[®] em contraposição ao pó *Fuji I*[®]. A presença dos outros elementos, como Al e Si, é aproximadamente semelhante. Elementos frequentemente adicionados para conferir radiopacidade aos CIVs, como o Ba ou Sr, não puderam ser detectados nos espectros do pó do produto *Merón*[®].

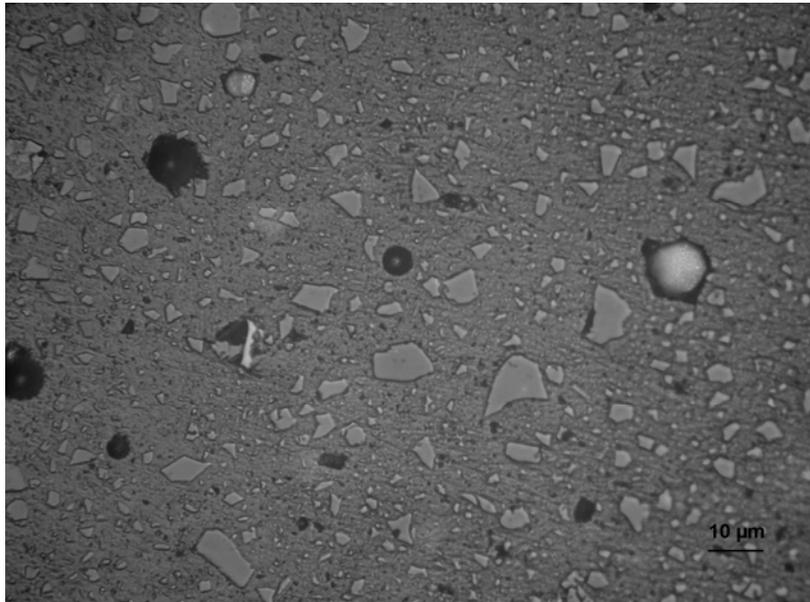
4.1.4. MICROSCOPIA ÓTICA DO CIMENTO

Sabendo que o cimento ionômero de vidro perde água para o meio muito facilmente, uma das maiores dificuldades em se trabalhar com este material foi a necessidade de mantê-lo em água a todo momento. Em poucos minutos exposto ao ar as trincas na superfície do material já podem ser vistas a olho nu. Como em Microscopia Ótica não se utiliza o vácuo, as imagens do cimento obtidas por esta técnica se mostraram pouco fissuradas. Em MEV, esta dificuldade foi contornada parcialmente pela observação do material sob baixo vácuo.

As imagens de microscopia ótica ofereceram uma boa noção do aspecto geral do material curado. Foi possível observar a presença marcante de porosidades, a distribuição aproximadamente homogênea das partículas no cimento e o aspecto morfológico final das partículas. As imagens de microscopia ótica dos cimentos preparados com os 4 grupos granulométricos estudados, FI, P, FIX, e R em 2 proporções pó:líquido como descrito na tabela 8 do item 3.2.3.3 podem ser observadas nas Figuras de 30 a 37. Os resultados serão apresentados em ordem crescente de granulometria, neste caso, *Fuji I*[®], passante, *Fuji IX*[®] e retido.

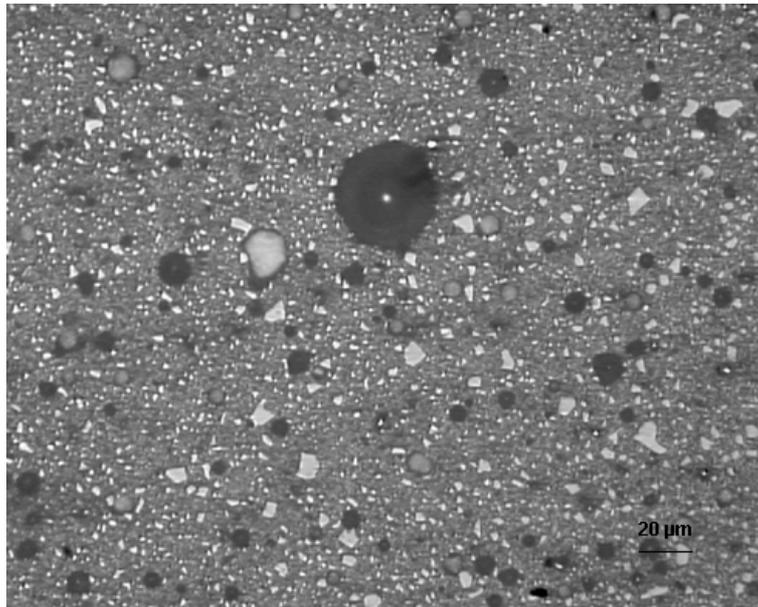


(a)

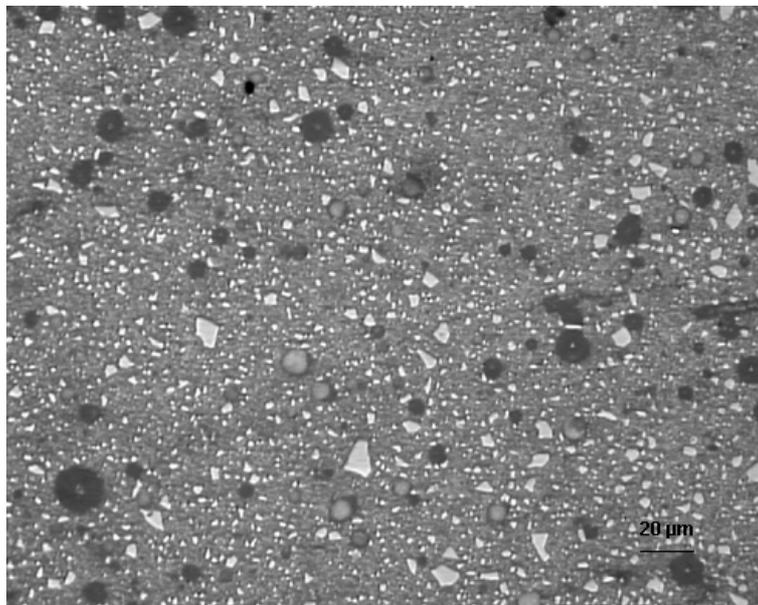


(b)

Figura 30 – Micrografia do cimento curado, amostra F11

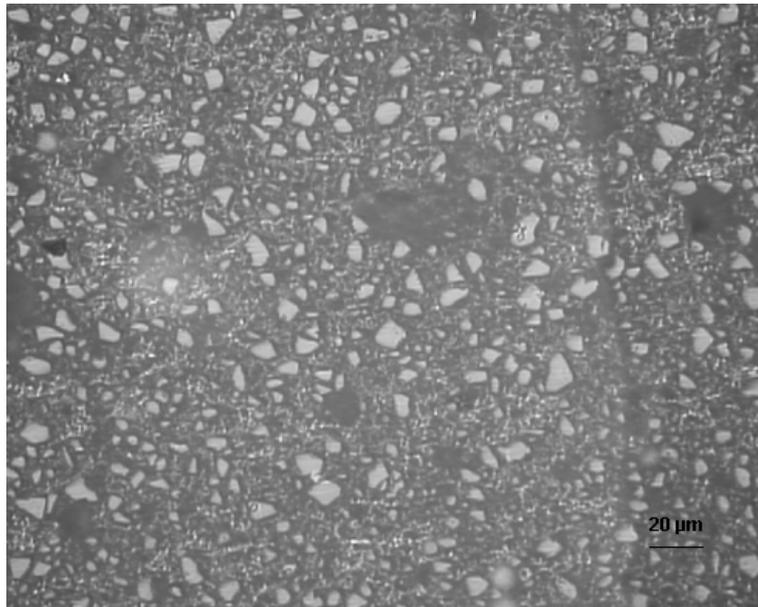


(a)

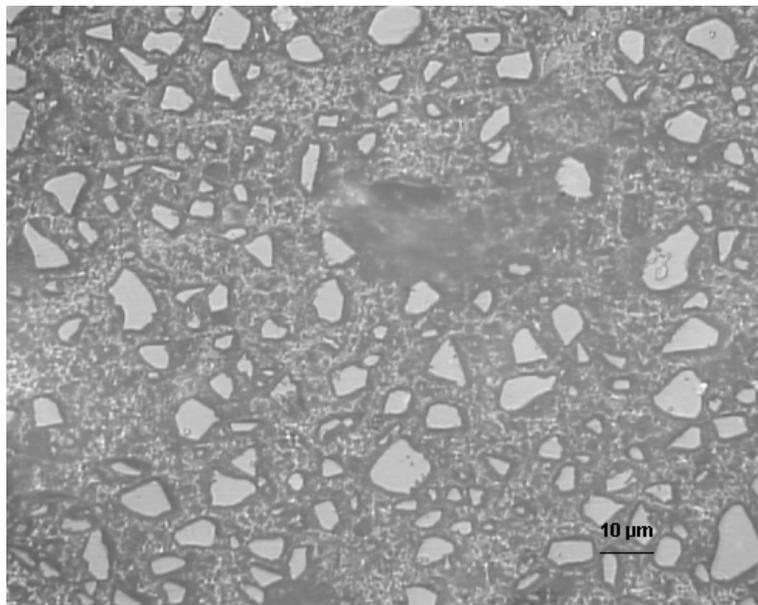


(b)

Figura 31 – Micrografia do cimento curado, amostra FI2

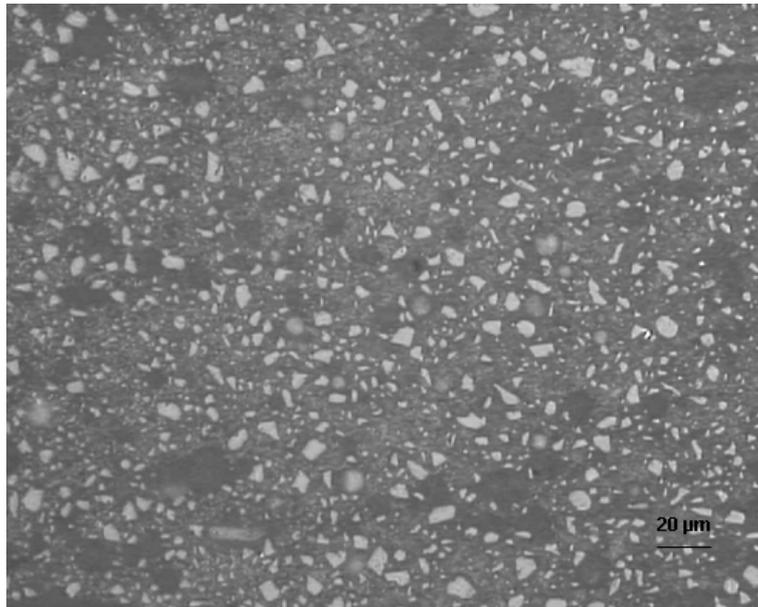


(a)

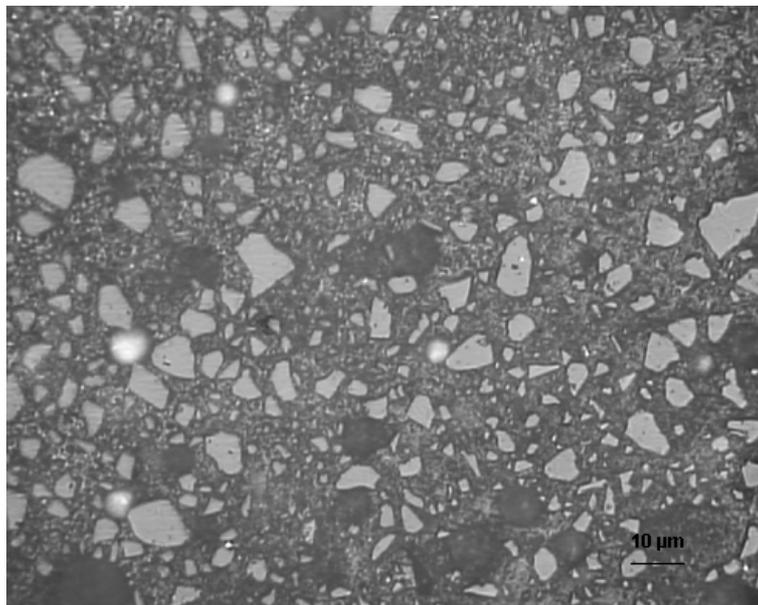


(b)

Figura 32 – Micrografia do cimento curado, amostra P1

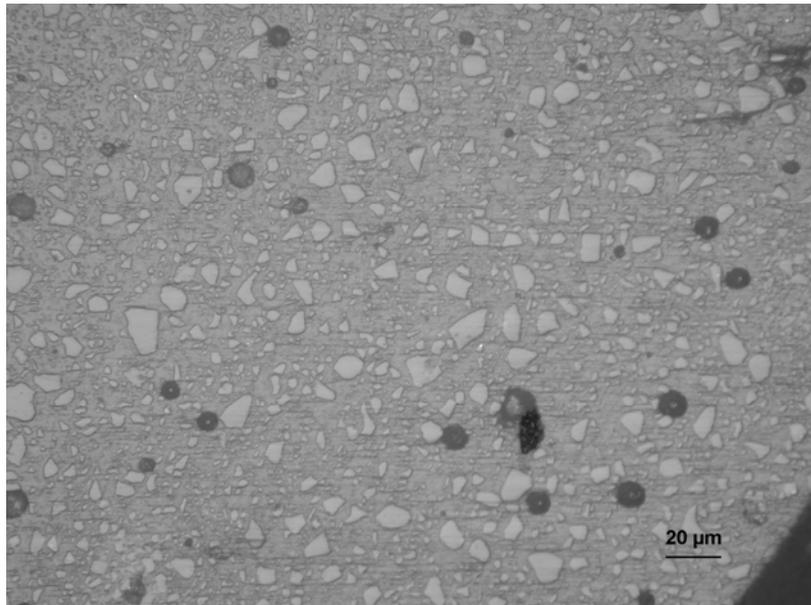


(a)

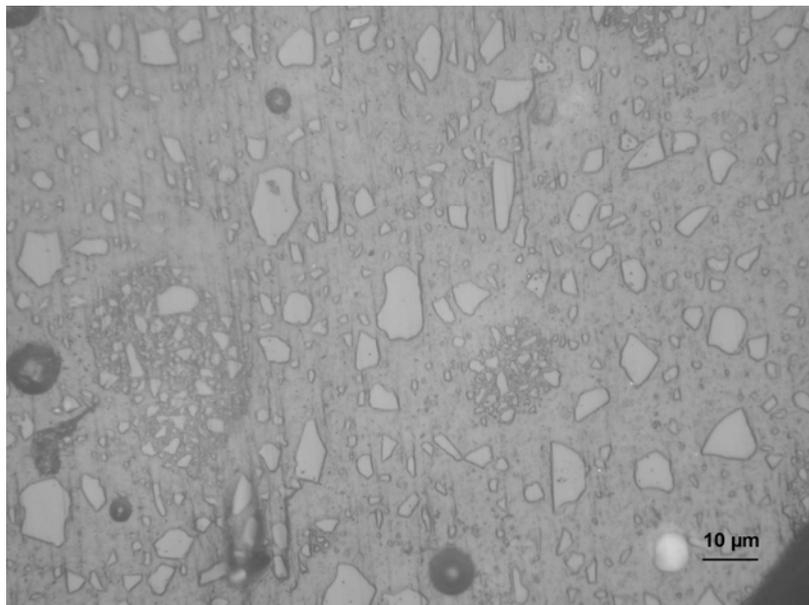


(b)

Figura 33 – Micrografia do cimento curado, amostra P2

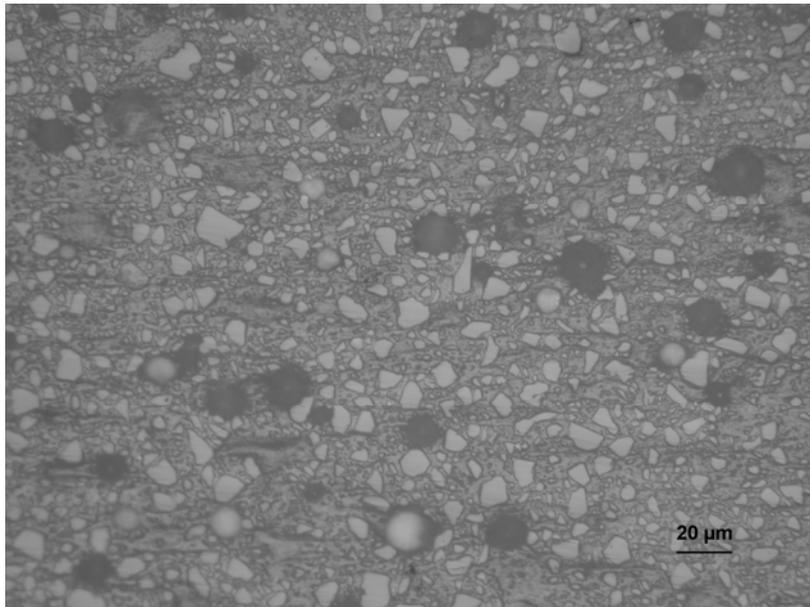


(a)

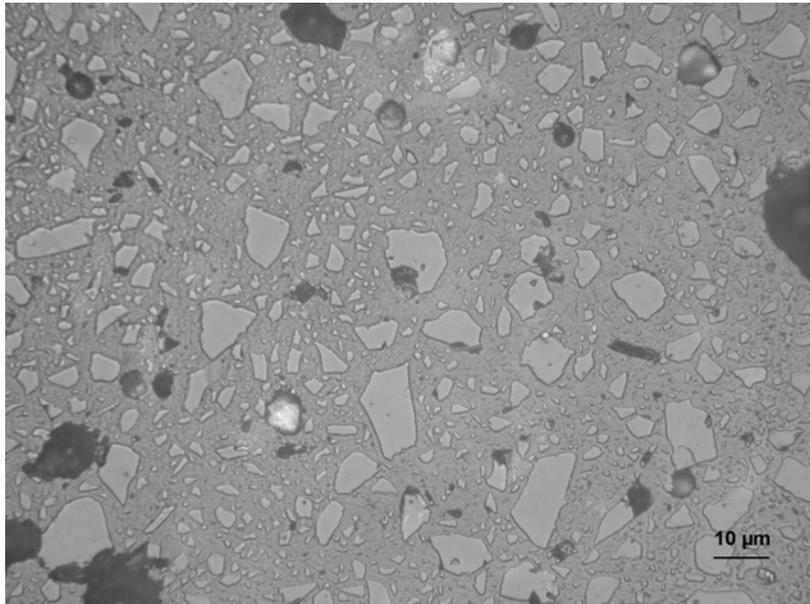


(b)

Figura 34 – Micrografia do cimento curado, amostra FIX1

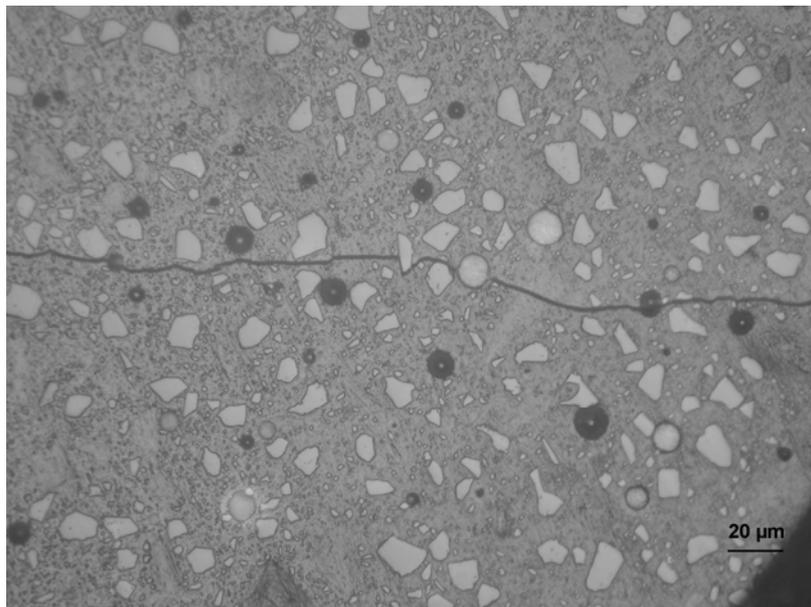


(a)

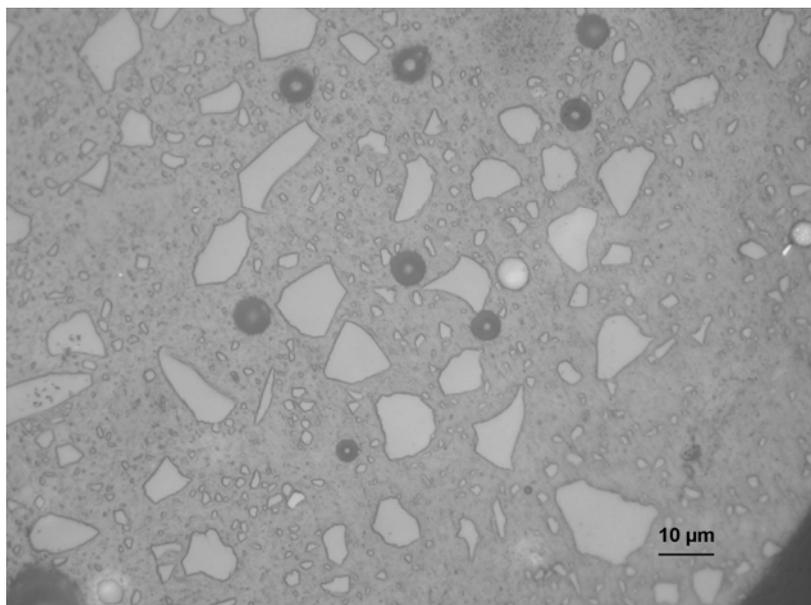


(b)

Figura 35 – Micrografia do cimento curado, amostra FIX2

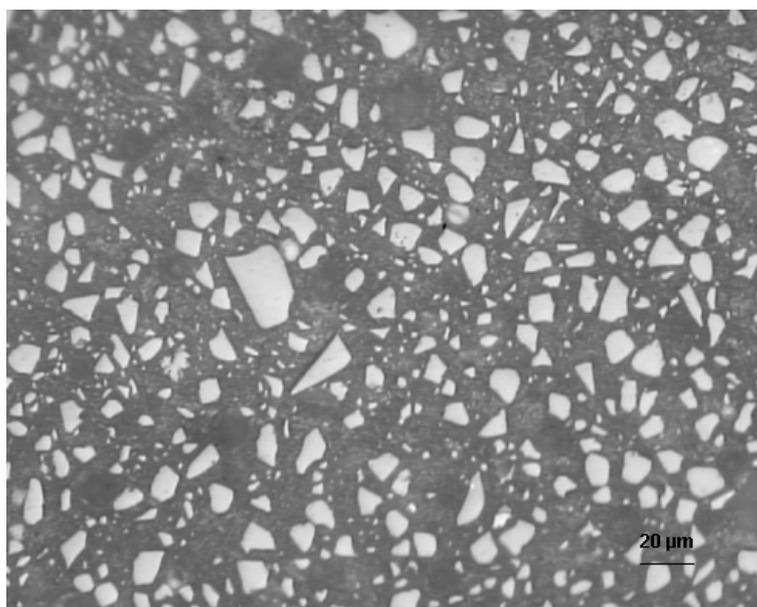


(a)

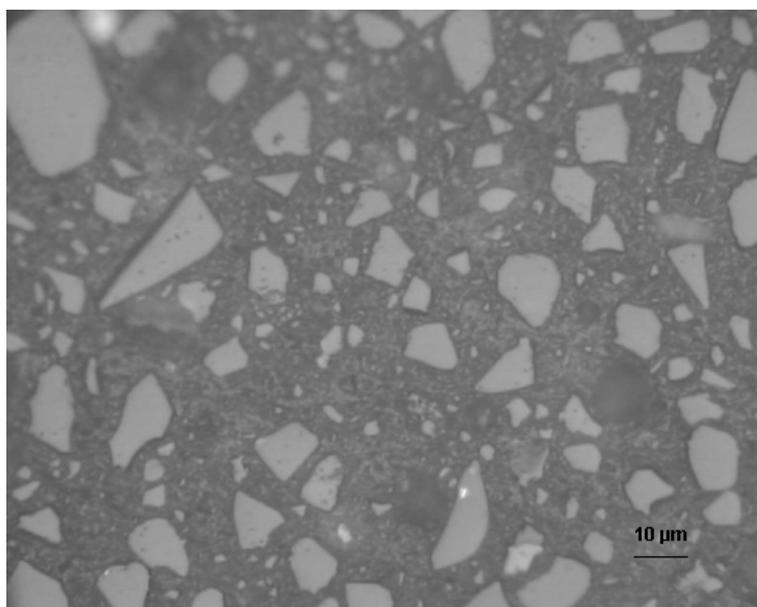


(b)

Figura 36 – Micrografia do cimento curado, amostra R1



(a)



(b)

Figura 37 – Micrografia do cimento curado, amostra R2

O aspecto morfológico das partículas destas amostras corroboram à primeira vista as informações contidas nos gráficos de distribuição de partículas das Figuras 18 a 21. As imagens obtidas por microscopia ótica foram utilizadas para a medida da fração volumétrica de porosidades.

4.1.5. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DO CIMENTO

Nas imagens de MEV, Figuras 38 a 45, das amostras preparadas do cimento pode-se observar as inúmeras trincas produzidas pela desidratação, mesmo observadas no modo baixo vácuo.

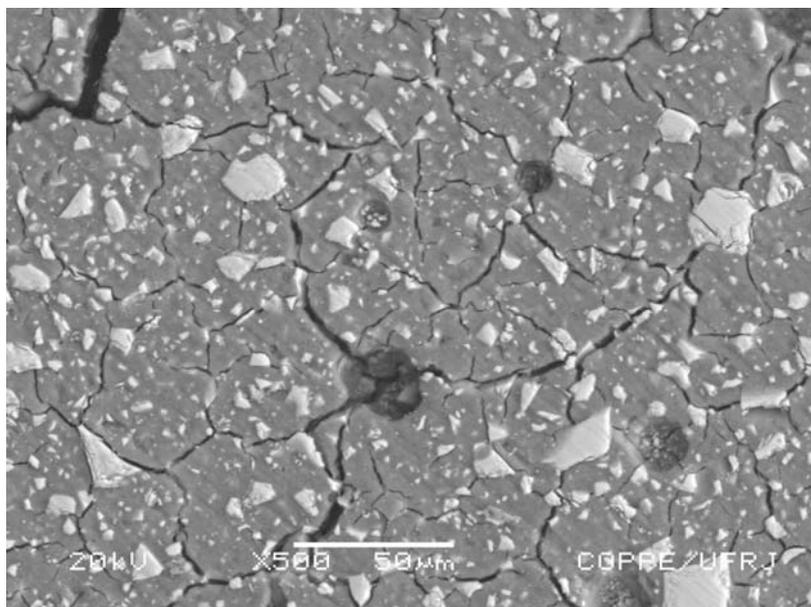


Figura 38 – Micrografia do cimento curado, amostra FI1

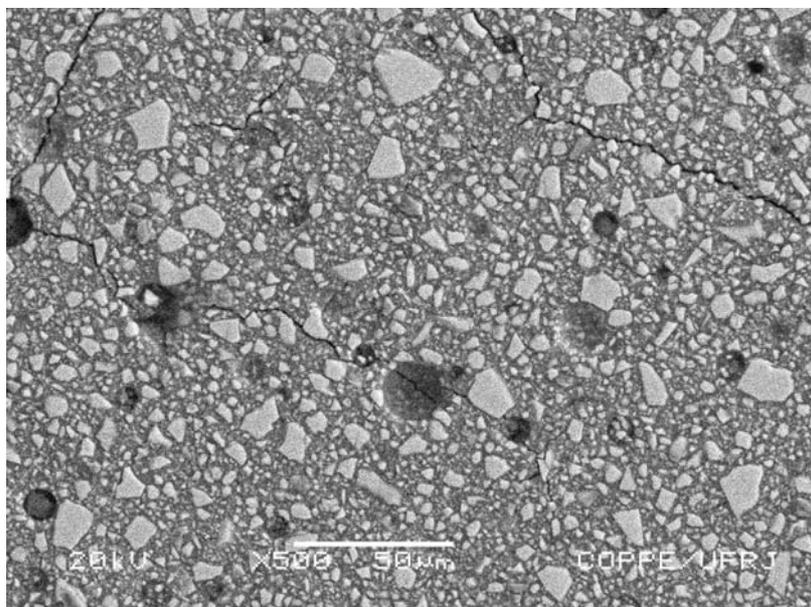


Figura 39 – Micrografia do cimento curado, amostra FI2

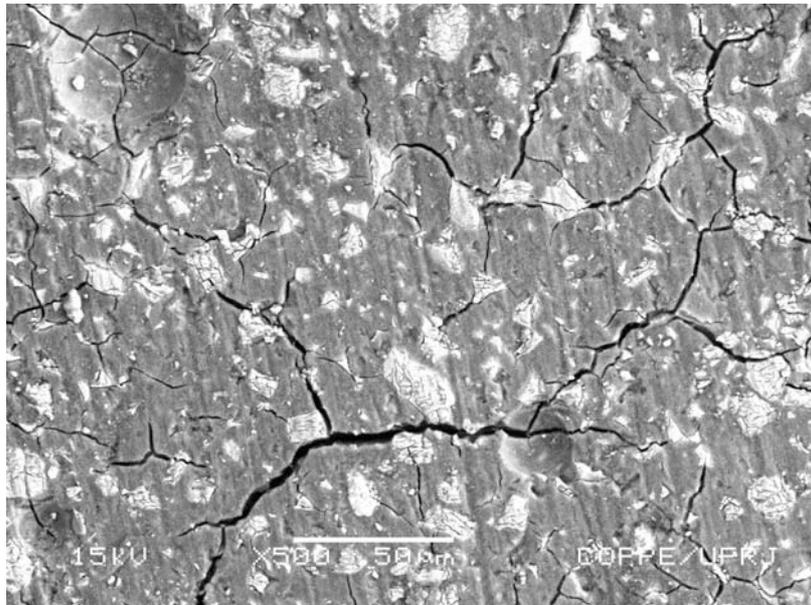


Figura 40 – Micrografia do cimento curado, amostra P1

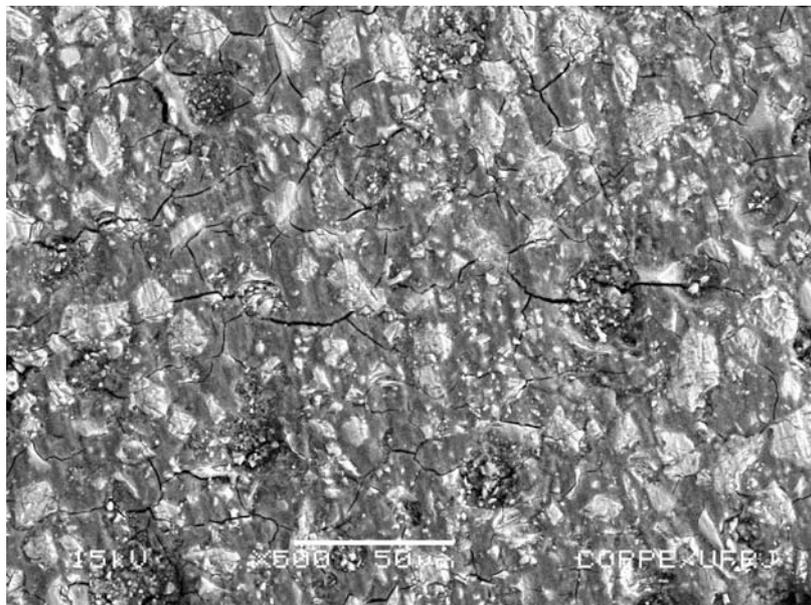


Figura 41 – Micrografia do cimento curado, amostra P2

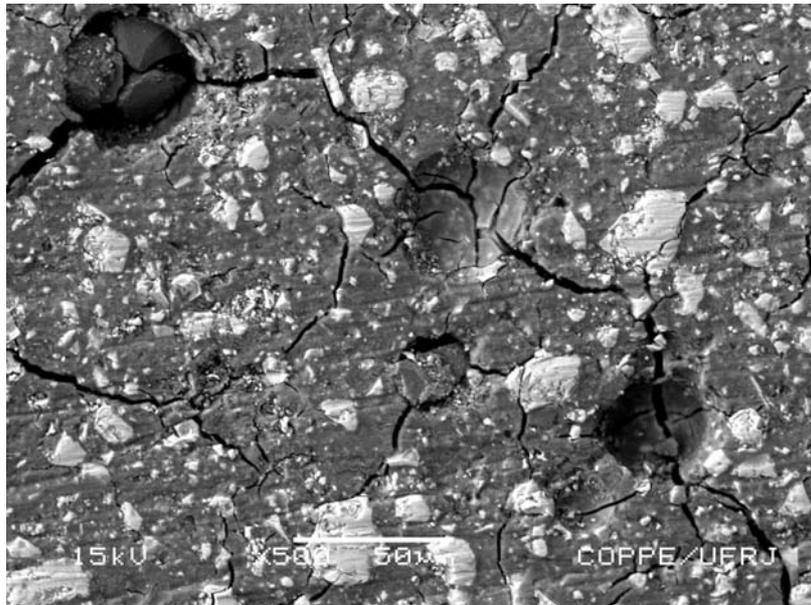


Figura 42 – Micrografia do cimento curado, amostra FIX1

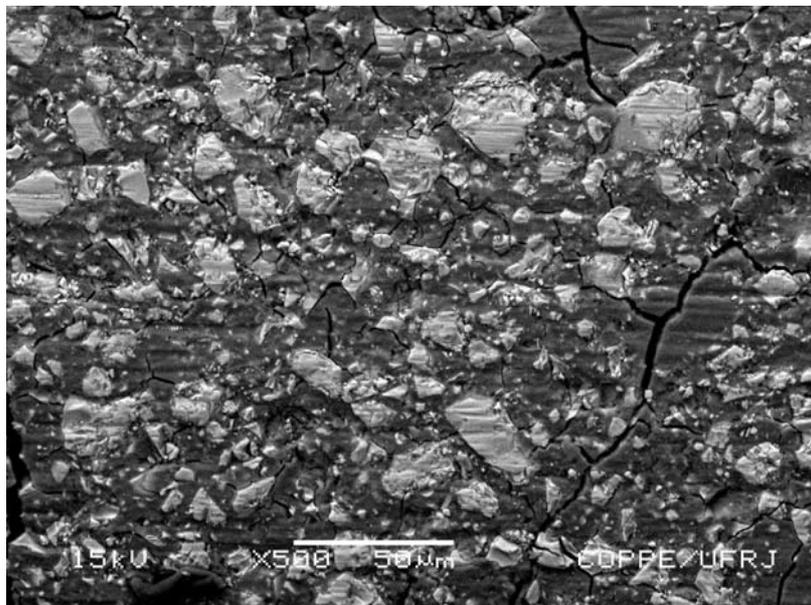


Figura 43 – Micrografia do cimento curado, amostra FIX2

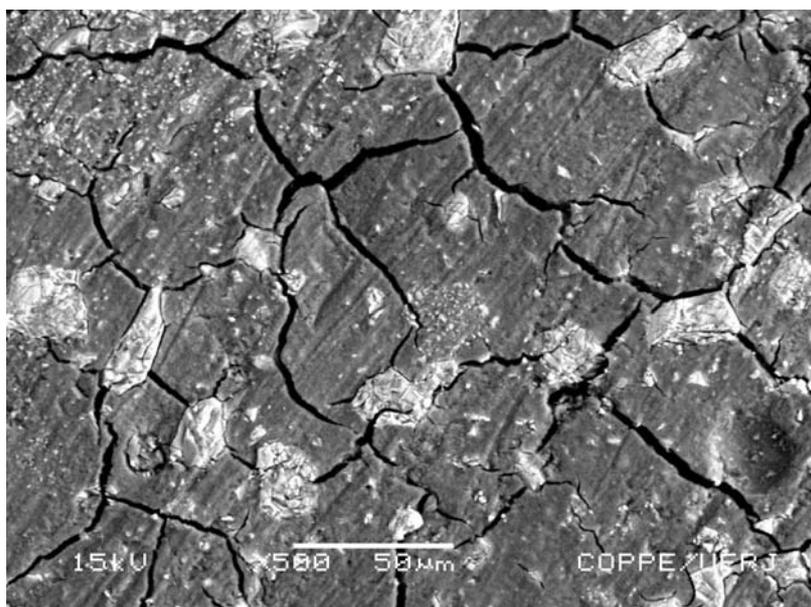


Figura 44 – Micrografia do cimento curado, amostra R1

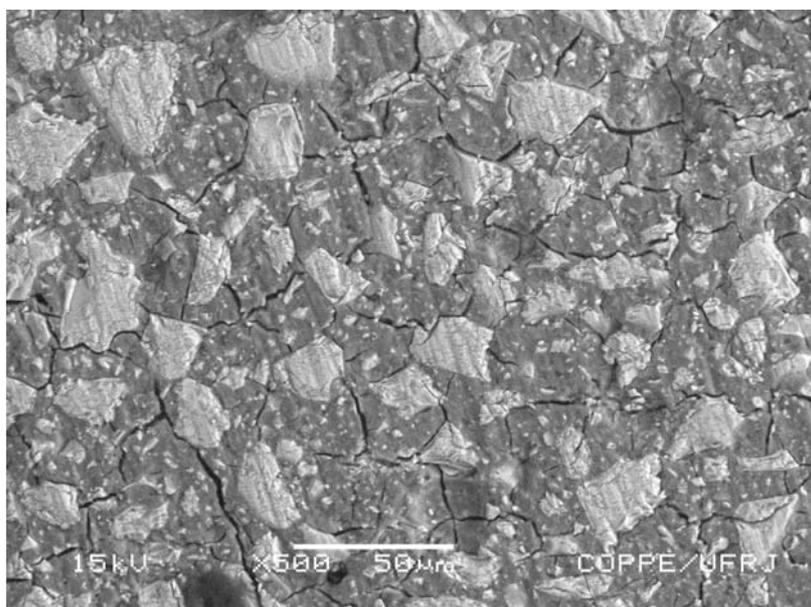


Figura 45 – Micrografia do cimento curado, amostra R2

Imagens de MEV bastante nítidas e contrastadas foram obtidas, definindo perfeitamente as fases e em qualidade superior a muitos artigos apresentados na literatura. Por exemplo, foi possível observar aglomerados do pó e porosidades esféricas, bem como o formato anguloso final das partículas depois de reagidas. As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura foram utilizadas para a medida da fração volumétrica de partículas.

4.2. CARACTERIZAÇÃO QUANTITATIVA

4.2.1. ANÁLISE DA DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO E DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE PARTÍCULAS DO CIMENTO CURADO

A distribuição de tamanho das partículas em nos cimentos e a fração total de partículas no cimento puderam ser mensuradas através do tratamento das imagens de MEV. Um exemplo de imagem tratada pode ser observado nas Figuras 46 e 47.

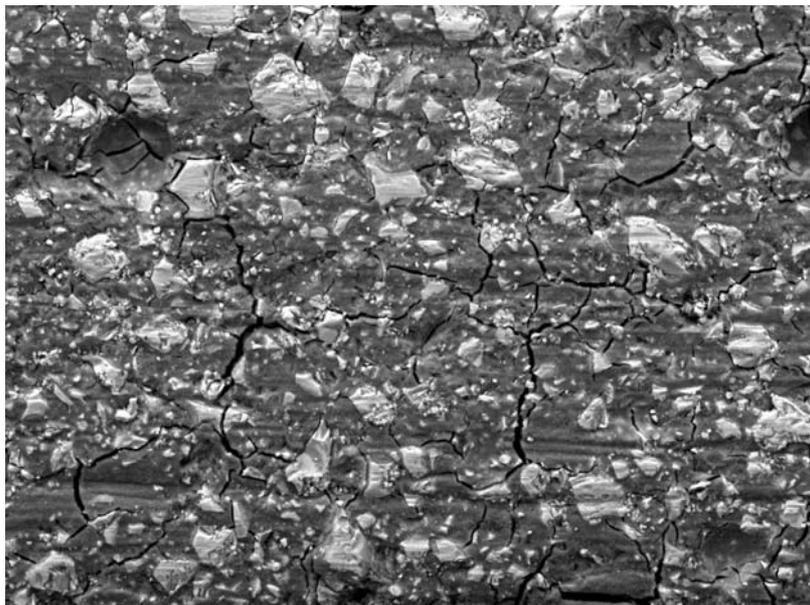


Figura 46 – Imagem original para análise da fração volumétrica de partículas

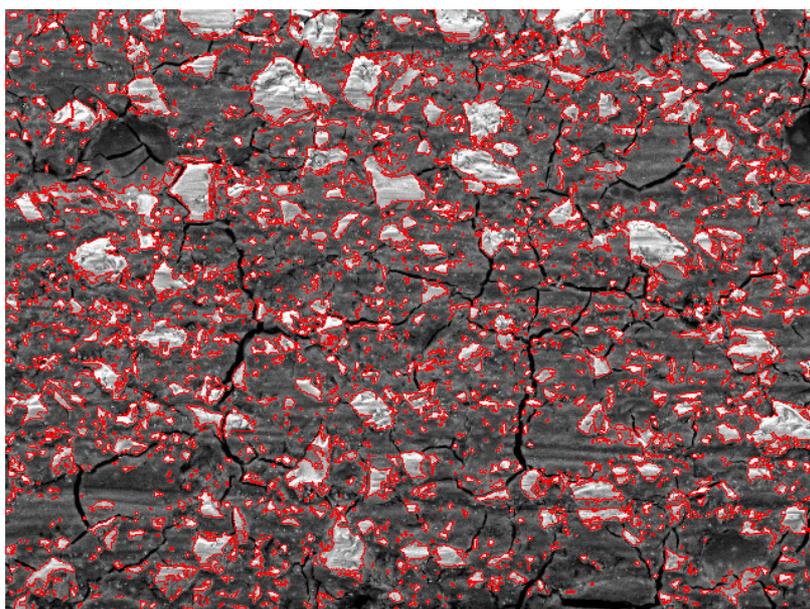


Figura 47 – Imagem tratada para análise da fração volumétrica de partículas

A medida dos tamanhos de partícula pós-cura foi realizada com a intenção de comparar a distribuição granulométrica antes e após a cura do cimento. Estes resultados têm que ser discutidos levando em conta que esta última medida foi feita sobre uma superfície polida e as partículas interceptadas no plano do polimento. Além disso deve ser levado em conta também a capacidade de resolução dos dois métodos de medida. Entretanto, como será visto mais adiante, a interpretação destes resultados se mostrou coerente apesar desta limitação. A distribuição granulométrica aparente pós-cura está apresentada por faixas de tamanho nas Figuras de 48 a 55. No detalhe de cada figura está apresentada a distribuição inicial do pó, antes da cura. Vale ressaltar que o volume ocupado pelas partículas no cimento curado é menor que o volume ocupado pelas partículas antes da cura, mas em ambos os casos, o somatório de volume é normalizado para 100%.

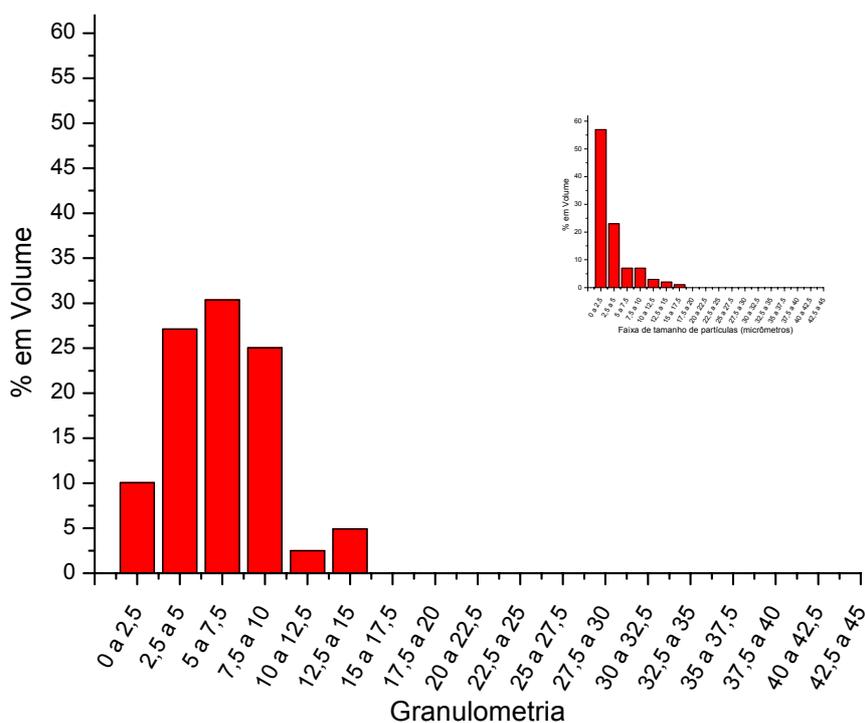


Figura 48 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento F11 e detalhe da distribuição do *Fuji I*[®] antes da cura

Na Figura 48 há uma redução significativa do número de partículas mais finas e ao mesmo tempo uma diminuição no número de partículas mais grosseiras. Ambos efeitos correspondem às perdas de volume ou dissolução como efeito da reação de cura. Neste caso, se observa a redução dramática das partículas na faixa de 0 a 2,5

µm. Ao mesmo tempo, reduzindo-se as partículas finas, nota-se que o pico correspondente à distribuição das mais grosseiras desloca-se da faixa de 7,5 a 10 µm para 5 a 7,5 µm corroborando com a afirmativa de redução de volume das partículas mais grosseiras.

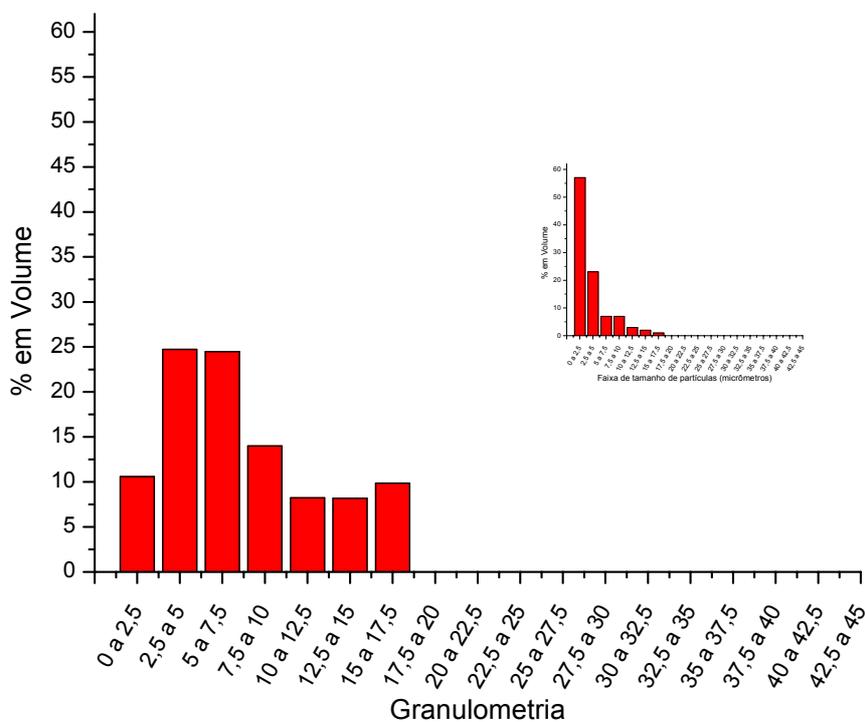


Figura 49 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento F12 e detalhe da distribuição do *Fuji I*® antes da cura

Para a maior proporção de pó:líquido do pó de *Fuji I*® as mesmas observações feitas para a proporção menor podem ser aplicadas, entretanto não é tão clara a redução do tamanho das partículas maiores. Neste caso, as partículas na faixa de 15 a 17,5 µm continuam co-existindo com as demais. Isso pode indicar uma saturação da matriz pela dissolução mais rápida do maior número de partículas mais finas.

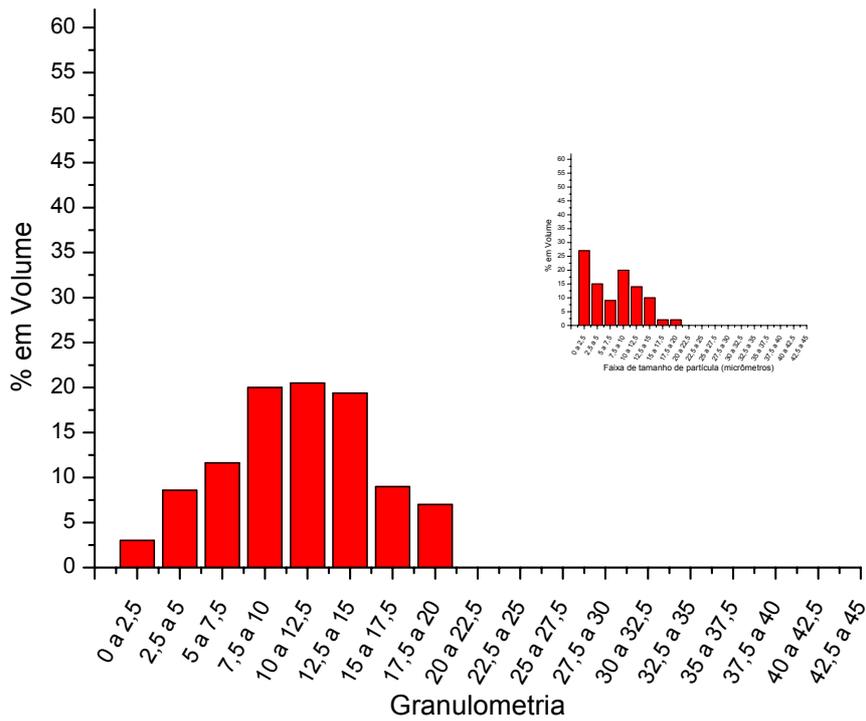


Figura 50 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento P1 e detalhe da distribuição do passante antes da cura

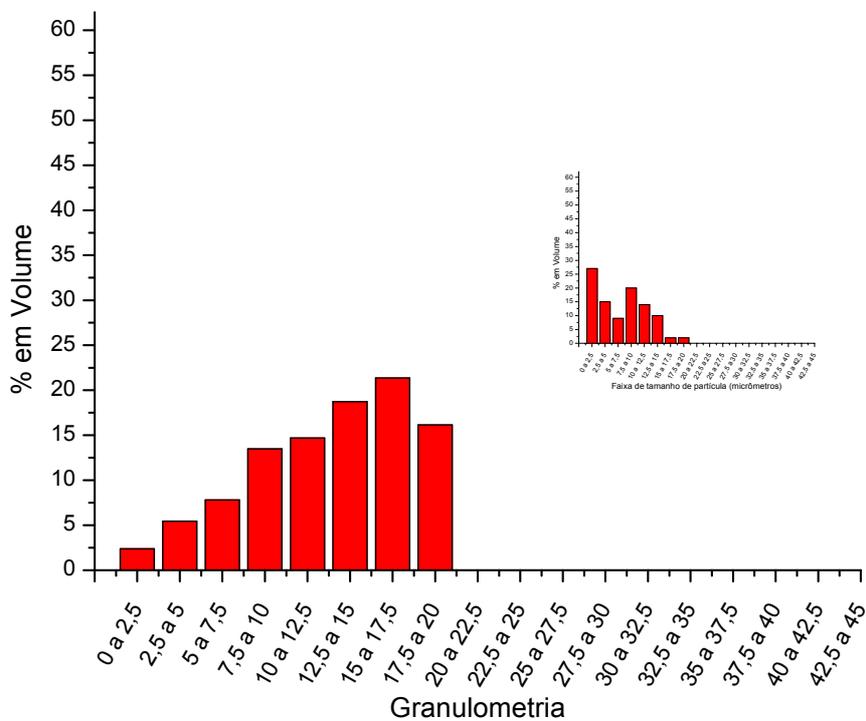


Figura 51 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento P2 e detalhe da distribuição do passante antes da cura

As medidas da distribuição granulométrica das partículas no cimento produzido com o pó passante não mostrou de maneira clara a diminuição da fração de partículas grosseiras, como foi observado no caso anterior. Nestes gráficos ficou clara a redução drástica da fração de partículas mais finas.

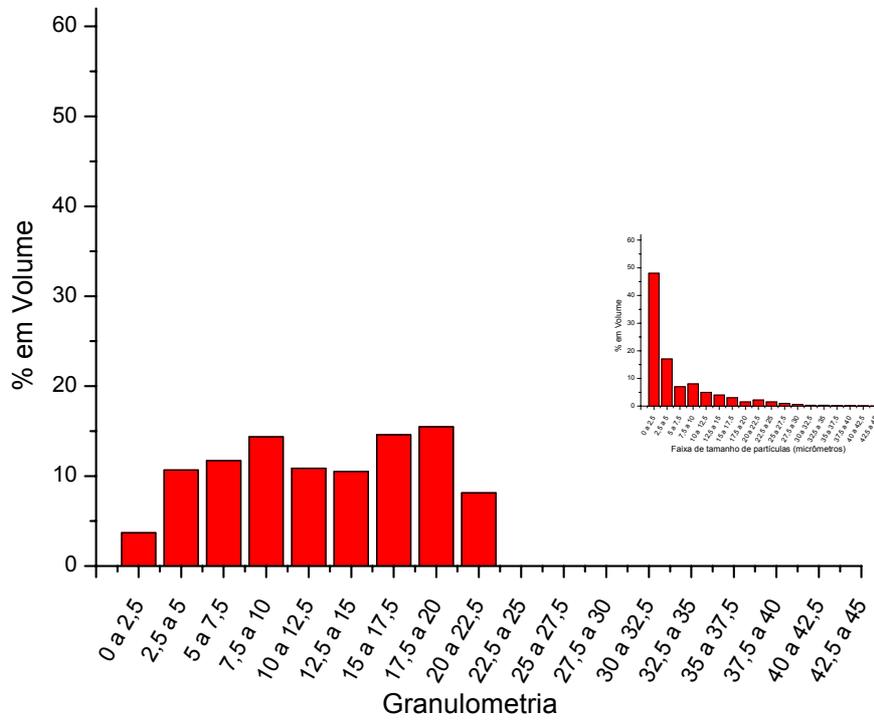


Figura 52 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento FIX1 e detalhe da distribuição do *Fuji IX*[®] antes da cura

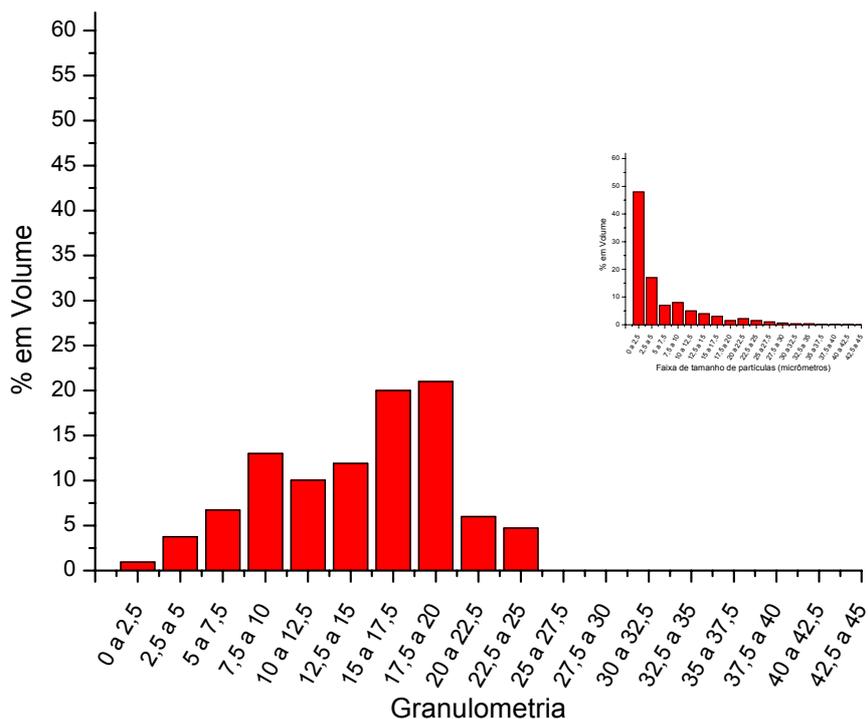


Figura 53 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento FIX2 e detalhe da distribuição do *Fuji IX*[®] antes da cura

As mesmas observações feitas para o FI podem ser tomadas para os cimentos FIX1 e FIX2. Neste caso, não foram encontradas partículas maiores que a faixa de 20 a 22,5 μm e 22,5 e 25 μm para as proporções 1 e 2, respectivamente. No caso de FIX1, embora o maior pico tenha ocorrido na faixa de 7,5 a 10 μm , o segundo pico passou de 20 a 22,5 μm para 17,5 a 20 μm após a cura, indicando redução de tamanho das partículas mais grosseiras. Para o cimento preparado com a proporção 2, o pico de 17,5 a 20 μm também ficou evidenciado.

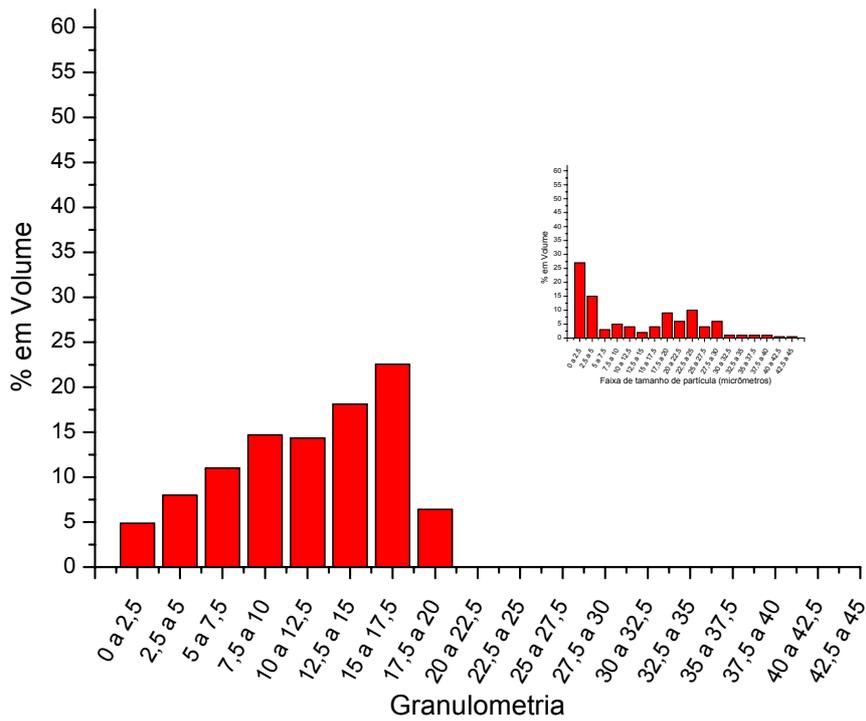


Figura 54 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento R1 e detalhe da distribuição do retido antes da cura

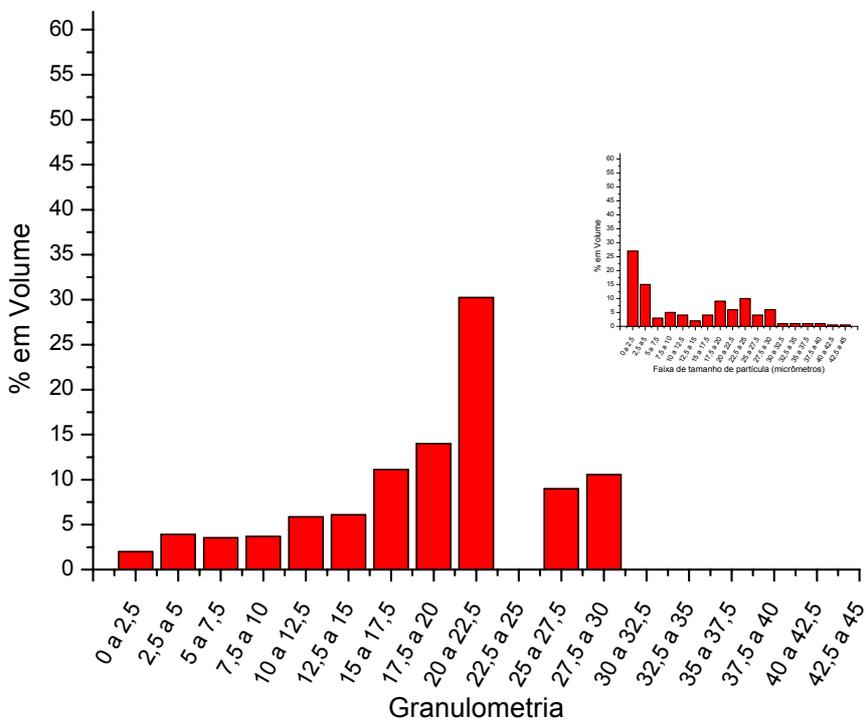


Figura 55 - Distribuição granulométrica de partículas do cimento R2 e detalhe da distribuição do retido antes da cura

Os cimentos R1 e R2 apresentaram distribuição pós-cura tal que foi possível observar, da mesma forma, a intensa redução da fração volumétrica das partículas mais finas e também a diminuição das partículas grosseiras. Os picos mais destacados da distribuição granulométrica do pó retido foram os de 17,5 a 20; 22,5 a 25 e 27,5 a 30 μm . No cimento R1 o pico mais acentuado foi em 15 a 17,5 μm e no cimento R2 o pico mais acentuado foi de 20 a 22,5 μm .

A Tabela 10 apresenta os resultados do cálculo da fração volumétrica de partículas de vidro no cimento curado de acordo com o procedimento descrito em 3.2.2.3..

Tabela 10 – Fração Volumétrica de Partículas dos Cimentos Curados

Material	Proporção pó:líquido (g)	Média da Fração volumétrica de partículas
F11	1,8:1	17,8
F12	3,6:1	35,0
P1	1,8:1	27,1
P2	3,6:1	40,6
FIX1	1,8:1	24,6
FIX2	3,6:1	37,3
R1	1,8:1	26,6
R2	3,6:1	38,8

O pó de *Fuji I*[®] possui antes da cura a maior concentração de partículas finas, vide gráfico da Figura 18, em comparação com os demais pós estudados. A menor fração volumétrica de partículas de vidro remanescentes no cimento curado F11 (17,8%) indica que uma grande fração destas partículas pequenas foi consumida durante a cura.

Embora o cimento F12 apresente uma menor fração de partículas no cimento curado entre aquelas com a proporção pó:líquido 3,6:1g, mostra um valor correspondente à quase o dobro (97%) da fração de partículas do F11. Este rendimento foi maior que nos demais casos, situados entre 50, 52 e 46% para P, FIX e R respectivamente. Isto significa que embora a área da superfície total das partículas no pó de *Fuji I*[®] seja a maior possível de todos os casos, a dissolução não foi proporcional às demais. Este fato sugere que houve a saturação da matriz, fazendo com que mais partículas remanescessem no cimento curado.

Nos outros 3 casos, quando se compara P1 com P2, FIX1 com FIX2 e R1 com R2 a diferença entre as frações volumétricas das partículas são semelhantes e menores que a comparação de F1 com F2, indicando que uma proporção relativamente maior foi dissolvida para a mistura 3,6:1g. Nestes casos, pode-se considerar que a matriz não atingiu um nível de saturação como em F2. No caso, a variação entre P1-P2 foi de 48%; entre FIX1-FIX2 foi de 54% e entre R1-R2 foi de 46%.

A tabela ANOVA utilizada ($p < 0,05$) para avaliar a significância do efeito das variáveis distribuição granulométrica e proporção pó:líquido está apresentada na Tabela 11.

Tabela 11 – Tabela ANOVA para os efeitos de Distribuição granulométrica e Proporção Pó:Líquido na % de Partículas do cimento

Análise de Variância para % de Partículas (Todos os Resultados)					
Efeito	SS	Graus de Liberdade	MS	F	p
Interseção	112130,4	1	112130,4	4286,466	0,000000
Distribuição granulométrica	4488,0	3	1496,0	57,188	0,000000
Proporção Pó:Líquido	5273,9	1	5273,9	201,608	0,000000
Distribuição granulométrica*Proporção pó:líquido	699,6	3	233,2	8,914	0,000016
Erro	4368,6	167	26,2		

Pela análise da tabela ANOVA pode-se observar que a distribuição granulométrica, a proporção de pó e o efeito da interação entre estas variáveis são significativas na porcentagem de partículas do cimento. Quanto a proporção pó:líquido, não há necessidade de qualquer explicação, quanto mais pó, maior a proporção de pó no cimento final. O efeito da distribuição granulométrica interfere de forma que a quantidade de partículas no cimento com a distribuição granulométrica mais fina F1 seja semelhante estatisticamente com os cimentos obtidos com a distribuição granulométrica mais grossa R1 e R2. Este efeito pode ser entendido como resultado da quantidade de partículas presentes em uma porção medida de pó. Em uma porção de pó fino, há um número tal de partículas maior que em uma porção de pó grosseiro. Além disto, as imagens utilizadas nesta análise foram obtidas aleatoriamente, em áreas com maiores ou menores concentrações de partículas. No caso de partículas grosseiras, uma área com poucas partículas pode significar apenas

uma partícula, o que mesmo em termos de área superficial corresponde a uma pequena fração. O teste LSD está apresentado na Tabela 12.

Tabela 12 – Resultado de Teste LSD para % de Partículas entre os grupos estudados

teste LSD; variável % de Partículas (Todos os Resultados)										
	Distribuição granulométrica	Proporção Pó:Líquido	[1] 17,8	[2] 35,0	[3] 27,1	[4] 40,6	[5] 24,6	[6] 37,3	[7] 26,6	[8] 38,8
1	FI	1		0,000000	0,000004	0,000000	0,001548	0,000000	0,000000	0,000000
2	FI	2	0,000000		0,000000	0,000170	0,000000	0,072710	0,000000	0,000000
3	P	1	0,000004	0,000000		0,000000	0,157992	0,000000	0,000000	0,001138
4	P	2	0,000000	0,000170	0,000000		0,000000	0,014113	0,000000	0,000000
5	FIX	1	0,001548	0,000000	0,157992	0,000000		0,000000	0,000060	0,107236
6	FIX	2	0,000000	0,072710	0,000000	0,014113	0,000000		0,000000	0,000000
7	R	1	0,000000	0,000000	0,000000	0,000000	0,000060	0,000000		0,009376
8	R	2	0,000000	0,000000	0,001138	0,000000	0,107236	0,000000	0,009376	

O teste LSD é um teste mais robusto que os testes frequentemente utilizados, como o teste de Tukey por exemplo. Este teste também tem a função de determinar os tratamentos que apresentam diferenças significativas. Em negrito estão destacados os resultados sem significância entre si. Por exemplo, a porcentagem de partículas em FI2 foi estatisticamente semelhante a FIX2. O gráfico obtido a partir da análise dos resultados dos efeitos das variáveis proporção pó:líquido e distribuição granulométrica está apresentado na Figura 55.

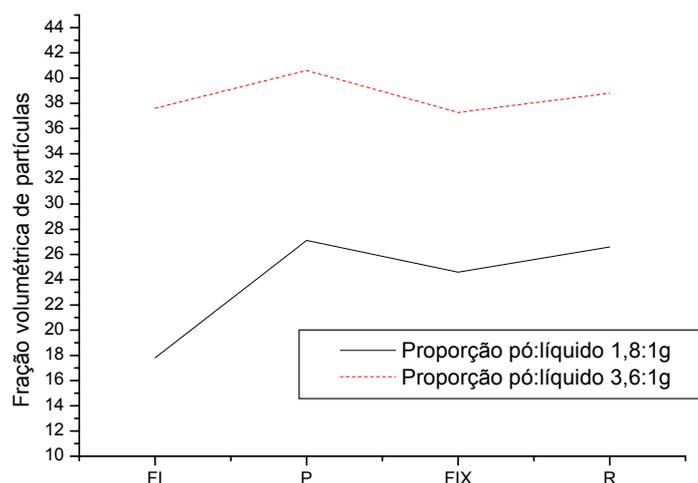


Figura 55 – Influência da proporção pó:líquido e da distribuição granulométrica na % da partículas do cimento

Este gráfico indica que os cimentos obtidos com a manipulação de partículas que passaram pelo processo de peneiramento molhado e secagem em estufa P e R,

apresentaram mais partículas remanescentes. Esta observação sugere que o ataque ácido na superfície destas partículas não foi tão intenso quanto nas partículas como recebidas. Sugerindo que o efeito da água ou da estufa interfere na reação de cura.

4.2.2. ANÁLISE DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE POROSIDADES

A técnica utilizada para a contagem de porosidades foi através de análise de imagens e cálculo da área correspondente a porosidades. Esta medida foi feita em imagens de microscopia ótica tratadas por *Photoshop 7.0*. Um exemplo de imagem tratada e submetida ao cálculo da fração de porosidades pode ser observado nas figuras 56 e 57.

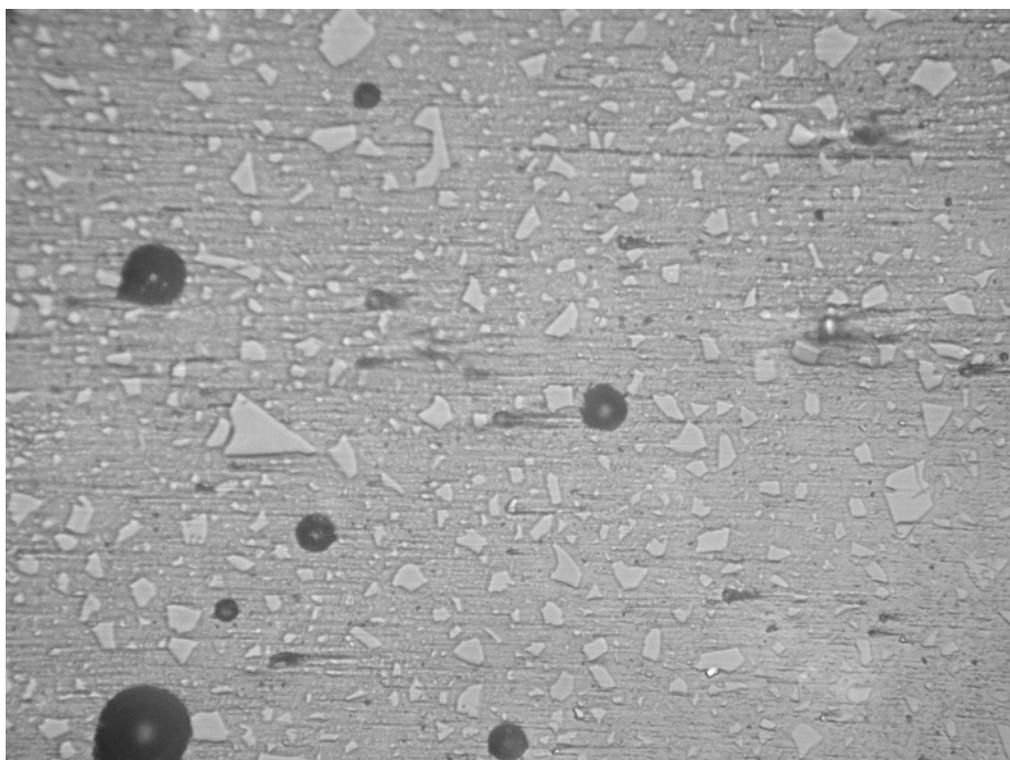


Figura 56 – Imagem original para análise da fração volumétrica de porosidades

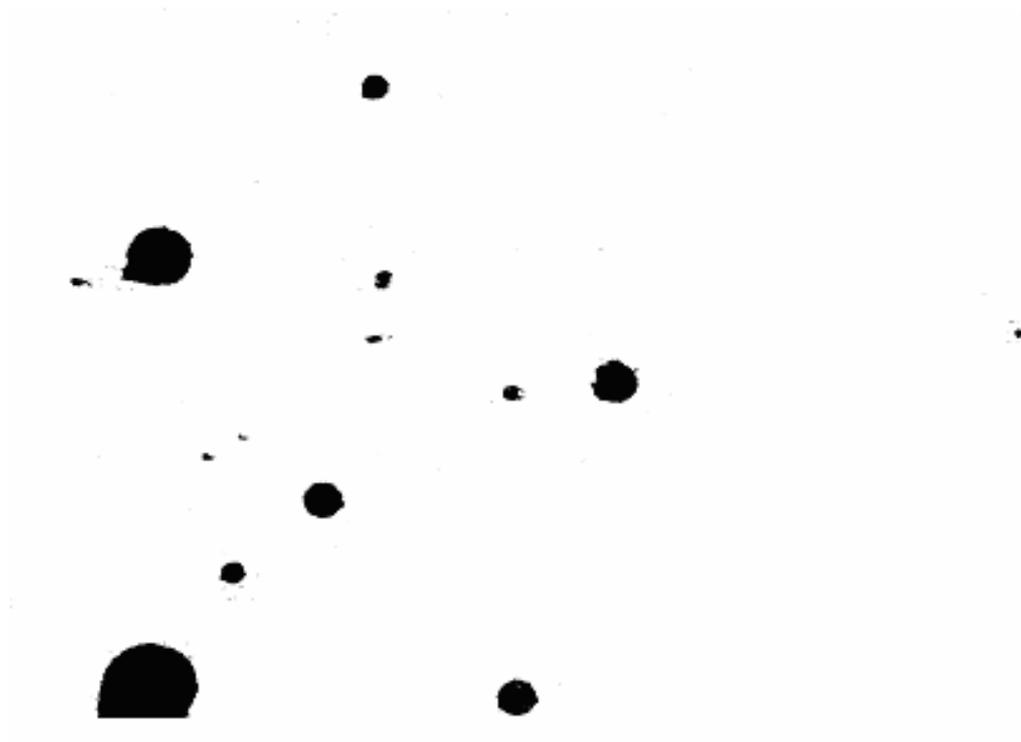


Figura 57 – Imagem tratada para análise da fração volumétrica de porosidades

A porcentagem da área em preto é dada pelo programa e depois de sucessivas análises foi calculada a média e o desvio padrão dos resultados. Estes resultados podem ser observados na Tabela 13.

Tabela 13 - Resultado da média da fração volumétrica de porosidades

Material	Proporção pó:líq (g)	Média da Fração volumétrica de porosidades
FI1	1,8:1	2,8 (1,3)
FI2	3,6:1	3,0 (1,7)
P1	1,8:1	2,2 (0,3)
P2	3,6:1	3,3 (0,6)
FIX1	1,8:1	3,3 (1,2)
FIX2	3,6:1	4,7 (1,6)
R1	1,8:1	5,8 (3,1)
R2	3,6:1	7,7 (5,1)

A porosidade das amostras R2 foi significativamente mais elevada que todas as outras amostras. Já P2 apresentou uma porcentagem de porosidades intermediária

entre os grupos estudados. O teste LSD para porcentagem de partículas está apresentado na Tabela 14.

Tabela 14 – Teste LSD para a porcentagem de porosidades em função da Distribuição granulométrica e Proporção pó:líquido

teste LSD ; variável %de porosidade (Todos os Resultados)									
Distribuição granulométrica	Proporção Pó:Líquido	[1] 2,8	[2] 3,0	[3] 2,2	[4] 3,3	[5] 3,3	[6] 4,7	[7] 5,8	[8] 7,7
1	FI	1	0,626979	0,641250	0,707242	0,595429	0,002313	0,000037	0,000000
2	FI	2	0,626979	0,506022	0,831847	0,786683	0,004269	0,000063	0,000000
3	P	1	0,641250	0,506022	0,539159	0,464003	0,051420	0,007227	0,000069
4	P	2	0,707242	0,831847	0,539159	0,965447	0,333594	0,095238	0,003901
5	FIX	1	0,595429	0,786683	0,464003	0,965447	0,115732	0,010607	0,000024
6	FIX	2	0,002313	0,004269	0,051420	0,333594	0,115732	0,167204	0,000417
7	R	1	0,000037	0,000063	0,007227	0,095238	0,010607	0,167204	0,033766
8	R	2	0,000000	0,000000	0,000069	0,003901	0,000024	0,000417	0,033766

A Tabela 15 ($p < 0,05$) apresenta o resultado da análise estatística dos efeitos Distribuição granulométrica e Proporção Pó:Líquido na porcentagem de porosidades do cimento.

Tabela 15 – Tabela ANOVA para os efeitos de Distribuição granulométrica e Proporção Pó:Líquido na % de Porosidades do cimento

Análise de Variância para % de porosidade					
Efeito	SS	Graus de liberdade	MS	F	p
Interseção	1161,102	1	1161,102	218,5877	0,000000
Distribuição granulométrica	310,222	3	103,407	19,4674	0,000000
Proporção Pó:Líquido	23,376	1	23,376	4,4007	0,037525
Distribuição granulométrica*Proporção pó:líquido	18,760	3	6,253	1,1773	0,320279
Erro	833,958	157	5,312		

A concentração de porosidades em um cimento ionômero de vidro é uma variável dependente da distribuição granulométrica e da proporção pó:líquido utilizadas para preparar o cimento. Entretanto a interação entre estas variáveis não interfere significativamente na porcentagem de porosidades. O gráfico apresentado na Figura 57 apresenta a relação entre distribuição granulométrica e proporção pó:líquido na porcentagem de porosidades.

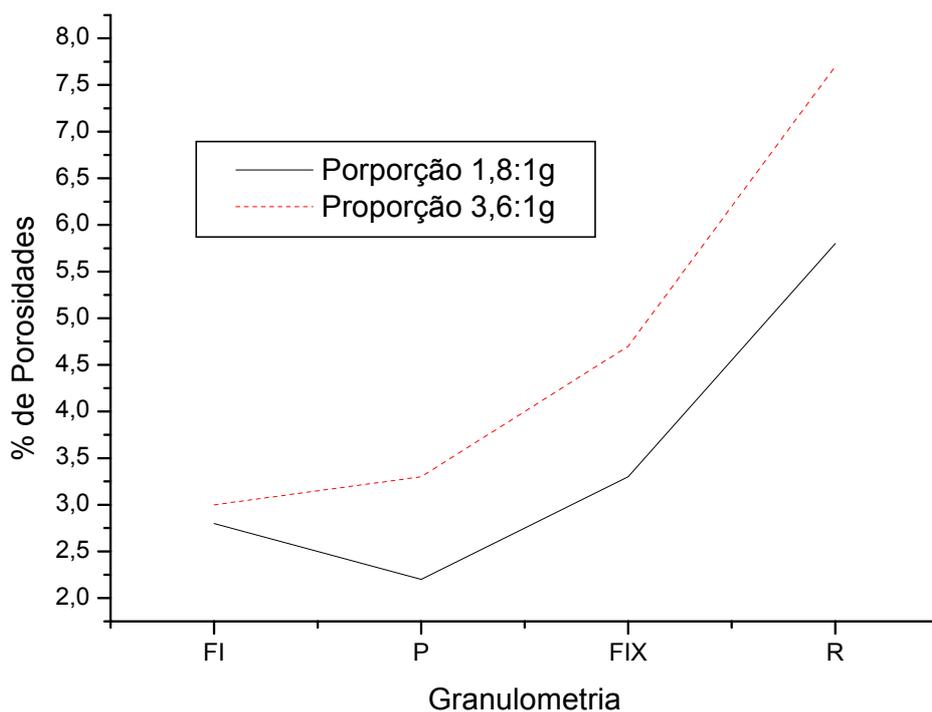


Figura 57 – Efeitos da distribuição granulométrica e proporção pó:líquido na porcentagem de porosidades

Quando se compara a porcentagem de porosidades nas amostras pode-se observar que há uma tendência desta a aumentar conforme o tamanho das partículas aumenta. A porcentagem de porosidades também é maior nas amostras com maior proporção pó:líquido. Não há publicações que correlacionem a distribuição granulométrica e a porcentagem de porosidades. A literatura [37] ressalta apenas a correlação direta entre a fração de pó e o tamanho das porosidades.

4.3. PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.3.1. ENSAIO DE FLEXÃO A TRÊS PONTOS

A resistência à flexão dos grupos analisados pode ser observada na tabela 16.

Tabela 16 - Resultado da média Limite de resistência à flexão

Material	Proporção pó:líq (g)	Média da Resistência
----------	----------------------	----------------------

		a Flexão (MPa)
F11	1,8:1	16,4 (4,8)
FI2	3,6:1	40,6 (6,6)
P1	1,8:1	15,5 (1,0)
P2	3,6:1	23,9 (2,9)
FIX1	1,8:1	15,5 (5,1)
FIX2	3,6:1	27,7 (6,1)
R1	1,8:1	13,2 (5,0)
R2	3,6:1	22,8 (4,9)

Pela análise dos resultados, quanto maior a proporção pó:líquido de mistura, maior a resistência mecânica. Neste caso, para um mesmo grupo granulométrico, o resultado de resistência a flexão das amostras produzidas com a proporção pó:líquido 3,6:1g foram sempre mais elevados que os resultados das amostras produzidos com a proporção 1,8:1g. Este resultado está de acordo com a literatura [32, 37, 42, 64], onde uma maior fração de partículas de reforço para a matriz vem sendo atribuída a melhores propriedades mecânicas de um modo geral.

Os resultados apresentados sugerem também que os cimentos preparados com a granulometria mais fina são mais favoráveis em termos de propriedades mecânicas. Esta observação pode ser entendida por propriedades reológicas dos diferentes pós estudados. Os pós mais finos têm a propriedade de se dissolver mais e desta forma se incorporam mais à matriz. Em uma reação de mistura onde o pó fino sofre a ação do ataque do ácido poliacrílico, mais íons são incorporados à matriz. Desta forma, um melhor desempenho se justifica, uma vez que a matriz se torna mais coesa quando mais ligações cruzadas são formadas entre as cadeias do ácido poliacrílico.

A significância dos efeitos de distribuição granulométrica e da proporção pó:líquido no limite de resistência à flexão está apresentada na Tabela 17 ($p < 0,05$).

Tabela 17 – Tabela ANOVA para os efeitos de Distribuição granulométrica e Proporção Pó:Líquido no Limite de resistência à flexão do cimento

Análise de Variância de Limite de resistência à flexão (Todos os Resultados)					
Efeito	SS	Graus de Liberdade	MS	F	p
Interseção	24453,10	1	24453,10	337,4195	0,000000
Distribuição granulométrica	536,29	3	178,76	2,4667	0,074630
Proporção Pó:Líquido	2335,33	1	2335,33	32,2243	0,000001
Distribuição granulométrica*Proporção pó:líquido	789,55	3	263,18	3,6316	0,019962
Erro	3188,72	44	72,47		

O efeito isolado da distribuição granulométrica realmente não foi um fator determinante na resistência a flexão dos cimentos ionômero de vidro, mas o efeito da interação entre a distribuição granulométrica e a proporção pó:líquido foi significativa. O efeito da proporção pó:líquido foi bastante significativa.

O limite de resistência à flexão do cimento produzido com o pó do *Fuji IX*® lavado e com a proporção pó:líquido de 3,6:1g também foi calculada. Para o cimento FIXLav, o resultado de limite de resistência à flexão foi de 20,21MPa, valor menor que do seu equivalente. Este resultado pode sugerir que a camada de poliácido acrílico favorece a resistência a flexão, na medida em que favorece a reação de cura. Entretanto, por outro lado, o fato de submeter o pó ao processo de lavagem e secamento em estufa, além de provocar a perda do poliácido acrílico, é de se esperar que as partículas mais finas tenham sido perdidas, a exemplo de P2 e R2. Neste caso, o valor mais baixo de limite de resistência à flexão do cimento FIXLav pode ser tanto atribuído a perda do poliácido acrílico quanto a perda de partículas mais finas, uma vez que a distribuição granulométrica tem influência na resistência mecânica.

4.3.2. MICRODUREZA VICKERS

O índice de microdureza pode ser um dos parâmetros utilizados para determinar a resistência mecânica e de desgaste de um material às forças oclusais [77]. A microdureza em cimentos ionômero de vidro é influenciada por diversos fatores, tais como o tempo de armazenamento, o meio de conservação das amostras, a aplicação de flúor, a umidade ou ressecamento das amostras e do tipo de material estudado [48].

A microdureza de um material restaurador também é uma importante variável para a sua indicação clínica. Os materiais não devem ser duros o suficiente para provocar danos à estrutura dental adjacente ou antagonista à restauração. Estudos

anteriores apresentam a microdureza Vickers do esmalte em torno de 293,9 [78], a microdureza Vickers de compósitos fotopolimerizáveis depois de 1 dia em água destilada em torno de 105 [77] e de cerâmicas dentais incisais com glaze, em torno de 545,12 [79]. Foram avaliados os efeitos das variáveis proporção pó:líquido e distribuição granulométrica na microdureza dos cimentos obtidos.

As médias dos resultados de microdureza Vickers obtidos estão apresentadas na Tabela 18 e na Figura 58.

Tabela 18 – Resultado de microdureza Vickers das amostras estudadas

Material	Proporção pó:líq (g)	Microdureza Vickers
FI1	1,8:1	57,95 (5,2)
FI2	3,6:1	91,87 (6,0)
P1	1,8:1	36,90 (2,2)
P2	3,6:1	83,86 (5,2)
FIX1	1,8:1	39,54 (1,9)
FIX2	3,6:1	85,98 (5,5)
R1	1,8:1	44,16 (4,0)
R2	3,6:1	64,31 (6,2)

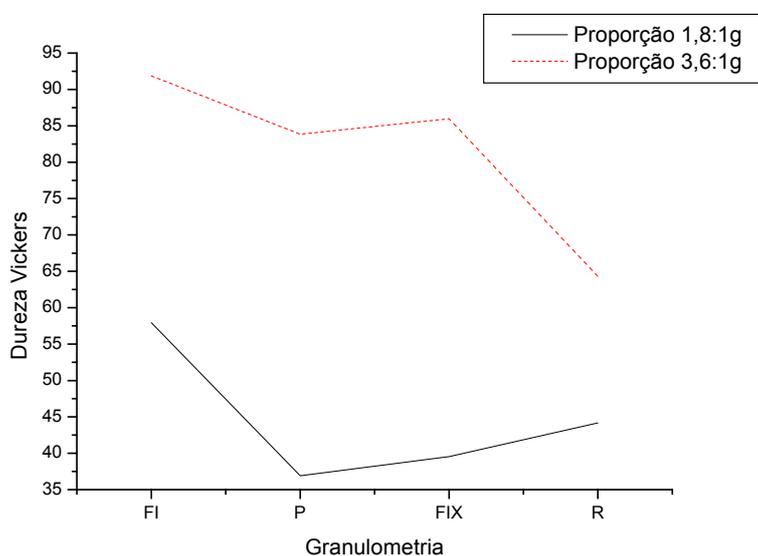


Figura 58 - Gráfico da análise dos efeitos da distribuição granulométrica e proporção pó:líquido na Microdureza Vickers

A análise da variância (Tabela 19) dos resultados de microdureza indica que tanto a distribuição granulométrica, como a proporção pó:líquido e a interação entre

estas duas variáveis têm efeito significativo na microdureza dos cimentos ionômero de vidro ($p < 0,05$).

Tabela 19 – Tabela ANOVA da variável resposta Microdureza e o efeito da Distribuição granulométrica e da Proporção pó:líquido

Efeito	Análise de Variância para "Microdureza Vickers"				
	SS	Graus de liberdade	MS	F	p
Interseção	190933,1	1	190933,1	2775,067	0.000000
Distribuição granulométrica	2707	3	902,3	13,115	0.000004
Proporção pó:líquido	16304,7	1	16304,7	236,976	0.000000
Distribuição granulométrica * Proporção pó:líquido	1443,4	3	481,1	6,993	0.000685
Erro	2752,1	40	68,8		

Para analisar o resultado de microdureza entre os materiais foi feito um teste LSD, que está apresentado na Tabela 20.

Tabela 20 – Teste LSD para a Microdureza em função da Distribuição granulométrica e Proporção pó:líquido

LSD test; Variable "Microdureza Vickers"										
Cell No	Distribuição granulométrica	Proporção Pó:Líquido	[1] 57,95	[2] 91,87	[3] 39,54	[4] 85,98	[5] 36,90	[6] 83,86	[7] 44,16	[8] 64,31
[1]	FI	1		0,000000	0,000000	0,000000	0,000000	0,000000	0,000000	0,191691
[2]	FI	2	0,000000		0,000000	0,223733	0,000000	0,000000	0,000000	0,000000
[3]	P	1	0,000000	0,000000		0,000000	0,584046	0,000000	0,340657	0,000000
[4]	P	2	0,000000	0,223733	0,000000		0,000000	0,66488	0,000000	0,000000
[5]	FIX	1	0,000000	0,000000	0,584046	0,000000		0,000000	0,1373	0,000000
[6]	FIX	2	0,000000	0,000000	0,000000	0,66488	0,000000		0,000000	0,000000
[7]	R	1	0,000000	0,000000	0,340657	0,000000	0,1373	0,000000		0,000000
[8]	R	2	0,191691	0,000000	0,000000	0,000000	0,000000	0,000000	0,000000	

Pela resultado da análise podemos observar que não houve diferença significativa entre as médias de microdureza de alguns grupos, como P2 e FIX2 por exemplo. As interações cujo resultado foi maior que 0,05 não foram significativamente diferentes.

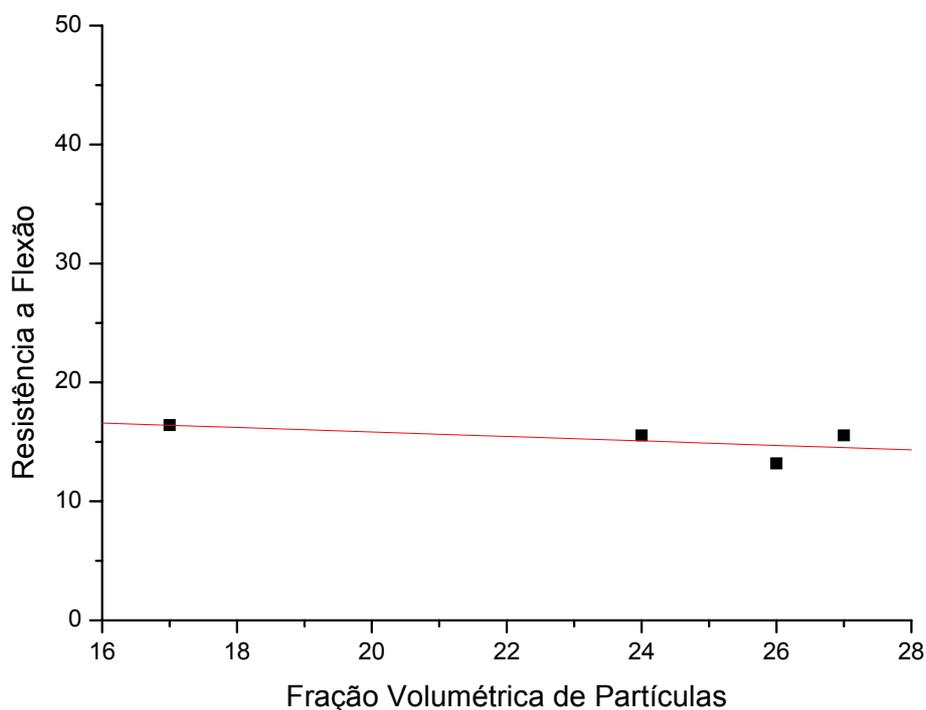
4.3.3. CORRELAÇÃO ENTRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS E AS VARIÁVEIS MICROESTRUTURAIIS

A fim de comparar as variáveis microestruturais analisadas com os resultados de flexão dos cimentos ionômero de vidro, os resultados apresentados anteriormente foram correlacionados nesta seção. Como os resultados de microdureza seguem proporcionalmente a mesma tendência que os resultados dos ensaios de flexão, estas correlações foram feitas apenas para estas últimas.

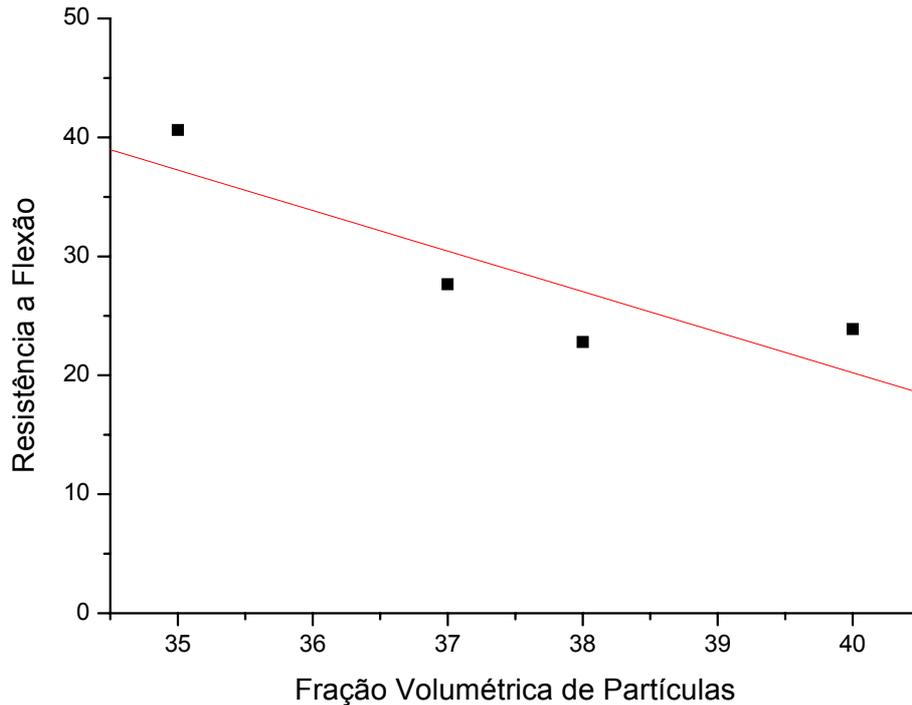
Para tanto, foram utilizados os resultados das Tabelas 10, 13, 16 e 18; além dos valores da média proporcional produzidos a partir dos gráficos de distribuição granulométrica das partículas pós-cura.

Para tal análise, foram considerados dois grupos que se distinguem pelo nível de mistura: o grupo com proporção pó:líquido 1,8:1g ou proporção 1 e o grupo com proporção pó:líquido 3,6:1g ou proporção 2.

Os gráficos cujo limite de resistência à flexão está plotada em função da fração volumétrica de partículas estão apresentados na Figura 59.



(a)

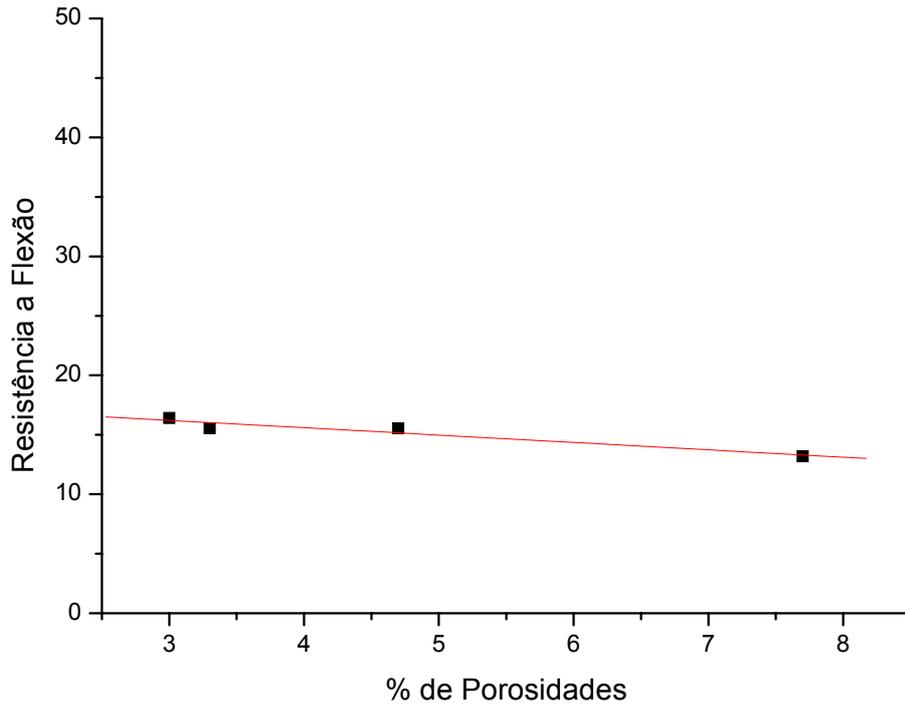


(b)

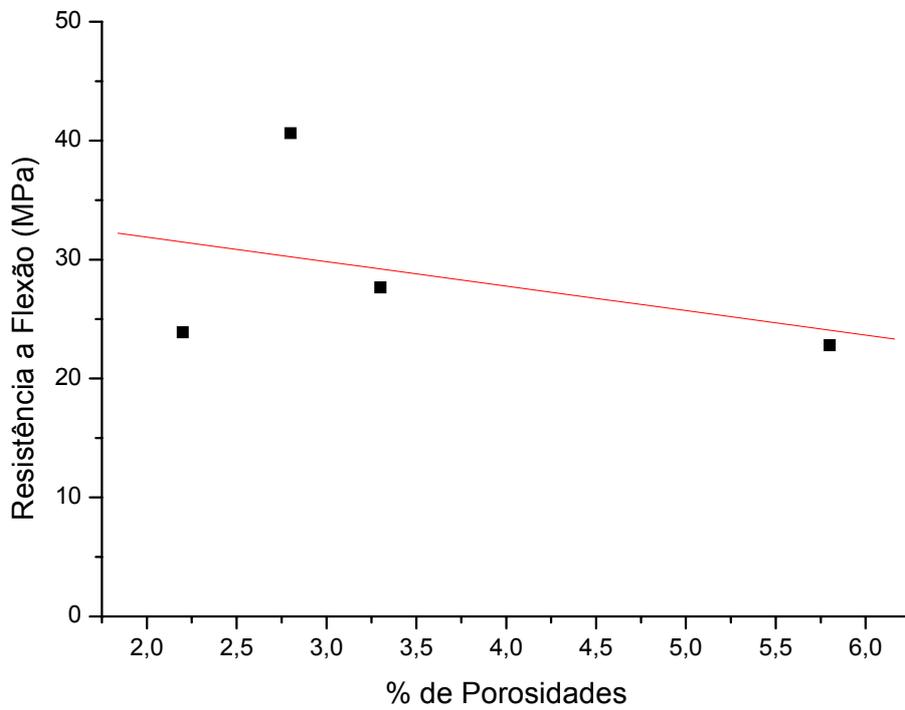
Figura 59 – Gráficos do Limite de resistência à flexão em relação com a fração volumétrica de partículas para a proporção 1 (a) e para a proporção 2 (b)

A observação dos gráficos sugere que quanto menos partículas remanescentes no cimento estiverem presentes, maior o limite de resistência à flexão. Para uma mesma massa de pó e de líquido original, as misturas dão origem a cimentos em que mais ou menos partículas ficam não dissolvidas na estrutura em função da reatividade do pó. Sabendo que quanto mais pó é degradado, mais íons são liberados e incorporados, mais as cadeias de poliácido acrílico se unem e formam ligações cruzadas entre si e mais coesa se torna a estrutura de matriz.

A variação da resistência mecânica em função da fração de poros em uma estrutura já é uma dependência bem conhecida na literatura de materiais. Sabe-se que quanto mais poros estão presentes, menos resistente se torna a estrutura [24]. Os gráficos da correlação entre a fração de porosidades e a resistência mecânica de CIVs apresentados na Figura 60 mostram esta tendência para cada uma das proporções de mistura.



(a)



(b)

Figura 60 - Gráficos do Limite de resistência à flexão em relação com a fração volumétrica de porosidades para a proporção 1 (a) e para a proporção 2 (b)

A correlação entre o tamanho de partícula e o limite de resistência à flexão foi feita tomando como base o tamanho de partícula médio obtido pelo cálculo do ponto de gravidade das curvas de distribuição pós-cura (Figuras 48 a 55). Tomando como analogia o método para calcular o centro de massa de um sólido

$$X_{\text{CentrodeMassa}} = \frac{\sum_{i,i} m_i x_i}{M_{\text{Total}}}$$

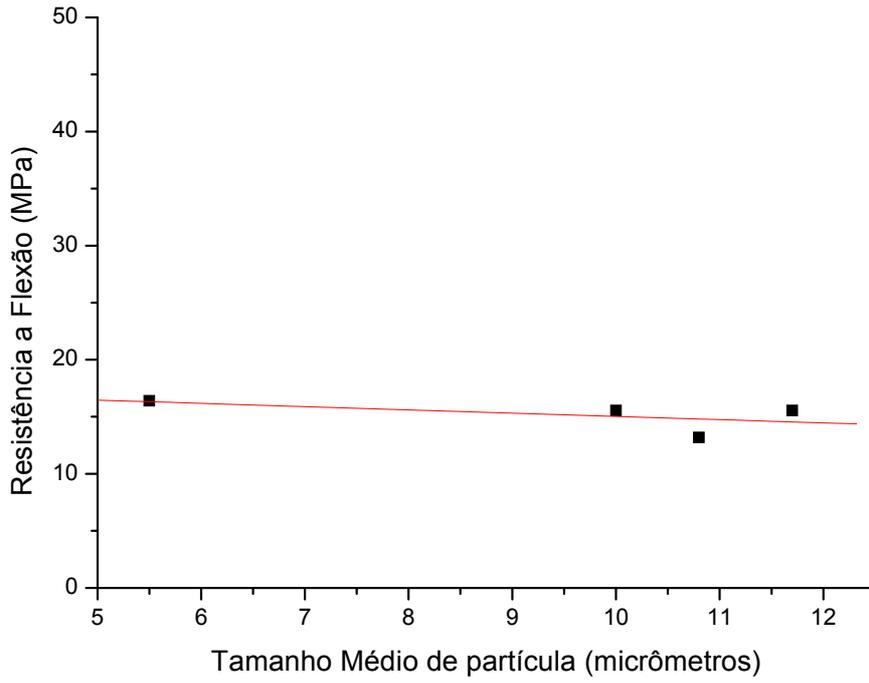
onde m_i é a massa do elemento infinitesimal situado a uma distância x_i da origem e M_{Total} é a massa do sólido, o “centro de gravidade” da curva de distribuição granulométrica foi calculado.

O cálculo do “centro de gravidade” foi feito considerando o termo m_i o valor da fração volumétrica de partículas no ponto x_i , x_i a faixa de tamanho das partículas e M_{Total} a área sob a curva de distribuição granulométrica. A Tabela 21 sumariza estes pontos, que serão referidos como os valores médios de tamanho de partícula encontrados para cada cimento.

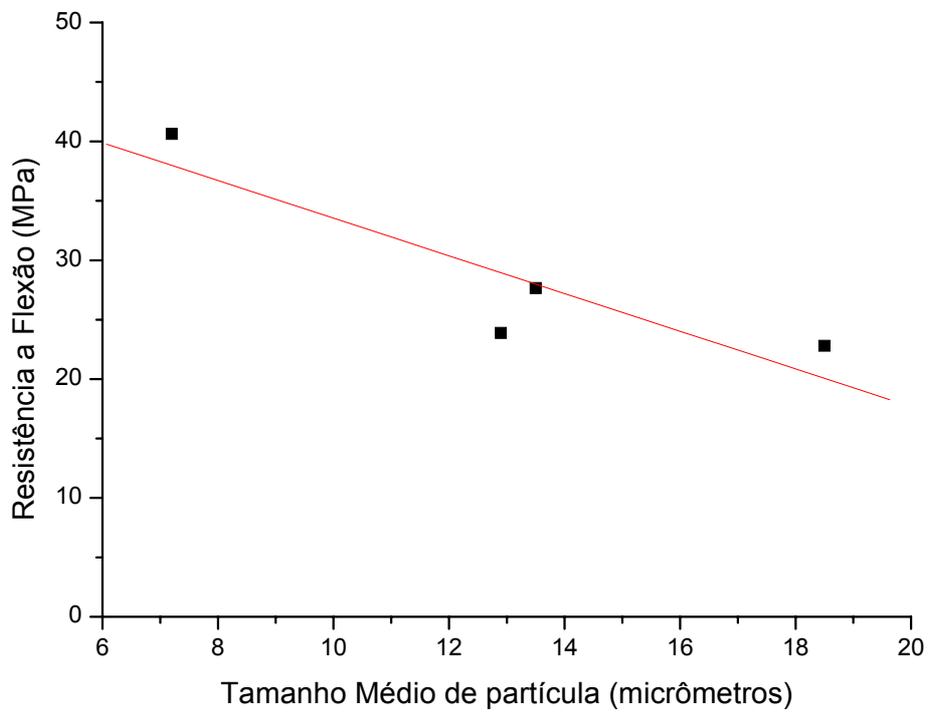
Tabela 21 – Tamanho médio de partícula pós-cura

Cimento	Tamanho Médio Pós-cura (micrômetros)
F11	5,5
F12	7,2
P1	10,0
P2	12,9
FIX1	11,7
FIX2	13,5
R1	10,8
R2	18,5

Os gráficos da Figura 61 relacionam estes valores de tamanho médio com o comportamento de resistência mecânica flexural para cada cimento.



(a)



(b)

Figura 61 - Gráficos do Limite de resistência à flexão em relação com a tamanho médio de partícula pós cura para a proporção 1 (a) e para a proporção 2 (b)

Pela análise dos gráficos das Figuras de 59 a 61, quanto menor o tamanho médio de partícula pós cura, maior a resistência flexural do cimento. Esta afirmativa reforça os resultados anteriores, onde a distribuição granulométrica mais fina favorece a resistência mecânica. Neste caso, a granulometria mais fina pós-cura também contribui para uma estrutura mais resistente.

Da mesma forma que o centro de gravidade das curvas de distribuição de partículas após a cura foi calculado, o centro de gravidade das curvas de distribuição do pó antes da cura também. Os resultados estão apresentados na Tabela 22.

Tabela 22 – Tamanho médio de partícula antes da cura

Cimento	Tamanho Médio antes da cura (micrômetros)
Fuji I®	2,12
Passante	4,65
Fuji IX®	5,6
Retido	11,5

Com a intenção de estabelecer uma correlação entre todos os resultados apresentados anteriormente foi elaborada uma sequência de simulações que estão apresentadas sucintamente na Tabela 23.

Tabela 23 – Tabela de Resultados para Análise

	$FV_{Partículas}$	FV_{Poros}	$TP_{Pós-Cura}$	$R_{p/l}$	σ_{Flex}	Simulação	Razão Simulado/Real
FI1	0,17	2,8	5,55	1,8	16,41	22,84	1,39
P1	0,27	2,2	10,05	1,8	15,55	14,61	0,94
FIX1	0,24	3,3	11,7	1,8	15,55	12,17	0,78
R1	0,26	5,8	10,83	1,8	13,19	10,83	0,82
F2	0,35	3	7,2	3,6	40,63	45,88	1,13
P2	0,4	3,3	12,9	3,6	23,88	28,44	1,19
FIX2	0,37	4,7	13,55	3,6	27,66	25,49	0,92
R2	0,38	7,7	18,53	3,6	22,80	17,68	0,78

$FV_{Partículas}$ corresponde à fração volumétrica de partículas no cimento curado; FV_{Poros} corresponde à fração volumétrica de poros no cimento curado em termos percentuais; $TP_{Pós-Cura}$ corresponde ao tamanho de partícula pós-cura calculado por análise de imagem; $R_{p/l}$ corresponde à proporção pó:líquido utilizada para preparar o cimento; σ_{Flex} corresponde ao limite de resistência à flexão em MPa.

Desta forma, foi possível gerar uma expressão que relaciona os resultados de limite de resistência à flexão dos cimentos ionômero de vidro estudados. Para o cimento produzido com a proporção pó:líquido de 1,8:1g:

$$\sigma_{Flex} = \frac{65 \times R_{p/l} \times (R_{p/l} - FV_{Partículas})}{FV_{Poros} + TP_{Pós-Cura}}$$

Como discutido em seções anteriores, maiores quantidades de pó na mistura, favorece a resistência flexão dos cimentos ionômeros de vidro, desta forma, $R_{p/l}$ estabelece uma relação direta com σ_{Flex} . Da mesma forma, uma maior fração de partículas no cimento contribui como reforço, entretanto, quanto mais finas estas partículas, mais beneficiada será a estrutura. Por isso, a $FV_{Partículas}$ entra no numerador e $TP_{Pós-Cura}$ entra no denominador. De acordo com o que foi discutido em 4.2.2., o efeito de grandes frações volumétricas de poros é prejudicial ao limite de resistência à flexão, em consequência, FV_{Poros} estabelece uma relação inversa com σ_{Flex} e entra no denominador.

Os resultados experimentais de limite de resistência à flexão plotados com os resultados simulados pela equação anterior podem ser observados na Figura 62.

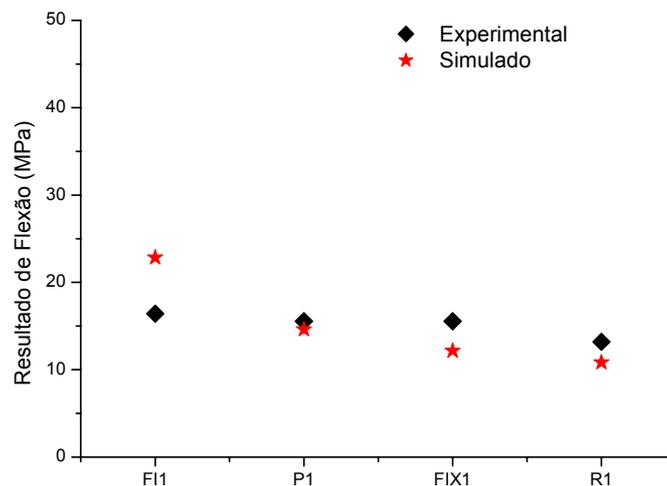


Figura 62 – Resultados experimentais e resultados simulados de Limite de resistência à flexão de cimentos produzidos com a proporção pó:líquido 1,8:1g

Para o cimento produzido com proporção pó:líquido de 3,6:1g também é possível descrever os resultados de limite de resistência à flexão:

$$\sigma_{Flex} = \frac{40 \times R_{p/l} \times (R_{p/l} - FV_{Particulas})}{FV_{Poros} + TP_{Pós-Cura}}$$

Os mesmos parâmetros utilizados para situar os efeitos das variáveis no limite de resistência à flexão de cimentos produzidos com a proporção pó:líquido 1,8:1g podem ser aplicados para os cimentos produzidos com a proporção 3,6:1g. Os resultados experimentais de limite de resistência à flexão plotados com os resultados simulados pela equação anterior podem ser observados na Figura 63.

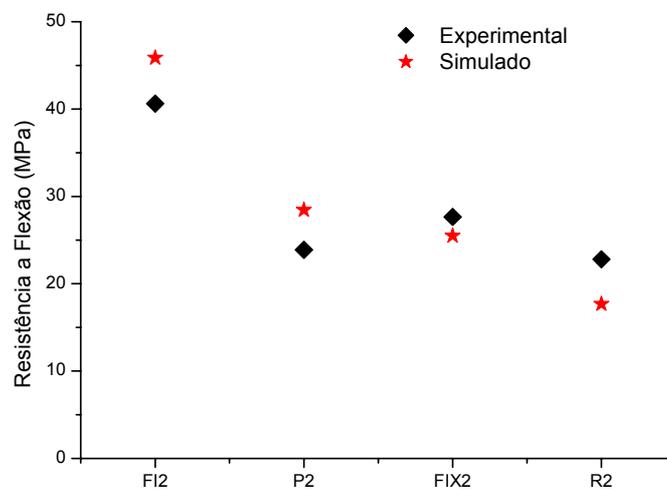


Figura 63 - Resultados experimentais e resultados simulados de Limite de resistência à flexão de cimentos produzidos com a proporção pó:líquido 3,6:1g

A análise dos gráficos indica que as equações geradas simulam a resistência à flexão do cimento ionômero de vidro de forma adequada e contribui para o entendimento do comportamento deste material.

5. CONCLUSÕES

- A distribuição pós-cura de todos os cimentos apresentou uma drástica perda de partículas mais finas, sugerindo o consumo destas durante a reação de cura. Ao mesmo tempo ocorreu uma redução do tamanho das partículas maiores.
- A distribuição granulométrica mais fina e a menor fração de poros foi favorável à resistência mecânica de CIVs.
- Os resultados dos ensaios mecânicos de flexão e de microdureza mostraram que estas variáveis resposta são fortemente dependentes da razão pó:líquido. Ao mesmo tempo, para uma determinada razão pó:líquido estes resultados se mostraram mais elevados quanto menor a fração volumétrica de partículas no cimento curado. Estas duas observações sugerem que as propriedades mecânicas são fortemente dependentes da quantidade de material dissolvido na matriz durante a cura.
- As propriedades em flexão dos CIVs, em função das suas variáveis microestruturais podem ser descritas através das fórmulas:

Para a proporção pó:líquido 1,8:1g:

$$\sigma_{Flex} = \frac{65 \times R_{p/l} \times (R_{p/l} - FV_{Partículas})}{FV_{Poros} + TP_{Pós-Cura}}$$

e

Para a proporção pó:líquido 3,6:1g:

$$\sigma_{Flex} = \frac{40 \times R_{p/l} \times (R_{p/l} - FV_{Partículas})}{FV_{Poros} + TP_{Pós-Cura}}$$

σ_{Flex} corresponde ao limite de resistência à flexão em MPa; $R_{p/l}$ corresponde à proporção pó:líquido utilizada para preparar o cimento; $FV_{Partículas}$ corresponde à fração volumétrica de partículas no cimento curado; FV_{Poros} corresponde à fração volumétrica de poros no cimento curado em termos percentuais e $TP_{Pós-Cura}$ corresponde ao tamanho de partícula pós-cura calculado por análise de imagem.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Calcular a distribuição granulométrica antes da cura pelo método de análise de imagem em superfície polida, através da inclusão das partículas em matriz inerte.
- Controlar a distribuição granulométrica de CIVs para isolar as faixas granulométricas de forma que a contribuição de cada grupo granulométrico seja melhor quantificada.
- Produzir pós de composição controlada especialmente dos íons que participam da reação de cura, como o Ca e Al de forma a isolar o efeito da dissolução desses elementos na tenacidade do produto final.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] JAHNMIR, S “Wear behavior of dental Ceramics” in: Proceedings of the 7th Portuguese Conference on Tribology, Porto, June 2000 *apud* ANTUNES, P. V., RAMALHO A. “Study of abrasive resistance of composites for dental restoration by ball-cratering” *Wear* v.255 pp.990–998 2003
- [2] ZACHARIASEN, W.H. “The atomic arrangement in glass” *Journal American Chemistry Society* v.54, pp.3841-3851 1932
- [3] ALVES, O.L., GIMENEZ, I.F., MAZALI, I.O. “Vidros” *Cadernos Temáticos Química Nova*, v.Fevereiro, pp. 9-20 2001
- [4] BARSOUM, M.W. *Fundamentals of Ceramics*, 1^a ed. McGraw-Hill Comp.1997
- [5] VAN VLACK, L.H. *Princípios de Ciência e Tecnologia dos Materiais*, 11^a ed. Editora Campus, 1999
- [6] WILSON, A.D., KENT, B.E. *Poly(carboxylic acid)-FluoraluminoSilicate Glass Surgical Cement* United States Patent 3,814,717 1974
- [7] BERTOLINI, M.J., PALMA-DIBB, R.G., ZAGHETE, M.A. *et al* “Evaluation of glass ionomer cements properties obtained from niobium silicate glasses prepared by chemical process” *Journal of Non-Crystalline Solids* v.351, n.6-7, pp.466-471 2005
- [8] SMITH, D.C. “Development of glass ionomer cement systems” *Biomaterials* v.19, pp.467-478 1998
- [9] LOHBAUER, U., FRANKENBERGER, R., CLARE, A. *et al* “Toughening of dental glass ionomer cements with reactive glass fibers” *Biomaterials* v.25, n.22, pp.5217-5225 2004
- [10] DENISOVA, L.A., MAEV, R.G., POYUROVSAKAYA, I.YA. *et al* “The use of acoustic microscopy to study the mechanical properties of glass ionomer cement” *Dental Materials* v.20, pp.358-363 2004
- [11] GRIFFIN, S.G., HILL, R.G. “Influence of glass composition on the properties of glass polyalkenoate cements. Part I: influence of aluminum to silicon ratio” *Biomaterials* v.20, pp.1579-1586 1999
- [12] WASSON, E.A., NICHOLSON, J.W. “New aspects of the setting of glass ionomer cements” *Journal of Dental Research* v.72, n.2, pp.481-483 1993
- [13] DE BARRA, E., HILL, R.G. “Influence of glass composition on the properties of glass polyalkenoate cements. Part III: influence of fluorite content” *Biomaterials* v.21, pp.563-569 2000
- [14] GRIFFIN, S.G., HILL, R.G. “Influence of glass composition on the properties of glass polyalkenoate cements. Part IV: influence of fluorine content” *Biomaterials* v.21, pp.693-698 2000

-
- [15] GRIFFIN, S.G., HILL, R.G. "Influence of glass composition on the properties of glass polyalkenoate cements. Part II: influence of phosphate content" *Biomaterials* v.21, pp.399-403 2000
- [16] KOBAYASHI, M., KON, M., MIYAI, K. *et al* "Strengthening of glass-ionomer cement by compounding short fibres with CaO-P₂O₅-SiO₂-Al₂O₃ glass" *Biomaterials* v.21, pp.2051-2058 2000
- [17] WATTS, D.C. "Dental restorative materials" In: Williams, D.F., editor. *Materials science and technology. Medical and dental materials* Weinheim, Germany: VCH Publishers v.14 1992
- [18] STAMBOULIS, A., HILL, R.G., LAW, R.V. "Characterization of the structure of calcium alumino silicate and calcium fluoro alumino silicate glasses by magic angle spinning nuclear magnetic resonance (MAS-NMR)" *Journal of Non-Crystalline Solids* v.333, pp.101-107 2004
- [19] LOHBAUER, U., WALKER, J., NIKOLAENKO, S. *et al* "Reactive fibre reinforced glass ionomer cements" *Biomaterials* v.24, pp.2901-2907 2003
- [20] LANTMAN, C.W., MACKNIGHT, W.J., LUNDBERG, R.D. "Structural Properties of Ionomers" *Annual Review of Materials Science* v.19, pp.295-317 1989
- [21] LORENTE, M.A.C., GODIN, C., MEYER, J.M. "Early strength of glass ionomer cements" *Dental Materials* v.9, pp.57-62 1993
- [22] CULBERTSON, B.M. "Glass ionomer dental restoratives" *Progress in Polymer Science* v.26, pp.577-604 2001
- [23] NICHOLSON, J.W. "Chemistry of glass-ionomer cements: a review" *Biomaterials* v.19, pp.448-494 1998
- [24] REINHART, T.J. "Composites" In: ASM International, *Engineered Materials Handbook v.1* Ohio, 1987
- [25] SILVESTRE, G.D. *Comportamento mecânico do poliuretano derivado de óleo de mamona reforçado por fibra de carbono: contribuição para o projeto de hastes de implante de quadril*, Dissertação de M.Sc., USP, São Carlos, SP, Brasil 2001
- [26] CALLISTER, W.D. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução* 5ª edição, LCT 2002
- [27] BRAEM, M., FINGER, W., VAN DOREN, V.E. *et al* "Mechanical properties and filler fraction of dental composites" *Dental Materials* v.5, pp.346-49 1989
- [28] CHOU, T. W. "Structure and Properties of Composite", In: Cahn, R. W., Haasen P., Kramer E. J., *Material Science and Technology*, 1º ed., volume 13, New York VHC Publishers Inc., 1993
- [29] SANTOS, L.A. *Cimento fosfato de cálcio reforçado por fibras*, Tese de D.Sc., Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, Brasil 2001

-
- [30] ANUSAVICE, K.J. *Phillips Materiais Dentários 11^aed.*: Editora Guanabara Koogan Rio de Janeiro 2005
- [31] WILSON, A.D., KENT, B.E. "The glass ionomer cement. A new translucent dental filling material" *Journal of Applied Chemistry Biotechnology* v.21, pp.313-20 1971
- [32] WALLS, A.W.G. "Glass polyalkenoate (glass ionomer) cements: a review" *J Dent* v.14, pp.231-246 1986
- [33] MOUNT, G.J. *Atlas de Cimentos de Ionômero de Vidro* Livraria Santos Editora 1996
- [34] NAVARRO, M. F. L., PASCOTTO, R. C. *Cimentos de Ionômero de Vidro – Aplicações Clínicas em Odontologia* Artes Médicas Série EAP-APCD 1998
- [35] NAGEM FILHO, H., DOMINGUES, L. A. *Ionômero de Vidro: agentes protetores de superfície* EDUSC 2000
- [36] KLEVERLAAN, C.J., VAN DUINEN, R.N.B., FEILZER, A.J. "Mechanical properties of glass ionomer cements affected by curing methods" *Dental Materials* v.20, pp.45-50 2004
- [37] FLEMING, G.J.P., FAROOQ, A.A., BARRALET, J.E. "Influence of powder/liquid mixing ratio on the performance of a restorative glass-ionomer dental cement" *Biomaterials* v.24, pp.4173-4179 2003
- [38] NOMOTO, R., KOMORIYAMA, M., MCCABE, J.F. *et al* "Effect of mixing method on the porosity of encapsulated glass ionomer cement" *Dental Materials* v.20 pp.972-978 2004
- [39] GEIRSSON, J., THOMPSON, J.Y., BAYNE, S.C. "Porosity evaluation and pore size distribution of a novel directly placed ceramic restorative material" *Dental Materials* v.20 pp.987-995 2004
- [40] FANO, L., FANO, V., MA, W.Y. *et al* "Structure of dental glass-ionomer cements by confocal fluorescence microscopy and stereomicroscopy" *Biomaterials* v.22, pp.2353-2358 2001
- [41] www.3m.com/intl/br/espe/links.jhtml?link=catalogos
- [42] MITSUHASHI, A., HANAOKA, K., TERANAKA, T. "Fracture toughness of resin modified glass ionomer restorative materials: effect of powder/liquid ratio and powder particle size reduction on fracture toughness" *Dental Materials* v.19, pp.747-757 2003
- [43] WILSON, A. D., MC LEAN, J.W. *Glass Ionomer Cement* Quintessence 1988
- [44] QUEIROZ, V. A. O. *Uso do cimento de ionômero de vidro na prática odontológica*, Dissertação de M.Sc., USP, São Paulo, SP 2003
- [45] MILSOM, K.M., TICKLE, M., BLINKHORN, A. "The prescription and relative outcomes of different materials used in general dental practice in the north west region of England to restore primary dentition" *Journal of Dentistry* v.30 pp.77-82 2002

-
- [46] KRIGER, L., *ABOPREV: Promoção de Saude Bucal Artes Médicas*, 2ª ed, 1999
- [47] FREIRE, M.C.M. "Tratamento Restaurador Atraumático (ART)-Estágio atual e perspectivas" *Rev ABO Nac* v.11, n.1, 2003
- [48] RAGGIO, D.P. *Dureza Knoop de cimentos de ionômero de vidro indicados para Tratamento Restaurados Atraumático (TRA)* Tese de Doutorado, USP, São Paulo, SP 2004
- [49] FRENCKEN, J.E., HOLMGREN, C. J. *Tratamento Restaurador Atraumático (ART) para a cárie dentária* Livraria Santos Editora 1ª ed. 2001
- [50] ZOLLNER, W. "Glass ionomers: the next generation" In: *Hunt PC Philadelphia International Symposium in Dentistry*, pp.57-60 1994
- [51] BROOK, I.M., CRAIG, G.T., LAMB, D.J. "Initial in vivo evaluation of glass ionomer cements for use as alveolar bone substitutes" *Clinical Materials* v.7, pp.295-300 1991
- [52] MONICO, M., TOSTES, M. "Tratamento Restaurador Simplificado para Atendimento Infantil (ART)" *JBP*, v.1, n.4, pp.8 1998
- [53] Technical Committee, ISO/TC 106 ISO 9917:1991 (E) *Dental water based cements* 1991
- [54] YAP, A. U. J., WANG, X., WU, X. *et al* "Comparative hardness and modulus of tooth colored restoratives: A depth-sensing microindentation study" *Biomaterials* v.25, pp.2179-2185 2004
- [55] ZIMEHL, R., HANNIG, M. "Non metallic restorative materials based on glass ionomer cements – recent trends and developments" *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* v.163, pp.55-62 2000
- [56] SASANALUCKIT, P., ALBUSTANY, K.R., DOHERTY, P.J. *et al* "Biocompatibility of glass ionomer cements" *Biomaterials* v.14, n.12, pp.906-916 1993
- [57] ESPELID, I., TVEIT, A.B., TORNES, K.H. *et al* "Clinical behaviour of glass ionomer restorations in primary teeth" *Journal of Dentistry* v.27, pp.437-442 1999
- [58] CULBERTSON, B.M., XIE, D., THAKUR, A., "New matrix resins for glass polyalkenoates or glass-ionomers with pendant amino acid residues" *Journal of Macromolecular Science, Pure and Applied Chemistry* v.36 pp.681-696
- [59] GU, Y.W., YAP, A.U.J., CHEANG, P. *et al* "Effects of incorporation of HA/ZrO₂ into glass ionomer cement" *Biomaterials* v.26, pp.713-720 2005
- [60] HURRELL-GILLINGHAM, K., REANEY, I.M., MILLER, C.A. *et al* "Devitrification of ionomer glass and its effect on the in vitro biocompatibility of glass-ionomer cements" *Biomaterials* v.24, pp.3153-3160 2003
- [61] YLI-URPO, H., LASSILA, L.V.J., NÄRHI, T., *et al* "Compressive strength and surface characterization of glass ionomer cements modified by particles of bioactive glass" *Dental Materials* v. 21, n. 3 pp.201-209 2005

-
- [62] PALMER, G., JONES, F.H., BILLINGTON, R.W. *et al* "Chlorhexidine release from an experimental glass ionomer cement" *Biomaterials* v.25, pp.5423-5431 2004
- [63] GU, Y.W., YAP, A.U.J., CHEANG, P. *et al* "Spheroidization of glass powders for glass ionomer cements" *Biomaterials* v.25, pp.4029-4035 2004
- [64] XIE, D., BRANTLEY, W.A., CULBERTSON, B.M. *et al* "Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements" *Dental Materials* v.16 pp.129-138 2000
- [65] PRENTICE, L.H., TYAS, M.J., BURROW, M.F. "The effect of particle size distribution on an experimental glass-ionomer cement" *Dental Materials* v.X 200X
- [66] KAPLAN, A.E., WILLIAMS, J., BILLINGTON, R.W. *et al* "Effects of variation in particle size on biaxial flexural strength of two glass-ionomer cements" *Journal of Oral Rehabilitation* v.31, pp.373-378 2004
- [67] ADABO, G.L., CRUZ, C.A.S., FONSECA, R.G. *et al*. "The volumetric fraction of inorganic particles and the flexural strength of composites for posterior teeth" *Journal of Dentistry* v.31, pp.353-359 2003
- [68] IKEJIMA, I., NOMOTO, R., MCCABE, J.F. "Shear punch strength and flexural strength of model composites with varying filler volume fraction, particle size and silanization" *Dental Materials* v.19, pp.206-211 2003
- [71] GU, Y.W., YAP, A.U.J., CHEANG, P. *et al* "Zirconia-glass ionomer cement-a potential substitute for Miracle Mix" *Scripta Materialia* v.52, n.2, pp.113-116 2005
- [72] DIETER, G. E., *Metalurgia Mecânica* 2° ed., Rio de Janeiro, Editora Guanabara, 1981
- [73] http://www.calce.umd.edu/general/Facilities/Hardness_ad_.htm
- [74] PROSSER, H.J., POWIS, D.R., WILSON, A.D. "Glass ionomer cements of improved flexural strength" *Journal of Dental Research* v.65, pp.146-148 1986
- [75] MANNHEIMER, W.A. *Microscopia dos Materiais* 1ª ed, e-papers Serviços Editoriais, Rio de Janeiro 2002
- [77] OKADA, K., TOSAKI, S., HIROTA, K., HUMBE, W.R. "Surface hardness change of restorative filling materials stored in saliva" *Dental Materials* v.17, pp.34-39 2001
- [78] FORSS, H., SEPÄ, L., LAPPALAINEN, R., "In vitro abrasion resistance and hardness of glass ionomer cements" *Dental Materials* v.7, pp.36-39 1991
- [79] SCHUH, C., KINAST, E.J. MEZZOMO, E. *et al* "Effect of glazed and polished surface finishes on the friction coefficient of two low-fusing ceramics" *The Journal of Prosthetic Dentistry* v.93, n.3, pp.245-252 2005