

Desenvolvimento e caracterização microestrutural e mecânica de cimentos de ionômero de vidro

W. P. Freire*, R. C. Barbosa, E. M. M. Castanha, E. F. Barbosa, M. V. L. Fook

Departamento de Ciências e Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Campina Grande

Rua: Aprígio Veloso, 882, Bodocongó, CEP 58429-140-Campina Grande (PB), Brasil

(Recebido em 08/01/2013; aceito em 25/06/2013)

(Todas as informações contidas neste artigo são de responsabilidade dos autores)

Resumo:

Os Cimentos de Ionômero de Vidro (CIVs) são materiais amplamente utilizados na odontologia, são indicados como material restaurador, cimento para próteses odontológicas e ortopédicas. Entretanto, há necessidade de desenvolvimento de novos cimentos ósseos como uma alternativa ou substituição aos cimentos de polimetilmetacrilato atuais, desta forma, o objetivo desta pesquisa foi o desenvolvimento de um CIV experimental e caracterização microestrutural e mecânica deste compósito quanto à morfologia, composição química e cristalinidade; como grupo controle foi utilizado o CIV comercial Vidrion R (SS WHITE). Estes compósitos foram caracterizados por Difratometria de raios X (DRX), Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). As propriedades mecânicas dos compósitos foram avaliadas através dos ensaios de microdureza Vickers, resistência à flexão e compressão. Estes cimentos apresentaram-se semicristalinos nos difratogramas; nos espectros de FTIR observaram-se bandas características destes materiais e o estudo microestrutural do CIV experimental evidenciou que não houve uma devida interação das partículas inorgânicas na matriz polimérica, enquanto que para o grupo controle essa interação foi efetiva, resultando em uma maior homogeneidade entre suas fases constituintes. Nos ensaios mecânicos, o cimento experimental apresentou um valor superior da microdureza superficial em relação ao grupo controle; entretanto, a resistência à flexão do cimento experimental foi inferior ao cimento grupo controle, e esse comportamento possivelmente pode ser atribuído à inadequada interação partícula/matriz. Nos ensaios de resistência à compressão, o CIV experimental apresentou resistência próxima àquela evidenciada para o grupo controle após variação nas condições de processamento do material.

Palavras-chave: Cimento de ionômero de vidro; microestrutura; microdureza vickers; propriedades mecânicas.

Abstract:

Glass Ionomer Cements (GICs) are widely used in dentistry, indicated as a restorative material, cement for orthopedic and dental prostheses. However, there is need for development of new bone cements as alternative or replacement to current polymethylmethacrylate cements. Thus the aim of this research was develop of an experimental GIC and the mechanical and microstructural characterization of this composite; as a control group it was used a commercial GIC called Vidrion R (SS WHITE). These composites were characterized by X-ray diffraction, Infrared Spectroscopy Fourier Transform and Scanning Electron Microscopy. The mechanical properties of the composites were measured by Vickers microhardness testing, flexural strength and compression. These cements were characterized as a semicrystalline; in FTIR spectra observed characteristic bands of these materials and microstructural studies of experimental GIC revealed that there was no proper interaction of the inorganic particles in the polymer matrix, whereas in the control group this interaction was effective resulting in greater homogeneity among its constituent phases. Experimental cement showed a higher value of microhardness in the control group, however, flexural strength of cement experimental cement was lower than the control group, and this behavior can possibly be attributed to inadequate interaction particle / matrix. In tests of compressive strength, experimental GIC showed resistance similar to that shown for control group after variation in the processing conditions of the material.

Keywords: Glass ionomer cement; microstructure; microhardness; mechanical properties.

1. Introdução

Os cimentos de ionômero de vidro (CIVs) são materiais de uso comum na clínica odontológica devido às suas propriedades únicas que incluem: habilidade de troca iônica

com a superfície dental; liberação de fluoretos por toda a vida da restauração e adesão à estrutura dentária com manutenção do selamento marginal por longos períodos. Esses materiais foram introduzidos no comércio em 1972 [1-3].

*Email: waldeniafreire@hotmail.com (W. P. Freire)

Os CIVs são formados a partir de uma reação ácido-base entre vidros de alumino-silicato e uma solução aquosa de ácidos polialcenoicos. Apresentam-se comercialmente na forma de pó e líquido, sendo a composição dos pós, segundo a maioria dos autores, constituída de SiO₂ (29%), Al₂O₃ (16,6%) e CaF₂ (34,3%). O líquido é uma solução aquosa ácida composta por água (45%), ácido poliacrílico (30%), ácido tartárico (10%) e ácido itacônico (15%) [1,4,5]. Eles apresentam limitações, as quais incluem baixa resistência à compressão e flexão, translucidez reduzida, friabilidade e estética razoável (devido à opacidade do cimento). A resistência mecânica deste material é inferior quando comparado com resina composta e amálgama, tendo desta forma indicação como material restaurador apenas em áreas de baixas tensões mastigatórias; apresentando também como característica negativa uma lenta reação de polimerização [6-9].

Alguns trabalhos apontam o desenvolvimento de CIVs para aplicações biomédicas, principalmente para substituições ósseas, pois os cimentos ósseos de polimetilmetacrilato (PMMA) têm sido amplamente utilizados nos últimos anos para aplicações na medicina, entretanto, o uso destes materiais está associado com uma série de problemas decorrentes da toxicidade sistêmica do monômero metacrilato quando não completamente polimerizado (2-6% de monômero residual) e pela reação de polimerização exotérmica *in situ*, sendo estes os principais fatores para perda e substituição de próteses ortopédicas. A produção de calor durante a polimerização (que pode alcançar 80°C) tem um efeito negativo nas células e na matriz extracelular, podendo levar a necrose dos tecidos adjacentes ao implante [10].

O desenvolvimento de CIVs para uso biomédico tem particularmente suprido essa necessidade clínica, apresentando vantagens sobre os cimentos de PMMA, pois possui reação de polimerização minimamente exotérmica, ausência de liberação de monômeros residuais e potencial de liberação de agentes terapêuticos incorporados na sua formulação [11,12]. Desta forma, o presente trabalho objetivou a obtenção de um Cimento de Ionômero de Vidro com potencial uso na clínica médico-odontológica.

2. Materiais e Métodos

Os Cimentos de Ionômero de Vidro comercialmente apresentam-se na forma de pó e líquido, onde as partículas vítreas estão contidas no pó e os componentes ácidos no líquido. Com a mistura do pó com o líquido obtém-se uma pasta (cimento), que é curada após alguns minutos. Para proposição do cimento experimental foram utilizadas as composições dos pós e dos líquidos dos CIVs mencionadas na literatura, e os materiais e reagentes utilizados nesta pesquisa estão listados na Tabela 1.

O cimento de ionômero de vidro selecionado neste estudo para compor o grupo controle foi o Vidrion R (SS WHITE), trata-se de um cimento de ionômero de vidro convencional indicado como agente cimentante e material restaurador odontológico. A composição do pó, descrita pelo fabricante, consiste de partículas de fluorossilicato de sódio cálcio,

alumínio, sulfato de bário, ácido poliacrílico e pigmentos; e do líquido, ácido tartárico e água destilada.

Tabela 1. Materiais e reagentes e seus respectivos fabricantes, utilizados na pesquisa

Materiais/Reantes	Fornecedor
Óxido de Silício (SiO ₂)	VETEC
Óxido de Alumínio (Al ₂ O ₃)	VETEC
Fluoreto de Cálcio (CaF ₂)	VETEC
Fluoreto de Alumínio (AlF ₃)	SIGMA ALDRICH
Fosfato de Alumínio (AlPO ₄)	SIGMA ALDRICH
Ácido acrílico (C ₃ H ₄ O ₂)	SIGMA ALDRICH
Ácido tartárico (C ₄ H ₆ O ₆)	VETEC
Ácido itacônico (H ₂ CCH ₂ C(=CH ₂)CO ₂ H)	SIGMA ALDRICH

Para o preparo do pó do cimento experimental, inicialmente alguns reagentes (SiO₂, Al₂O₃, CaF₂, AlF₃, AlPO₄) foram pesados separadamente nas proporções pré-estabelecidas, em balança de precisão e logo após misturados e homogeneizados em almofariz de ágata. Essa mistura de óxidos foi colocada em cadinho de alumina e o cadinho foi inserido no forno elétrico para sinterização.

Quando o forno alcançou a temperatura de 1.200°C o material permaneceu por 2 horas no forno com esta temperatura. Logo após este período, o forno foi desligado e realizado a remoção do cadinho com a amostra. Seguiu-se o resfriamento rápido (choque térmico) do material fundido, em um recipiente metálico com água; e esse material foi novamente triturado e homogeneizado em almofariz e posteriormente peneirado (peneira 500 mesh) para a obtenção do pó de vidro.

Para a obtenção do cimento experimental realizou-se a mistura dos pós sinterizados, homogeneizados e peneirados com a solução aquosa de ácido poliacrílico do CIV comercial. Para o cálculo das proporções dos materiais para mistura, tomou-se como referência a proporção pó/líquido (P/L) do cimento comercial analisado neste estudo que é de 1:1, com o volume de massa do pó de 0,35g e do líquido 0,15g. Para a medida do pó, utilizou-se “um medidor-padrão” fornecido pelo fabricante do cimento comercial utilizado nesta pesquisa. Pó e líquido foram misturados manualmente, sempre pelo mesmo operador, utilizando-se uma espátula plástica sobre uma placa de vidro à temperatura ambiente (22 ± 1°C) até a obtenção de uma pasta com consistência fluida e brilhante. A pasta formada foi vertida em moldes de formatos cilíndricos para confecção das amostras. O cimento foi protegido com uma faixa de poliéster e deixado em temperatura ambiente por 24 horas para completa cura do material, e após esse período as amostras foram desmoldadas e realizadas as caracterizações; as amostras deste grupo foram denominadas ‘CIV EXP’.

Como grupo controle, corpos de prova do cimento Vidrion R (SS WHITE) foram preparados com as mesmas condições de processamento descritas para o cimento experimental. As amostras que compõem o grupo controle foram denominadas ‘CIV grupo controle’.

Após vinte e quatro horas da completa cura destes compósitos, eles foram caracterizados quanto às suas propriedades físico-químicas e mecânicas. As caracterizações físico-químicas e morfológicas foram realizadas através de técnicas de Difractometria de raios X (DRX), Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS). O experimento foi desenvolvido no Laboratório de Desenvolvimento e Certificação de Biomateriais do Nordeste (CERTBIO) da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais (UAEMA), da Universidade Federal de Campina Grande - UFCG.

Os ensaios de compressão, flexão e microdureza dos materiais foram realizados no Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LaMMEA) da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica (UAEM).

Para confirmar o estado amorfo ou cristalino dos cimentos através da difratometria de raios X, os corpos de prova dos cimentos pesquisados (em forma de pó) foram caracterizados utilizando-se radiação de α do Cu em um difratômetro SHIMADZU (modelo XRD 6000) com varredura angular $5^\circ < 2\theta < 80^\circ$, na montagem de Bragg-Brentano, sistema θ - 2θ , (1) com varredura no passo de 0,02 (2θ), com intervalo de 0,5 segundo para cada amostra. A identificação das fases presentes foi realizada comparando-se os dados obtidos com as fichas padrões da base de dados mantida pelo JCPDS – *International Center for Diffraction Data*. Os espectros de FTIR foram obtidos em um espectrômetro Spectrum 400 Perkin Elmer FTIR/FTNIR Spectrometer com varredura entre 4000 a 400 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} e 20 varreduras. As amostras foram avaliadas por MEV com aumento de 1200 e 1800 vezes, realizadas no equipamento fabricado pela HITACHI®, modelo TM 1000, acoplado com sistema para microanálise química por EDS.

Para obter dados sobre a microdureza da superfície dos cimentos estudados foi determinada a aplicação de um indentador de geometria específica sobre a superfície dos corpos de prova e, a partir daí calculado a tensão presente na superfície do material. Esta dureza, expressa em unidades de tensão, é uma medida da resistência do material; corresponde à tensão que o material poderia suportar em equilíbrio sem maior deformação. A microdureza Vickers foi escolhida para determinação dos valores de dureza destes compósitos e o ensaio seguiu as especificações da Norma ABNT NBR-6672 ou ASTM E92.

Para a confecção dos corpos de prova para os ensaios de microdureza, pó e líquido dos materiais pesquisados foram misturados, até a obtenção de uma pasta (cimento) com consistência fluida e brilhante. Este cimento foi vertido em uma matriz polimérica com vários orifícios de 6,0 mm de diâmetro por 3,0 mm de altura, posicionada sobre uma placa de vidro, onde cada orifício foi preenchido com o material. Após a inserção do cimento, os espécimes foram recobertos com fitas de poliéster e outra placa de vidro foi posicionada sobre estes, exercendo-se ligeira pressão manual para remoção dos excessos e aguardar a polimerização do material.

Após polimerização química dos cimentos, os corpos de prova foram removidos da matriz polimérica e posicionados no centro de moldes de PVC preenchidos com uma mistura em pó e líquido de uma resina acrílica quimicamente polimerizável (JET CLÁSSICO), e realizado o embutimento destas amostras. Seguida à polimerização da resina, foi realizado o polimento superficial das superfícies das amostras, utilizando-se lixas d'água de granulação 600 e 1200 (3M).

Após 24h da polimerização dos espécimes foi realizada a avaliação da microdureza. Para cada grupo de materiais caracterizados (CIV EXP e CIV grupo controle), foram preparados seis corpos de prova e para cada corpo de prova foram realizadas cinco indentações, totalizando trinta indentações para cada grupo de cimento analisado. Ao final das mensurações obteve-se uma média aritmética dos valores da microdureza para cada grupo.

Para a análise da microdureza dos materiais foi utilizado um Microdurômetro (FUTURE TECH - FM 700), com um penetrador diamantado piramidal, tipo VICKERS, utilizando-se para indentação uma carga de 25g durante 20 segundos (Figura 1). Cada impressão marcada na superfície do material foi observada em microscópio óptico (com um aumento de 10x e 50x), e o valor de dureza do material foi calculado por meio da medida do comprimento médio de suas diagonais, calculado pelo equipamento.

No ensaio de resistência à flexão, os corpos de prova foram submetidos a forças de compressão, tração e de cisalhamento. Para avaliar a resistência de um material neste ensaio foi necessário aplicar uma carga contínua no centro de uma barra suportada por dois apoios, até que ocorresse a fratura. Para cada grupo de materiais caracterizados (CIV EXP e CIV grupo controle), dez corpos de provas em formato de barras com dimensões de 3X3X35 mm. Antes do ensaio, as barras foram lixadas com lixas d'água com granulação de 600 e 1200 (3M) para remoção de excessos e irregularidades das superfícies das amostras. A resistência à flexão foi calculada a partir da carga obtida nos testes realizados em máquina para ensaios de resistência universal EMIC DL 1000, e os dados obtidos foram submetidos à análise estatística.

Para avaliar a resistência à compressão dos materiais pesquisados, foram realizados ensaios de compressão, onde foram preparados oito corpos de prova de cada cimento analisado, com o auxílio de uma matriz polimérica contendo orifícios cilíndricos medindo 6,0 mm de diâmetro x 12 mm de altura. A matriz, previamente isolada com vaselina sólida, foi posicionada sobre uma placa de vidro e após a manipulação desses materiais, foi realizado o preenchimento na matriz com os cimentos, com ajuda de uma seringa descartável. Sobre a superfície dos corpos de prova foi colocada uma tira de poliéster e outra placa de vidro exercendo leve pressão para escoar o excesso do cimento. Após 24h de completa polimerização do material, foi realizada a desmoldagem dos corpos de prova e realizado o ensaio.

O teste de resistência à compressão foi realizado de acordo com a Norma ISO 3824, em uma máquina universal de ensaios, marca INSTRON modelo 5582, onde inicialmente foi fornecida à amostra uma pré-carga de 10N, objetivando eliminar eventuais folgas inerentes à presença de diferença de

rugosidade entre as superfícies; em seguida a amostra foi comprimida a uma taxa de deformação de 1%/min. até a ruptura da mesma. O teste foi realizado a temperatura ambiente e os dados obtidos foram submetidos à análise estatística.



(a)



(b)

Figura 1. Ensaio de microdureza: (a): corpo de prova embutido; (b): penetrador Vickers sobre a superfície do espécime

3. Resultados e Discussão

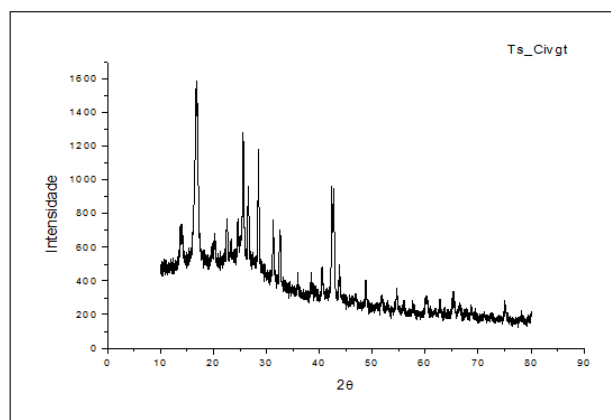
Difração de raios X (DRX)

Na Figura 2 são observados os difratogramas de raios X do cimento experimental e grupo controle após cura.

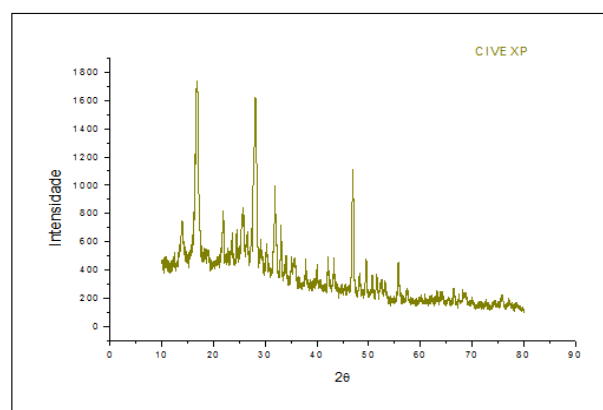
Pela comparação do difratograma padrão disponível no banco de dados JCPDS – *International Center for Diffraction Data*, observa-se nos difratogramas do cimento experimental a presença das fases cristalinas correspondentes ao fluoreto de cálcio (CaF_2 – JCPDS 77-225) e óxido de silício (SiO_2 – JCPDS 76-936). Foi observado que o óxido de alumínio presente na composição destes cimentos não apresentou fase cristalina.

Estes difratogramas revelam a presença de fases cristalinas, sendo considerados materiais semicristalinos ou vitro-cerâmicos. De acordo com a literatura consultada, estes compostos apresentam caráter amorfo quando calcinados a

temperaturas abaixo de 800°C , entretanto, acima dessa temperatura começa a cristalização do material [9,13].



(a)



(b)

Figura 2. Difratogramas dos cimentos: (a) grupo controle (CIV grupo controle); (b) experimental (CIVEXP)

Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A análise de FTIR foi realizada para identificar as bandas características dos cimentos utilizados neste experimento, e os resultados estão observados na Figura 3, onde se observam os espectros do cimento experimental e grupo-controle depois de curados.

Observa-se nestes espectros que, as bandas de absorção na região de 1466 e 1646 cm^{-1} podem ser atribuídas aos estiramentos simétricos e assimétricos da ligação COO-Al , sugerindo que as ligações Si-O-Al da rede vítrea foram hidrolizadas pelo ácido poliacrílico [13-16].

As bandas referentes ao estiramento das ligações C-O , C-H e C=O , que de acordo com a literatura estão relacionadas ao ácido poliacrílico, situam-se em 1400 cm^{-1} (ligações C-O), 1452 cm^{-1} (ligações C-H), e 1710 cm^{-1} (ligações C=O). Entretanto, não foram observadas bandas características de ligações duplas residuais de carbono nos cimentos,

evidenciando uma efetiva reação de cura, fato também observado por outros autores [13,15].

Na região de 960 a 1200 cm^{-1} encontra-se uma banda intensa referente ao fosfato nos cimentos analisados, enquanto as bandas localizadas nas regiões de 3500 e 1600 cm^{-1} são atribuídas ao estiramento da ligação O-H e à deformação angular da ligação H-O-H, referentes aos modos vibracionais da água [9,13].

Na faixa de 1100-1000 cm^{-1} encontra-se outra banda intensa referente ao estiramento assimétrico das ligações Si-O da rede vítrea e bandas localizadas na região de 720 a 700 cm^{-1} são atribuídas ao estiramento simétrico das ligações Si-O-Si, no tetraedro SiO_4 . Picos correspondentes ao Al-O podem ser identificados na região de 800 a 670 cm^{-1} [9,15].

Como estes compósitos possuem mesma fase polimérica e diferentes fases cerâmicas, as perturbações percebidas nos espectros de FTIR dos cimentos analisados podem ser atribuídas às interações ocorridas entre a fase polimérica e cerâmica. Observou-se um breve deslocamento da hidroxila O-H; relacionada ao ácidos poliacrílico, tartárico e itacônico; com relação entre o CIV experimental e grupo controle; da mesma forma que, pequenas perturbações evidenciadas nos grupamentos C=O, C-H. Essas pequenas alterações evidenciadas nos espectros dos cimentos podem justificar o fato do processo de cura do cimento experimental ser mais lenta que o do cimento grupo controle.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS)

Podem ser observadas nas Figuras 4 e 5 as micrografias obtidas por MEV e microanálises obtidas por EDS, dos cimentos analisados. Na Figura 4, observam-se as micrografias do CIV experimental e na Tabela 2, a composição química deste material.

A microscopia eletrônica de varredura deste compósito permite observar a relação entre suas fases constituintes. As micrografias das amostras preparadas do cimento experimental (Figura 4) evidenciaram partículas de dimensões irregulares com uma distribuição heterogênea das partículas na matriz polimérica, com a presença de microfissuras e porosidades na superfície da amostra.

Pode-se observar também que algumas partículas se encontram desagregadas, sem interação na matriz, ou seja, o polímero não formou uma rede superficial estável e uniforme com a carga. A irregularidade no tamanho e formato das partículas parece ser atribuído a quantidade insuficiente de líquido para o molhamento de todo o pó durante o preparo do compósito. Foi utilizada como referência da proporção pó:líquido a mesma quantidade utilizada para o cimento grupo-controle, ou seja, uma medida de pó para uma gota do líquido, entretanto, para esse cimento experimental parece não ter sido suficiente para sua total molhabilidade, de forma que pode-se observar nas micrografias deste material, partículas não completamente incorporadas na matriz polimérica. ter contribuído para que não houvesse total interação partícula/matriz, fato que pode

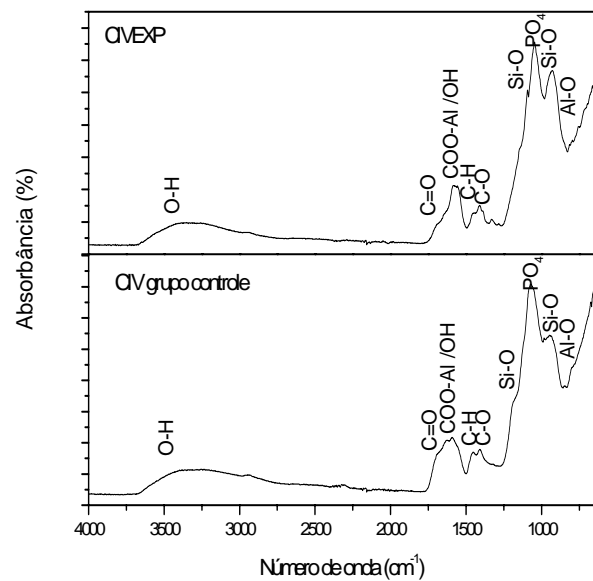


Figura 3. Espectros do cimento experimental e grupo controle

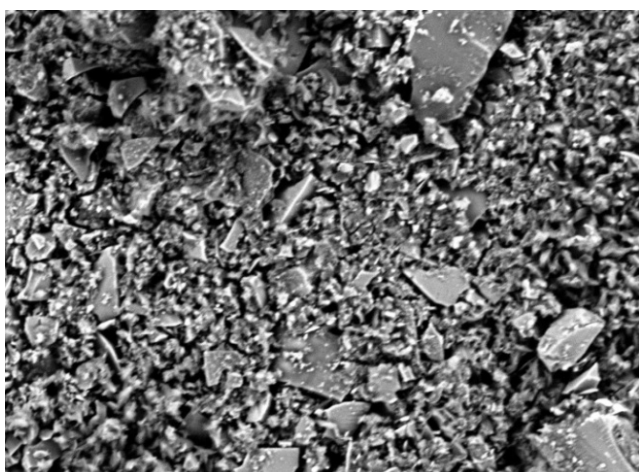
De acordo com Oliveira (2005) [19], muitas propriedades dos materiais estão associadas ao empacotamento das partículas que os constituem. A morfologia das partículas é um fator que pode alterar as condições de empacotamento de uma mistura, pois quanto mais irregular for o formato da partícula, menor será o grau de empacotamento. Desta forma, para otimizar a distribuição das partículas na matriz polimérica, faz-se necessário uma classificação granulométrica das partículas do pó, previamente a mistura com o líquido para compor o cimento.

A composição química do cimento experimental, evidenciada no espectro de EDS, (Tabela 1) revela grandes percentuais de Ca, Al, Si. Elementos como C, O e F também são visualizados, sendo esta composição relacionada com um vidro de aluminossilicato; aspecto também evidenciado por outros autores [17-20].

Na Figura 5, observam-se as micrografias do CIV grupo controle e na Tabela 3, a composição química deste material. Nas imagens obtidas por MEV das amostras deste material (Figura 5), pode-se observar um grande número de partículas pequenas dispersas na matriz polimérica, denotando que houve uma melhor interação partícula/matriz polimérica resultando em uma maior homogeneidade na matriz polimérica. Partículas inorgânicas de menores tamanhos são melhores incorporadas à matriz poliméricas durante a mistura, havendo uma maior reação entre as fases constituintes, maior densidade e empacotamento das partículas.

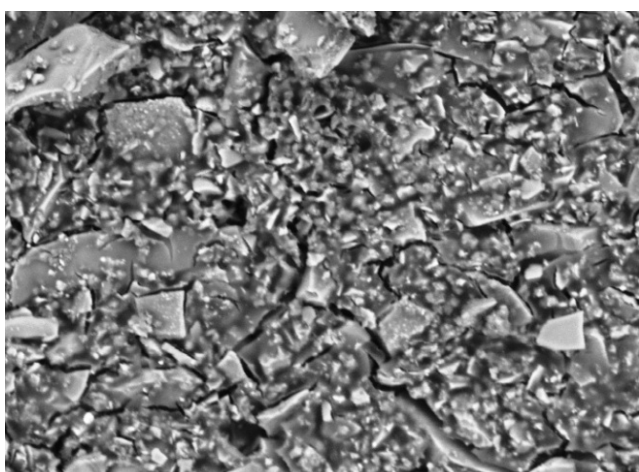
Foi também observada nas micrografias do cimento grupo controle a presença de fissuras e microporosidades na superfície do material. A presença dessas fissuras na matriz polimérica pode ser atribuída a dois fatores: inicialmente, a desidratação que ocorre com este material após cura; e também ao fato que a análise por MEV é realizada sob vácuo,

e desta forma, todo ar/água é retirado do corpo da amostra, evidenciando porosidades e fissuras, sendo este aspecto corroborado com os achados da literatura [19,21,22].



CERTBIO_1025 2012/06/23 14:24 D2,3 x1,2k 50 um
CIV EXP

(a)



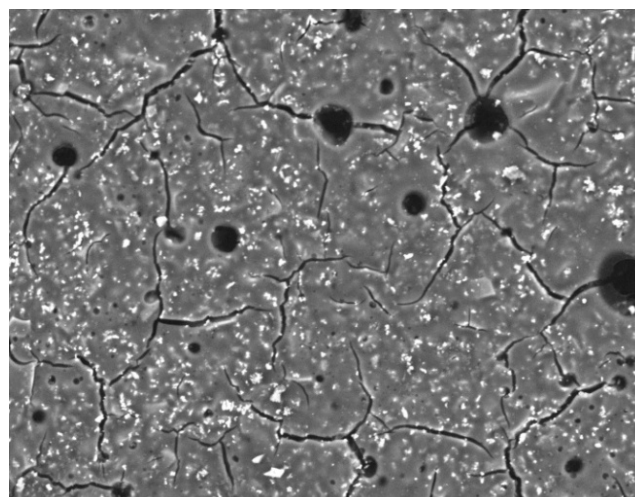
CERTBIO_1040 2012/06/23 15:42 D3,4 x1,8k 50 um
CIV EXP

(b)

Figura 4. Micrografias (MEV) do CIV experimental: (a) 1200x; (b) 1800x

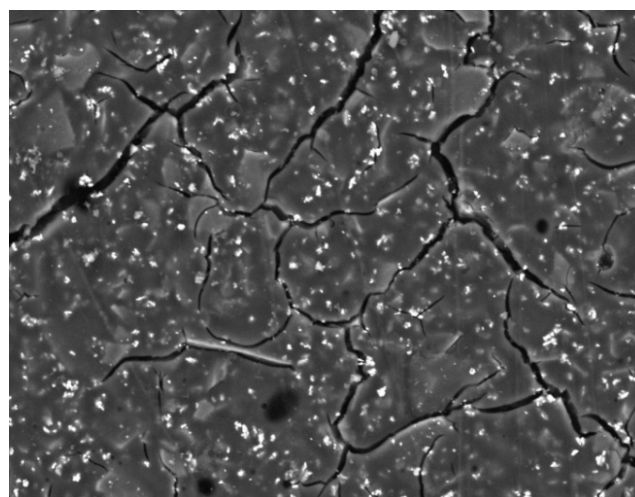
Tabela 2. Microanálise elementar por EDS do CIV experimental a 1200x

Elemento	Peso massa (%)
Oxigênio	35,67
Cálcio	19,57
Carbono	16,30
Silício	15,37
Alumínio	8,76
Fósforo	2,73
Flúor	1,60
Total:	100%



CERTBIO_1021 2012/06/23 14:11 D1,9 x1,2k 50 um
CIV grupo controle

(a)



CERTBIO_1045 2012/06/23 16:00 D2,1 x1,8k 50 um
CIV grupo controle

(b)

Figura 5. Micrografias (MEV) do CIV grupo controle: (a) 1200x; (b) 1800x

A composição química deste cimento, observada na Tabela 3, evidenciada no espectro de EDS revela picos de Ca, Al, Si, P, C, O e F. Elemento frequentemente adicionado para conferir radiopacidade aos materiais restauradores odontológicos, a exemplo do Ba, foi evidenciado como constituinte deste material.

A diferença no tamanho e formato de partículas evidenciadas nas micrografias dos cimentos analisados pode ser atribuída ao processamento diferente destes materiais; ou seja, para o preparo do pó dos cimentos comerciais é utilizado o moinho de bolas, enquanto que, para o cimento experimental este processamento foi realizado através da maceração do pó em gral e pistilo e classificação

granulométrica em peneira 500 mesh. Essa diferença no processamento do material refletiu nas características microestruturais das partículas inorgânicas.

Elemento	Peso massa (%)
Oxigênio	26,32
Carbono	19,71
Cálcio	18,87
Bário	13,35
Alumínio	10,07
Silício	7,14
Enxofre	2,86
Flúor	0,92
Fósforo	0,65
Sódio	0,20
Total:	100%

Ensaio Mecânicos

Os testes para avaliar as propriedades mecânicas não representam necessariamente o real desempenho dos materiais odontológicos, porém podem orientar a respeito do comportamento clínico dos mesmos. As propriedades dos compósitos são em função das propriedades das fases constituintes, das suas quantidades relativas e da “geometria da fase dispersa (forma das partículas, seu tamanho, distribuição e orientação)”. Suas propriedades mecânicas estão relacionadas a vários fatores como composição química, relação pó:líquido, tamanho e fração volumétrica das partículas de preenchimento [23,25].

Os CIVs convencionais apresentam baixos valores de resistência mecânica, com relação a outros materiais restauradores como resinas compostas e amálgama dental, fato que limita suas aplicações clínicas [4].

Microdureza Vickers (VHN)

A dureza da superfície do material é a resistência localizada do material à indentação, onde uma força/carga aplicada na superfície do material resulta em uma deformação elástica ou plástica de sua superfície. Nos materiais compósitos, essa deformação ocorre na matriz polimérica, de maneira que, mudanças na microdureza da superfície são atribuídas às mudanças ocorridas na matriz. A microdureza e o módulo de elasticidade dos materiais dentários são propriedades importantes a serem avaliadas porque determinam a resistência do material restaurador às forças oclusais [25].

Os valores obtidos para os ensaios mecânicos de microdureza Vickers (VHN) estão na Figura 6.

O valor médio da microdureza Vickers relatada na literatura para o CIV convencional é 55 após vinte e quatro horas de manipulação [26]. O valor obtido para microdureza do CIV grupo controle foi de 52,6; enquanto que para o CIV EXP foi obtido um valor de 295,3. Esse valor de microdureza significativamente superior evidenciado na superfície do cimento experimental pode ser atribuído a incompleta interação partícula/matriz polimérica observada na análise

microestrutural desse material, onde partículas que não foram totalmente incorporadas na matriz polimérica precipitaram e permaneceram superficiais nos corpos de provas.

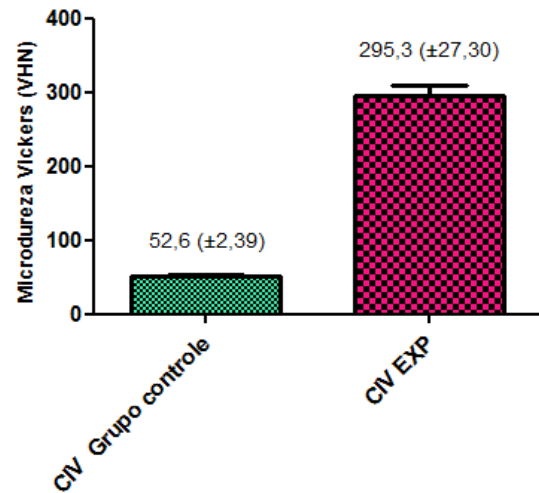


Figura 6. Valores médios e desvios-padrão da microdureza Vickers (VHN) do CIV grupo controle e experimental

Resistência à flexão

Nos ensaios de resistência a flexão, quanto maior a interação das partículas na matriz polimérica, maior resistência à flexão apresentada pelo material. A resistência à flexão de diferentes CIVs convencionais variam entre 10 a 30 MPa de acordo com dados da literatura [22]. A média dos valores obtidos para os ensaios mecânicos de resistência à flexão dos cimentos analisados está na Figura 7.

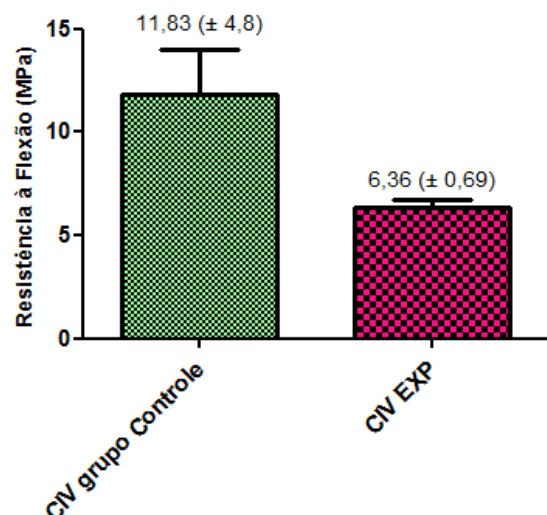


Figura 1. Valores obtidos para resistência a flexão do cimento grupo controle e CIV EXP

Os materiais compósitos avaliados neste estudo apresentaram uma média de resistência à flexão de 11,99 MPa para o cimento do grupo controle e para o cimento experimental a média obtida foi de 6,39 MPa, ou seja, uma resistência inferior àquela do grupo controle. Isso pode ser justificado pela presença de porosidade, físsuras e a não distribuição homogênea das partículas de carga na matriz, levando a uma redução na resistência do material pelo menor empacotamento, menor densidade e acúmulo de defeitos estruturais nos corpos de prova desses materiais.

Resistência à compressão

Os valores obtidos para os ensaios mecânicos de resistência à compressão estão apresentados na Figura 8.

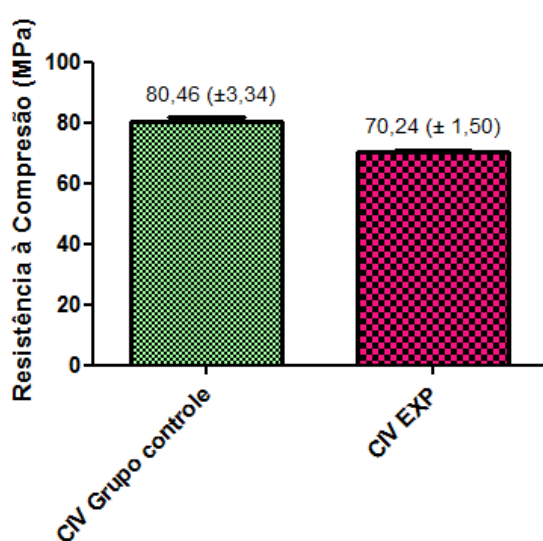


Figura 8. Valores obtidos para resistência à compressão do cimento grupo controle e CIV EXP

Devido a maioria das forças geradas durante a mastigação ser de natureza compressiva, o teste de resistência à compressão tem sido frequentemente utilizado para avaliar a resistência mecânica dos materiais restauradores. Nos ensaios de resistência à compressão, os cimentos analisados apresentaram resistência próxima àquela evidenciada para o cimento grupo controle.

De acordo com os resultados obtidos nos ensaios mecânicos, pode-se observar comparativamente que, as propriedades mecânicas do cimento experimental foram inferiores ao cimento do grupo controle, e esse comportamento está relacionado à sua microestrutura. Fatores como interação partícula/matriz polimérica, tamanho de partículas inorgânicas, presença de microporosidades são importantes na determinação da resistência de um material. Entretanto, o cimento experimental apresentou resistência à compressão próxima ao grupo controle, após variação nas condições de processamento do material, onde foram obtidos

corpos de provas do cimento com classificação granulométrica em peneira de 500 mesh.

4. Conclusões

A partir dos resultados obtidos, pode-se concluir que nas análises de DRX o material apresentou característica de um material semicristalino, e estes corroboram com a literatura estudada. Na análise de FTIR foi observada a presença de bandas características específicas destes materiais. O estudo microestrutural do cimento experimental evidenciou que o polímero não formou uma rede superficial estável e uniforme com a carga, enquanto que, para o cimento grupo controle houve uma melhor interação partícula/matriz polimérica resultando em uma maior homogeneidade entre suas fases constituintes.

Nos ensaios mecânicos, o cimento experimental apresentou um valor maior de microdureza superficial do que o grupo controle, sendo esse comportamento possivelmente atribuído a inadequada interação partícula/matriz; entretanto, a resistência à flexão do cimento experimental foi inferior ao cimento grupo controle. Nos ensaios de resistência à compressão, os cimentos analisados apresentaram resistência próxima àquela evidenciada para o cimento grupo controle após variação nas condições de processamento do material.

Agradecimentos

Os autores agradecem a colaboração do Laboratório de Desenvolvimento e Certificação de Biomateriais do Nordeste (CERTBIO) da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais (UAEMA); Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LaMMEA) da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica (UAEM), da Universidade Federal de Campina Grande – UFCG; na realização dos ensaios e caracterização dos materiais.

Referências

- [1] Darvell, B. W. Ciência dos materiais para Odontologia restauradora. São Paulo: Santos, 2012. 688p.
- [2] Mount, G. J. Clinical performance of glass-ionomers. *Biomaterials*, v. 19, p. 573-579, 1998.
- [3] Wilson, A. D. , Kent, B. E. A new translucent cement for dentistry. *British Dental Journal*, v. 132, p. 133-5, 1972.
- [4] Anusavice, K. J. Philip's Materiais Dentários. 11 ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2005. 764p.
- [5] Busato, A. L. S. Dentística: filosofia, conceitos e prática clínica. São Paulo: Artes Médicas, 2005. 377p.
- [6] Reis, A. , Loguercio, A. Materiais Dentários Diretos – dos Fundamentos à Aplicação Clínica. São Paulo: Ed Santos, 423p. 2009.
- [7] Costa, S. B. Resistência adesiva do cimento de ionômero de vidro a restaurações em resina composta – revisão da literatura. 2010. 50 f. Monografia (Graduação) - Curso de Odontologia, UFPB/CCS, João Pessoa, 2010.

- [8] Noort, R. V. Introdução aos materiais dentários. 3. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2010. 292 p.
- [9] Barbosa, W. P. F. Estudo comparativo das propriedades de ionômeros de vidro comerciais – Uma contribuição científica. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais), Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande. 2008.
- [10] Fook, A. C. B. M. Desenvolvimento de biocerâmicas porosas para regeneração óssea. 2008. 85 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências e Engenharia de Materiais, UFCG, Campina Grande, 2008.
- [11] Oréfice, R. L. , Pereira, M. M. , Mansur, H. S. Biomateriais: fundamentos e aplicações. Rio de Janeiro: Cultura Médica, 2006. 536p.
- [12] Brook, I. M. , Hatton, P. V. Glass-ionomers: bioactive implant materials. *Biomaterials*, v.19, p. 565-571, 1998.
- [13] Bertolini, M. J. Caracterização de cimento odontológico obtido a partir de um vidro preparado pelo método dos precursores poliméricos. *Quím. Nova*, v. 28, n. 5, 813-816, 2005.
- [14] Kim, I. , Kim, H.J. , Kim, H.M. Array of amorphous calcium phosphate particles improves cellular activity on a hydrophobic surface. *J Biomed Mater Res B (Appl Biomater)*, v. 93 , p. 113-121 , 2010.
- [15] Young, A. M. , Rafeeka, S. A , Howlett, J. A. FTIR investigation of monomer polymerisation and polyacid neutralisation kinetics and mechanisms in various aesthetic dental restorative materials. *Biomaterials*, v. 25, p. 823–833, 2004.
- [16] Maeyer, E. A. P. , Verbeeck, R. M. H. , Vercausse, C. W. J. Infrared Spectrometric Study of Acid-degradable Glasses. *Journal of Dental Research*, v. 81, n. 8, p. 552-555, 2002.
- [17] Sidhu, S. K. Clinical evaluations of resin-modified glass-ionomers restorations. *Dental Materials*, v. 26 , p. 7-12, 2010.
- [18] Corrêa, L. G. P. , Ogasawara, T. Estudos Comparativos de alguns Cimentos Ionoméricos Convencionais. *Revista Matéria*, v. 11, n. 3, p. 297-305, 2006.
- [19] Oliveira, T. M. M. G. Efeito das variáveis microestruturais nas propriedades mecânicas de cimento de ionômero de vidro convencional. 2005, 99 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais), Rio de Janeiro, 2005.
- [20] Denisova, L. A. et al. The use of acoustic microscopy to study the mechanical properties of glass-ionomer cement. *Dental Materials*, v. 20, p. 358-363, 2004.
- [21] Urpo, H. Y. et al. Compressive strength and surface characterization of glass ionomer cements modified by particles of bioactive glass. *Dental Materials*, v. 21, p.201-209, 2005.
- [22] Xie, D. et al. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dental Materials*, v. 16, p.129-138, 2000.
- [23] Santos, M. P. A. , MAIA, L. C. Materiais adesivos restauradores em Odontopediatria. - Revisão da Literatura. *Pesq Bras Odontoped Clin Integr*, v. 6, n. 1, p.93-100, 2006.
- [24] Callister, W. D. Jr. *Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução*. 5. ed. Rio de Janeiro: Ltc, 2000.
- [25] Kanchanasita, W. , Anstice, H. M. , Pearson, G. J. Long-term surface micro-hardness of resin-modified glass ionomers. *Journal of Dentistry*, v. 26, p.707-712, 1998.
- [26] Navarro, M. F. L. , Pascotto, R. C. *Cimentos de Ionômero de Vidro - Aplicações Clínicas em Odontologia*. São Paulo: Artes Médicas, 1998.