#### **INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

#### **ISABELA BRAGA STRAUSZ**

# INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DE TRABALHO *IN VITRO* NA RESISTÊNCIA AO ATRITO DE BRÁQUETES POLIMÉRICOS

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. João Carlos Miguez Suarez – DC Co-orientador: Prof. Ricardo Pondé Weber – MC

Rio de Janeiro 2008

## **Livros Grátis**

http://www.livrosgratis.com.br

Milhares de livros grátis para download.

c2008

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro - RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmar ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do autor e do orientador.

S912i Strausz, Isabela Braga

Influência das condições de trabalho *in vitro* na resistência ao atrito de bráquetes poliméricos / Isabela Braga Strausz Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2008. 172p.: il., graf., tab.

Dissertação (mestrado) – Instituto Militar de Engenharia – Rio de Janeiro, 2008.

1. Policarbonato. 2. Bis-GMA/TEGDMA. 3. Atrito. 4. Saliva artificial. 5. Solução ácida. I. Título. II. Instituto Militar de Engenharia.

CDD 620.11292

#### **INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

#### ISABELA BRAGA STRAUSZ

## INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DE TRABALHO *IN VITRO* NA RESISTÊNCIA AO ATRITO DE BRÁQUETES POLIMÉRICOS

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciências dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador: João Carlos Miguez Suarez, DC, IME
Co-orientador: Ricardo Pondé Weber, MC, IME

Aprovada em de de 2008 pela seguinte Banca Examinadora:

Prof. João Carlos Miguez Suarez, D.C., IME - Presidente

Prof. Ney Bruno, Professor Emérito, IME

Prof. Luis Cláudio Mendes, D.C., IMA / UFRJ

Prof. Carlos Nelson Elias, D.C., IME

Rio de Janeiro 2008

Prof. Ricardo Pondé Weber, M.C., IME

#### **AGRADECIMENTOS**

À Deus, por mais uma das conquistas que já me permitiu alcançar.

Aos meus familiares, em especial aos meus pais queridos e ao meu marido, que sempre estiveram ao meu lado me apoiando para que eu pudesse realizar esta dissertação.

Ao Exército Brasileiro, em particular ao Instituto Militar de Engenharia – IME, por disponibilizar meios, recursos e pessoal para a realização desta Dissertação.

Ao meu orientador, Professor João Carlos Miguez Suarez, e meu co-orientador, Professor Ricardo Pondé Weber, por terem me orientado em todos os momentos neste trabalho, tendo muita paciência para me ensinar o verdadeiro caminho de um pesquisador, fazendo-me evoluir como pessoa e como profissional.

A Professora Amal Elzubair, pelo grande apoio científico.

Aos professores que compõe esta banca, Prof. Ney Bruno, Prof. Luis Cláudio Mendes e Prof. Carlos Nelson Elias.

Ao Major Cano, por toda ajuda e atenção durante a análise termogravimétrica (TGA) e cromatografia diferencial de varredura (DSC).

Aos funcionários do setor técnico da SE/4, Joel Fonseca dos Santos e Leonardo Francisco da Cruz e a todos os integrantes do SE/4, que, de forma direta ou indireta, me apoiaram dando condições para a realização deste trabalho.

Ao Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF, em especial; o Prof.º Alexandre Rossi, a Prof.ª Elena Mavropoulos e o bolsista Robson Viana, responsável pela execução da espectroscopia na região do infravermelho.

### SUMÁRIO

LISTA	DE ILUSTRAÇÕES	9
	DE TABELAS	16
LISTA	DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	20
LISTA	DE SIGLAS	23
1	INTRODUÇÃO	26
1.1	Considerações Gerais	26
1.2	Objetivo da Dissertação	27
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	29
2.1	Polímeros	29
2.1.1	Conceitos gerais	29
2.1.2	Poli(metacrilato de metila) (PMMA)	30
2.1.3	Policarbonato (PC)	35
2.2.	Biomateriais	38
2.2.1	Conceitos gerais	38
2.2.2	Biomateriais poliméricos na odontologia	39
2.3	Comportamento em serviço (degradação)	40
2.3.1	Conceitos gerais	40
2.3.2	Degradação na cavidade bucal	41
2.4	Sistemas ortodônticos	43
2.4.1	Considerações gerais	43
2.4.2	Aparelho ortodôntico	44
2.4.3	Adesivos odontológicos	49
2.5	Atrito	54
2.5.1	Considerações gerais	54
2.5.2	Teoria e leis do atrito	54
2.5.3	Atrito na ortodontia	56
3	MATERIAIS E MÉTODOS	61
3.1	Fquipamentos	61

4.1	Avaliação do fio ortodôntico de aço inoxidável
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO
0.7.0.7	Liisaio de aliito
	Ensaio de atrito
	Cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC)  Ensaio de microdureza Vickers
	Calorimetria diferencial de varredura (DSC)
	Análise termogravimétrica (TGA)
	Determinação do grau de reticulação  Espectroscopia na região do infravermelho (FTIR)
2721	bráquete-fio
3.7.3	Caracterização dos filmes "testemunho" e dos conjuntos dente-
	Ensaio de microdureza Vickers
	Calorimetria diferencial de varredura (DSC)
	Análise termogravimétrica (TGA)
	Espectroscopia na região do infravermelho (FTIR)
	Determinação da quantidade do material de reforço
3.7.2	Caracterização do bráquete compósito de policarbonato
	Avaliação do acabamento superficial
	Ensaio de microdureza Vickers
	Ensaio de tração
3.7.1.1	Espectroscopia de dispersão de energia (EDS)
3.7.1	Caracterização do fio ortodôntico de aço inoxidável
3.7	Métodos de avaliação e caracterização
	(envelhecimento por imersão em solução ácida)
3.6.2	Imersão dos conjuntos dente-bráquete na solução ácida
	(envelhecimento por imersão em saliva artificial)
3.6.1	Imersão dos conjuntos dente-bráquete na saliva artificial
3.6	Exposição aos agentes ambientais
3.5	Preparo dos conjuntos dente-bráquete polimérico
3.4	Preparo dos filmes "testemunho" das resinas
3.3	Preparo do conjunto dente-bráquete
3.2	Material empregado

4.1.1	Espectroscopia de dispersão de energia (EDS)	85
4.1.2	Ensaios mecânicos	86
4.1.3	Avaliação do acabamento superficial	87
4.2	Caracterização do bráquete compósito de policarbonato	90
4.2.1	Determinação da quantidade do material de reforço	90
4.2.2	Espectroscopia na região do infravermelho (FTIR)	90
4.2.3	Análise termogravimétrica (TGA)	92
4.2.4	Calorimetria diferencial de varredura (DSC)	94
4.2.5	Ensaio de microdureza Vickers	96
4.3	Caracterização dos filmes "testemunho" e dos conjuntos fio-	
	bráquete-dente	97
4.3.1	Determinação do grau de reticulação	97
4.3.2	Espectroscopia na região do infravermelho (FTIR)	99
4.3.3	Análise termogravimétrica (TGA)	105
4.3.4	Calorimetria diferencial de varredura (DSC)	113
4.3.5	Cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC)	117
4.3.6	Ensaio de microdureza Vickers	127
4.3.7	Ensaio de atrito	128
5	CONCLUSÕES	141
6	SUGESTÕES	143
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	144
8	APÊNDICES	155
8.1	APÊNDICE 1: Valores obtidos no ensaio de microdureza Vickers	
	(carga de 200g) do fio ortodôntico de aço inoxidável	156
8.2	APÊNDICE 2: Valores obtidos no ensaio de microdureza Vickers	
	(carga de 100g) da matriz de policarbonato do bráquete	
	compósito antes e após imersão nos agentes ambientais, saliva	
	artificial e solução ácida	157

8.3	APENDICE 3: Espectros, em transmitância, obtidos no ensaio de espectroscopia na região do infravermelho (FTIR) dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT após polimerização ("como recebido") e imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida	158
8.4	APÊNDICE 4: Curvas obtidas na análise termogravimétrica (TGA) dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida	162
8.5	APÊNDICE 5: Cromatogramas obtidos no ensaio de Cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT após polimerização ("como recebido") e imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida	166
8.6	APÊNDICE 6: Valores obtidos no ensaio de microdureza Vickers (carga de 50g) das resinas Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, antes e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida	168
8.7	APÊNDICE 7: Gráficos força-deslocamento e valores de força de atrito estática obtidos no ensaio de atrito do conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico em função do tipo de adesivo, Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida	169
8.8	APÊNDICE 8: Valores da rugosidade superficial, antes e após o ensaio de atrito, da canaleta dos bráquetes, obtidos no ensaio de determinação da rugosidade, empregando-se um rugosímetro digital, antes e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida	172
	artinolar & Suluçau ablua	–

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 2.1	Estrutura química geral da família dos acrílicos
FIG. 2.2	Estrutura do: (a) ácido acrílico; (b) ácido metacrílico
FIG. 2.3	Síntese do poli(ácido acrílico)
FIG. 2.4	Síntese do metacrilato de metila a partir do ácido metacrílico
FIG. 2.5	Síntese do poli(metacrilato de metila) (PMMA)
FIG. 2.6	Curvas tensão-deformação do poli(metacrilato de metila)
	(PMMA) em função da temperatura de ensaio
FIG. 2.7	Policarbonato de bisfenol-A
FIG. 2.8	Estrutura do: (a) bisfenol-A; (b) fosgênio
FIG. 2.9	Estrutura do elemento dentário
FIG. 2.10	Fotografia de um aparelho ortodôntico, onde podem ser
	visualizados os bráquetes e o fio ortodôntico
FIG. 2.11	Bráquete: (a) desenho esquemático: Bs = base; E = lado
	externo; F = base da canaleta (slot); S = aresta; WI = face
	interna; (b) detalhe da colagem do bráquete ao dente (conjunto
	dente - bráquete)
FIG. 2.12	Desenho esquemático de um compósito
FIG. 2.13	Estrutura do dimetacrilato de glicidila bis-fenólico (Bis-GMA)
FIG. 2.14	Estrutura do dimetacrilato de trietileno-glicol (TEGDMA)
	Variação da força de atrito com a força aplicada ao material
FIG. 3.1	Fotografia do bráquete tipo Morelli Composite® utilizado no
	estudo
FIG. 3.2	Microfotografias, por MEV, de um bráquete tipo Morelli
	Composite®: (a) aspecto da superfície de fratura do bráquete na
	zona da canaleta; (b) detalhe de "a"; (c) base do
	bráquete
FIG. 3.3	Fotografia da embalagem da resina Fill Magic Ortodôntico: (a)
	vista externa; (b) vista interna
FIG. 3.4	Fotografia da embalagem da resina Transbond XT: (a) vista
	externa; (b) vista interna

FIG. 3.5	Fotografia da matriz metálica utilizada na preparação dos filmes	
	"testemunho" das resinas	6
FIG. 3.6	Procedimentos para o preparo do conjunto dente-bráquete,	
	comuns aos dois tipos de resinas: (a) profilaxia: (a1) limpeza	
	mecânica; (a2) lavagem; (a3) secagem; (b) condicionamento	
	ácido: (b1) aplicação do ácido fosfórico a 37%: (b2) lavagem;	
	(b3) secagem	6
FIG. 3.7	Procedimentos para o preparo do conjunto dente-bráquete: (a)	
	aplicação da resina Fill Magic Ortodôntico na base do bráquete;	
	(b) aplicação da resina Transbond XT: (b1) aplicação do "primer"	
	na superfície do dente; (b2) aplicação da resina na base do	
	bráquete (b2); (c) posicionamento do bráquete na superfície do	
	dente; (d) polimerização da resina com a luz	
	halógena	6
FIG. 3.8	Fotografias do equipamento com circulação forçada, tipo banho-	
	maria, marca Quimis®, modelo Q334M: (a) vista superior (b)	
	vista frontal	7
FIG. 3.9	Limpeza dos conjuntos dente-bráquete e dos discos de acrílico:	
	(a) imersão em álcool etílico absoluto (b) secagem sobre folhas	
	de papel absorvente	8
FIG. 3.10	Desenho esquemático do dispositivo para o ensaio de atrito: (A)	
	conjunto dente-bráquete colado no disco de acrílico; (B) fio	
	ortodôntico; (C) peso de 200g; (D) fio de tração; (E) célula de	
	carga e (F) microcomputador	8
FIG. 4.1	Espectro EDS do fio ortodôntico com seção retangular de	
	0,017"x 0,025" da Dental Morelli Ltda	8
FIG. 4.2	Curva tensão x alongamento do fio ortodôntico de aço inoxidável	
	com seção retangular de 0,017"x 0,025" da Dental Morelli Ltda	8
FIG. 4.3	Microfotografias, por MEV, da superfície das faces do fio	
	ortodôntico de aço inoxidável, com seção retangular de 0,017"x	
	0,025", sob pequeno aumento: (a) face de 0,017"; (b) face de	
	0,025"	8

FIG. 4.4	Microfotografias por MEV, em maior aumento, da superfície das	
	faces do fio ortodôntico de aço inoxidável, com seção retangular	
	de 0,017"x 0,025", sob pequeno aumento: (a) face de 0,017"; (b)	
	face de 0,025	88
FIG. 4.5	Microfotografias por MEV, em maiores aumentos, da superfície	
	das faces do fio ortodôntico de aço inoxidável, com seção	
	retangular de 0,017"x 0,025", sob pequeno aumento: (a) face de	
	0,017"; (b) detalhe de (a); (c) face de 0,025"; (d) detalhe de	
	(c)	89
FIG. 4.6	Espectros de infravermelho (FTIR), por transmissão, da matriz	
	de policarbonato do bráquete, antes e após envelhecimento: (a)	
	"como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após	
	imersão na solução ácida	91
FIG. 4.7	Curvas obtidas na análise termogravimétrica (TGA) de amostras	
	da matriz de PC do bráquete compósito, (1) de decomposição	
	térmica (TG) e (2) da derivada da curva de decomposição	
	térmica (DTG), nas seguintes condições: (a) "como recebido";	
	(b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução	
	ácida	93
FIG. 4.8	Curvas de calorimetria diferencial de varredura (DSC) de	
	amostras da matriz de PC do bráquete compósito, nas seguintes	
	condições: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva	
	artificial; (c) após imersão na solução ácida	95
FIG. 4.9	Espectros de infravermelho, por transmitância, de amostras dos	
	filmes "testemunho" dos adesivos, antes da polimerização	
	("como recebido"), onde estão identificadas as bandas	
	características: (a) Fill Magic Ortodôntico; (b) Transbond	
	XT	100
FIG. 4.10	Curvas termogravimétricas, (1) de decomposição térmica (TG) e	
	(2) derivada da curva de decomposição térmica (DTG), do	
	adesivo Fill Magic Ortodôntico, após polimerização ("como	
	recebido") em amostras: (a) retiradas dos filmes "testemunho";	
	(b) raspadas da interface dente-bráquete	107

FIG. 4.11 Curvas termogravimétricas, (1) de decomposição térmica (TG) e	
(2) derivada da curva de decomposição térmica (DTG), do	
adesivo Transbond XT, após polimerização ("como recebido")	
em amostras: (a) retiradas dos filmes "testemunho"; (b)	
raspadas da interface dente-bráquete	108
FIG. 4.12 Curvas calorimétricas obtidas, por DSC, em amostras do	
adesivo Fill Magic Ortodôntico, após polimerização ("como	
recebido") em amostras: (a) retiradas dos filmes "testemunho";	
(b) raspadas da interface dente-bráquete	114
FIG. 4.13 Curvas calorimétricas obtidas, por DSC, em amostras do	
adesivo Transbond XT, após polimerização ("como recebido")	
em amostras: (a) retiradas dos filmes "testemunho"; (b)	
raspadas da interface dente-bráquete	114
FIG. 4.14 Curvas calorimétricas obtidas por DSC em amostras dos	
adesivos (1) Fill Magic Ortodôntico e (2) Transbond XT retiradas	
de filmes "testemunho", nas seguintes condições: (a) após	
imersão em saliva artificial; (b) após imersão na solução	
ácida	115
FIG. 4.15 Curvas calorimétricas obtidas por DSC em amostras dos	
adesivos (1) Fill Magic Ortodôntico e (2) Transbond XT raspadas	
da interface dente-bráquete, nas seguintes condições: (a) após	
imersão em saliva artificial; (b) após imersão na solução	
ácida	116
FIG. 4.16 Sobreposição dos cromatogramas obtidos por HPLC em	
amostras retiradas de filmes "testemunho" dos adesivos Fill	
Magic Ortodôntico e Transbond XT, após polimerização ("como	
recebido")	119
FIG. 4.17 Áreas dos "picos" de eluição corrigidas em relação à diferença	
entre as concentrações das amostras, após polimerização	
("como recebido") nos adesivos: (a) Fill Magic Ortodôntico; (b)	
Transhond XT	121

FIG. 4.18 Areas dos "picos" de eluição, corrigidas em relação à diferença	
entre as concentrações das amostras, determinadas em	
amostras polimerizadas dos adesivos (1) Fill Magic Ortodôntico	
e (2) Transbond XT retiradas de filmes "testemunho", nas	
seguintes condições: (a) após imersão em saliva artificial; (b)	
após imersão na solução ácida	123
FIG. 4.19 Variação, em função do tempo de eluição, das áreas dos	
"picos", corrigidas em relação à diferença entre as	
concentrações das amostras, "CR" e após imersão em saliva	
artificial e na solução ácida dos adesivos: (a) Fill Magic	
Ortodôntico; (b) Trasnbond XT	124
FIG. 4.20 Valores médios da força de atrito estática obtidos no ensaio de	
atrito dos conjuntos dente-bráquete-fio, colados com as resinas	
Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, antes ("como recebido")	
e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e	
solução ácida	131
FIG. 4.21 Microfotografias, por MEV, das superfícies das canaletas dos	
bráquetes compósitos, (1) antes e (2) após o ensaio de atrito,	
nas seguintes condições: (a) "como recebido"; (b) após imersão	
em saliva artificial; (c) após imersão na solução ácida (aumento	136
original: 50x)	
FIG. 4.22 Microfotografias, por MEV, em maior aumento, das superfícies	
das canaletas dos bráquetes compósitos (1) antes e (2) após o	
ensaio de atrito, nas seguintes condições: (a) "como recebido";	
(b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão em	137
solução ácida (aumento original: 400x)	107
FIG. 4.23 Microfotografias, por MEV, de detalhes das superfícies das	
canaletas dos bráquetes compósitos (1) antes e (2) após o	
ensaio de atrito, nas seguintes condições: (a) "como recebido";	
(b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução	138
ácida (aumento original: 1000x)	100

FIG. 8.3.1 Espectros FTIR, em transmitância, de amostras obtidas, após	
polimerização, dos filmes "testemunho" do adesivo Fill Magic	
Ortodôntico, com identificação das bandas características: (a)	
"como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após	
imersão na solução ácida	158
FIG. 8.3.2Espectros FTIR, em transmitância, de amostras obtidas, após	
polimerização, pela raspagem do adesivo Fill Magic Ortodôntico	
na camada interfacial do conjunto bráquete-dente, com	
identificação das bandas características: (a) "como recebido"; (b)	
após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução	
ácida	159
FIG. 8.3.3Espectros FTIR, em transmitância, de amostras obtidas, após	
polimerização, dos filmes "testemunho" do adesivo Transbond	
XT, com identificação das bandas características: (a) "como	
recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão	
na solução ácida	160
FIG. 8.3.4Espectros FTIR, em transmitância, de amostras obtidas, após	
polimerização, pela raspagem do adesivo Transbond XT na	
camada interfacial no conjunto bráquete-dente, com	
identificação das bandas características: (a) "como recebido"; (b)	
após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução	
ácida	161
FIG. 8.4.1 Curvas termogravimétricas, de decomposição térmica (1) e da	
derivada da curva de decomposição térmica (2), de amostras do	
adesivo Fill Magic Ortodôntico retiradas de filmes "testemunho",	
nas seguintes condições: (a) após imersão em saliva artificial;	
(b) após imersão na solução ácida	162
FIG. 8.4.2Curvas termogravimétricas, de decomposição térmica (1) e da	
derivada da curva de decomposição térmica (2), de amostras do	
adesivo Fill Magic Ortodôntico raspadas da interface dente-	
bráquete, nas seguintes condições: (a) após imersão em saliva	
artificial; (b) após imersão na solução ácida	163

FIG. 8.4.3 Curvas termogravimétricas, de decomposição térmica (1) e da	
derivada da curva de decomposição térmica (2), de amostras do	
adesivo Transbond XT retiradas dos filmes "testemunho", nas	
seguintes condições: (a) após imersão em saliva artificial; (b)	
após imersão na solução ácida	1
FIG. 8.4.4Curvas termogravimétricas, de decomposição térmica (1) e da	
derivada da curva de decomposição térmica (2), de amostras do	
adesivo Transbond XT raspadas da interface dente-bráquete,	
nas seguintes condições: (a) após imersão em saliva artificial;	
(b) após imersão na solução ácida	1
FIG. 8.5.1 Cromatogramas obtidos por HPLC em amostras retiradas de	
filmes "testemunho", após polimerização ("como recebido"), dos	
adesivos: (a) Fill Magic Ortodôntico; (b) Transbond XT	1
FIG. 8.5.2Cromatogramas obtidos por HPLC em amostras polimerizadas	
dos adesivos (1) Fill Magic Ortodôntico e (2) Transbond XT	
retiradas de filmes "testemunho", nas seguintes condições: (a)	
após imersão em saliva artificial; (b) após imersão na solução	
ácida	1
FIG. 8.7.1 Gráficos força-deslocamento obtidos no ensaio de atrito do	
conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico colado com o adesivo	
Fill Magic Ortodôntico, nas seguintes condições: (a) "como	
recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão	
na solução ácida	1
FIG. 8.7.2 Gráficos força-deslocamento obtidos no ensaio de atrito do	
conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico colado com o adesivo	
Transbond XT, nas seguintes condições: (a) "como recebido";	
(b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução	
ácida	1

#### LISTA DE TABELAS

TAB. 2.1	Tipos de degradação	41
TAB. 2.2	Coeficientes de atrito estático e cinético	56
TAB. 2.3	Valores do coeficiente de atrito estático para combinações de	
	bráquetes de aço inoxidável e de liga $\beta Ti$ com fios ortodônticos	
	de aço inoxidável e de liga βTi	59
TAB. 2.4	Valores do coeficiente de atrito dinâmico para combinações de	
	bráquetes de aço inoxidável e de alumina com fios ortodônticos	
	de aço inoxidável e de ligas βTi e NiTi	59
TAB. 4.1	Valores das propriedades mecânicas de fios ortodônticos de aço	
	inoxidável	87
TAB. 4.2	Dados da pesagem dos bráquetes compósitos, antes e após	
	dissolução em clorofórmio	90
TAB. 4.3	Intensidade (área) dos "picos", em absorbância, de bandas	
	características e índice de oxidação do PC do bráquete	
	compósito, antes ("como recebido") e após imersão em saliva	
	artificial e na solução ácida	92
TAB. 4.4	Temperaturas de início da perda de massa e de decomposição	
	máxima e perda de massa de amostras de PC do bráquete	
	compósito, antes ("como recebido") e após imersão em saliva	0.4
	artificial e na solução ácida	94
TAB. 4.5	Temperatura de transição vítrea (Tg) de amostras de PC do	
	bráquete compósito, antes ("como recebido") e após imersão em	00
	saliva artificial e na solução ácida	96
TAB. 4.6	Valores médios de microdureza Vickers (carga de 200g), antes e	
	após o ensaio de atrito, obtidos em amostras de PC do bráquete	
	compósito, antes ("como recebido") e após imersão em saliva	07
	artificial e na solução ácida	97
TAB. 4.7	Grau de reticulação das resinas Fill Magic Ortodôntico e	
	Transbond XT, antes e após imersão na saliva artificial e em	00
	solução ácida	98

TAB. 4.8 Valores da intensidade de bandas características das resinas Fill	
Magic Ortodôntico e Transbond XT, antes e após polimerização,	
em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e raspadas da	
interface do conjunto bráquete-dente	101
TAB. 4.9 Valores do grau de conversão (GC) das resinas Fill Magic	
Ortodôntico e Transbond XT polimerizadas, em amostras	
extraídas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface do	
conjunto bráquete-dente	101
TAB. 4.10 Valores da intensidade de bandas características das resinas Fill	
Magic Ortodôntico e Transbond XT, antes e após exposição aos	
agentes ambientais, em amostras extraídas dos filmes	
"testemunho" e raspadas da interface do conjunto bráquete-	
dente	104
TAB. 4.11 Valores do índice de degradação (ID) das resinas Fill Magic	
Ortodôntico e Transbond XT polimerizadas, em amostras	
extraídas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface do	
conjunto bráquete-dente	104
TAB. 4.12 Valores das temperaturas de início de perda de massa e de	
decomposição máxima e perda de massa dos adesivos Fill	
Magic Ortodôntico e Transbond XT após polimerização ("como	
recebido"), em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e	
raspadas da interface do conjunto dente-	
bráquete	109
TAB. 4.13 Valores das temperaturas de início de perda de massa e de	
decomposição máxima e perda de massa dos adesivos Fill	
Magic Ortodôntico e Transbond XT após imersão em saliva	
artificial, em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e	
raspadas da interface do conjunto dente-bráquete	111
TAB. 4.14 Valores das temperaturas de início de perda de massa e de	
decomposição máxima e perda de massa dos adesivos Fill	
Magic Ortodôntico e Transbond XT após imersão na solução	
ácida, em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e	
raspadas da interface do conjunto dente-bráquete	112

TAB. 4.15Tempos de eluição e áreas dos "picos" de eluição corrigidas em	
relação à diferença entre as concentrações das amostras dos	
adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT após	
polimerização ("como recebido"), em amostras extraídas dos	
filmes "testemunho"	120
TAB. 4.16Tempos de eluição e áreas dos "picos" de eluição corrigidas em	
relação à diferença entre as concentrações das amostras,	
determinados em amostras polimerizadas extraídas dos filmes	
"testemunho" dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond	
XT, após imersão em saliva artificial	122
TAB. 4.17Tempos de eluição e áreas dos "picos" de eluição corrigidas em	
relação à diferença entre as concentrações das amostras,	
determinados em amostras polimerizadas extraídas dos filmes	
"testemunho" dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond	
XT, após imersão na solução ácida	122
TAB. 4.18Razão entre as áreas dos "picos", corrigidas em relação à	
diferença entre as concentrações das amostras, após imersão	
nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, e as	
áreas dos "picos" do material "como recebido", do adesivo Fill	
Magic Ortodôntico, em função do tempo de eluição	124
TAB. 4.19Razão entre as áreas dos "picos", corrigidas em relação à	
diferença entre as concentrações das amostras, após imersão	
nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, e as	
áreas dos "picos" do material "como recebido", do adesivo	
Trasnbond XT, em função do tempo de eluição	125
TAB. 4.20 Valores de microdureza Vickers (carga de 50g) dos adesivos Fill	
Magic e Transbond XT, em amostras extraídas dos filmes	
"testemunho", após polimerização ("como recebido") e após	
imersão em saliva artificial e na solução	
ácida	127
TAB. 4.21 Valores médios da força de atrito estática e do coeficiente de	
atrito estático obtidos no ensaio de atrito do conjunto dente-	
bráquete-fio ortodôntico colado com o adesivo Fill Magic	

Ortodontico, antes ("como recebido") e apos imersão nos	
agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida 12	29
AB. 4.22 Valores médios da força de atrito estática e do coeficiente de	
atrito estático obtidos no ensaio de atrito do conjunto dente-	
bráquete-fio ortodôntico colado com o adesivo Transbond XT,	
antes ("como recebido") e após imersão nos agentes	
ambientais, saliva artificial e solução13	30
AB. 4.23 Valores médios da rugosidade superficial das canaletas dos	
bráquetes compósitos, obtidos antes e após o ensaio de atrito,	
nas seguintes condições: antes ("como recebido") e após	
imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução	
ácida13	33

#### LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

#### **ABREVIATURAS**

ABS - Copolímero acrilonitrila/butadieno/estireno

AU - Unidade arbitrária

Bis-GMA - Dimetacrilato de glicidila bis-fenólico

cm - centímetro

DSC - Calorimetria diferencial de varredura

DC - Grau de conversão

DTG - Curva termogravimétrica

EDS - Análise por espectroscopia de dispersão de energia

FTIR - Transformada de Fourier do Espectrômetro Infravermelho

g - grama

GC - Grau de conversão

gf - grama-força

GMA - Metacrilato de glicidila

g/mol - grama/mol

GPa - gigapascal

HPLC - Cromatografia líquida de alta eficiência

ID - índice de degradação

in - inch (polegada)

IO - índice de oxidação

IR - Infravermelho

MA - Ácido metacrílico

MEV - microscópio eletrônico de varredura

min - minuto

ml - mililitro

MMA - Metacrilato de metila

MPa - megapascal

NBR - Borracha nitrílica

OS - Poliestireno

PA - Pró-análise

PAN - Poliacrilonitrila

PC - Policarbonato

PE - Polietileno

pH - Potencial de Hidrogênio iônico

PLA - Poli(ácido lático)

PMMA - Poli(metacrilato de metila)

PP - Polipropileno

PTFE - Poli(tetraflúor-etileno)

PVC - Poli(cloreto de vinila)

TCP - Fosfato tricálcico

TEG - Trietileno glicol

TEGDMA - Dimetacrilato de glicol-trietilênico

TG - Decomposição térmica

TGA - Análise termogravimétrica

Tr - Tempo de retenção

UV - Ultravioleta

VIS - Visível

°C - graus Celsius

 $\mu I$  - microlitro

μm - micrômetro (mícron)

nm - nanômetro

#### SÍMBOLOS

Å - angström

 $T_{\text{g}}$  - temperatura de transição vítrea

T<sub>m</sub> temperatura de fusão cristalina

 $\mu_c$  - coeficiente de atrito cinético

 $\mu_e$  . coeficiente de atrito estático

% - percentagem

 $\Omega \quad \quad \text{-} \quad \text{ohm}$ 

#### **LISTA DE SIGLAS**

AGR Arsenal de Guerra do Rio de Janeiro

AISI American Iron and Steel Institute

ASTM American Society for Testing and Materials

CBPF Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas

IMA Instituto de Macromoléculas Professora Eloísa Mano

IME Instituto Militar de Engenharia

UFRJ Universidade Federal do Rio de Janeiro

#### **RESUMO**

O presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência de agentes ambientais *in vitro*, saliva artificial e solução ácida, na resistência ao atrito de um conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico. Um adesivo ortodôntico nacional (Fill Magic Ortodôntico) e um importado (Tansbond XT), fotopolimerizáveis, foram utilizados para a colagem do bráquete na superfície do esmalte dentário. Esses adesivos são compósitos de matriz polimérica (formada basicamente, de Bis-GMA e TEGDMA), reforçados por partículas de cerâmica. O bráquete, também compósito, é constituído de matriz de policarbonato reforçado por fibra de vidro. Os métodos utilizados para a avaliação do material do bráquete e dos adesivos constituíram em ensaios físico-químicos (determinação do grau de reticulação das resinas, espectroscopia no infravermelho, análise termogravimétrica, calorimetria diferencial de varredura e análise pela cromatografia líquida de alta eficiência das resinas), ensaios mecânicos (microdureza Vickers, rugosidade superficial das canaletas dos bráquetes e ensaio de atrito no conjunto dente-bráquete-fio) e análise superficial das canaletas dos bráquetes por MEV.

Os agentes ambientais *in vitro* influenciaram levemente as propriedades físico-químicas do policarbonato do bráquete e alteraram também a dureza e a rugosidade superficial da sua canaleta, que causou o aumento no atrito interfacial bráquete-fio, sendo que as amostras imersas em solução ácida foram mais susceptíveis à degradação. Os resultados dos ensaios físico-químicos e mecânicos das amostras das resinas (raspadas da interface dente-bráquete e extraídas dos filmes "testemunho") evidenciaram que as resinas foram degradadas com maior intensidade nas amostras raspadas e no meio ácido. Os ensaios de determinação do grau de reticulação e HPLC detectaram que componentes degradados e monômeros residuais foram eluídos na saliva artificial e, em maior quantidade, na solução ácida.

Os resultados obtidos permitem concluir que os materiais poliméricos constituintes do bráquete e dos adesivos foram degradados pela saliva artificial e, com maior intensidade, pela solução ácida. Esta degradação aumentou a rugosidade superficial da canaleta do bráquete e em conseqüência também o atrito interfacial bráquete-fio. Entretanto, a degradação apresentada pelos adesivos não foi suficiente para afetar seu desempenho. Assim sendo, os adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT mostraram-se eficazes para aplicação ortodôntica, ao passo que o bráquete compósito empregado deve ser evitado em mecânicas de deslizamento.

#### **ABSTRACT**

The objective of this work was to evaluate the influence of environmental agents *in vitro*, artificial saliva and acid solution on the friction resistance of a tooth-bracket-wire orthodontic set. A national and an imported orthodontic adhesive, light-curing, were used to bond a bracket on a dental enamel surface. These adhesives are polimeric matrix composite (basically formed by Bis-GMA e TEGDMA) strengthened by ceramic particles. The bracket, being also a composite is formed by polycarbonate strengthened with glass fiber. The methods used to evaluate the bracket and adhesive material were the physical-chemical assays (degree of crosslinking of the resins, infrared spectroscopy, thermogravimetric analysis, differential scanning calorimetry and high performance liquid chromatography of the resins), mechanic tests (microhardness Vickers, roughness surface of the bracket slot, friction test on the tooth-bracket-wire orthodontic set), surface analysis of the bracket slot by scanning electron microscopy.

The environmental agents *in vitro* slightly influenced the physical-chemical properties of the bracket polycarbonate and also changed the slot hardness and roughness surface which caused the increasing the bracket-wire interface friction. While the samples immersed in the acid solution were more open to degradation. The results of the physical-chemical and mechanic tests on the resins samples (scratched from the tooth-bracket interface and extracted of film "testimony") showed that the resins were degraded with more intensity on the scratched samples and on those immersed in the acid solution. The HPLC and the degree of crosslinking tests detected that degraded components and the residual monomers were eluted in the artificial saliva and, in a greater amount, in the acid solution.

The results alowed us to conclude that the polimerics materials of the adhesive and brackets were degraded by artificial saliva and, mainly, by the acid solution. These degradation increased the roughness surface of the slot bracket and in consequence, the interfacial bracket-wire friction. However the adhesive degradation didn't affect their behavior. Thus, Fill Magic Orthodontic and Transbond XT adhesives were effective on the orthodontic use, while the composite bracket must be avoided on the sliding mechanics.

#### 1 INTRODUÇÃO

#### 1.1. CONSIDERAÇÕES GERAIS

A evolução da ciência odontológica está diretamente relacionada à dos materiais dentários, pois o desenvolvimento dos mesmos vem permitindo o advento de novas técnicas e de procedimentos mais eficientes. A constante evolução dos materiais utilizados na odontologia tem permitido o desenvolvimento das técnicas empregadas e a realização de tratamentos mais confortáveis para os pacientes.

Os materiais odontológicos devem apresentar bom desempenho nas condições vigentes no ambiente bucal, onde estão expostos a diversos agentes de degradação, que podem produzir alterações nos materiais constitutivos dos componentes do aparelho ortodôntico. Neste particular, devem ser consideradas as resinas adesivas e os elásticos, que podem ter a estrutura e as propriedades modificadas face sua exposição a agentes ambientais, o que, em conseqüência, poderá influenciar o desempenho do aparelho ortodôntico.

O tratamento ortodôntico objetiva corrigir o posicionamento dentário para proporcionar uma adequada função oclusal com uma estética agradável associada à saúde bucal e a uma dicção perfeita. Uma maior exigência estética, principalmente por parte de pacientes adultos que passaram a procurar tratamento ortodôntico, culminou, no final de 1986, na introdução de bráquetes cerâmicos na Ortodontia. Esta tendência, uma tentativa explícita de se evitar o uso dos bráquetes de aço inoxidável, vem sendo seguida desde então, utilizando-se, na fabricação de bráquetes, materiais mais estéticos, cerâmicos e poliméricos [KARAMOUZOS et al., 1997].

O conjunto bráquete-fio é de alta relevância para a técnica ortodôntica, pois uma parte do movimento dentário é obtida pelo deslizamento do bráquete ao longo do fio ortodôntico que funciona como um guia. Este movimento de deslizamento induz uma força de atrito entre o bráquete e o fio que se opõe ao movimento dentário. A redução da força de atrito na mecânica de deslizamento ortodôntica facilita o deslocamento dos dentes, minimizando a força necessária para realizarmos este deslocamento e assim permite alcançarmos as desejadas respostas teciduais

biológicas, pois menores serão as cargas a serem suportadas pelos dentes e tecidos periodontais.

É importante ressaltar que as estruturas utilizadas para deslocar um elemento dentário como aparelhos acessórios ou elementos dentários conjugados resistem à força oponente gerada e são denominadas, no tratamento ortodôntico, de pontos de ancoragem. A obtenção do movimento dentário com um adequado controle desses pontos de ancoragem também exige um perfeito entendimento da força de atrito entre o fio e bráquete. Se o deslocamento destas estruturas for indesejado, a ancoragem deve ser reforçada e a força de atrito ser mínima. Em conseqüência, um melhor conhecimento do comportamento do conjunto bráquete-fio em relação ao atrito oferecido pelas superfícies em contato é essencial para a correta aplicação das forças necessárias à obtenção de uma adequada mecânica de deslizamento.

Outro ponto importante a considerar na mecânica ortodôntica é a interface dente-bráquete, que é uma região de alta concentração de tensões e de acúmulo de bactérias, sendo de capital importância para o bom desempenho do aparelho ortodôntico.

Assim, deve-se estar atentos aos efeitos dos agentes ambientais sobre os materiais odontológicos, pois a variação de suas propriedades pode comprometer a biomecânica do aparelho ortodôntico. Todavia, deve-se considerar que a comodidade e o conforto não devem imperar sobre a ciência e, por isso, os efeitos dos agentes ambientais sobre os conjuntos bráquete-dente e bráquete-fio devem ser devidamente conhecidos para a obtenção de aparelhos ortodônticos com melhores desempenhos.

#### 1.2 OBJETIVO DA DISSERTAÇÃO

O presente trabalho teve como objetivo estudar a variação da resistência ao atrito de um conjunto bráquete-fio, após sua exposição a agentes ambientais *in vitro* que simulem as condições existentes na cavidade bucal, em função da rugosidade do bráquete e do tipo de adesivo.

Para se atingir este objetivo foram realizadas as seguintes atividades:

- seleção e aquisição de um tipo de bráquete polimérico, de um fio ortodôntico de aço inoxidável e de dois adesivos foto-polimerizáveis, um nacional e um importado;
- 2. exposição *in vitro* do conjunto bráquete-dente aos agentes ambientais (saliva artificial e solução ácida);
- caracterização mecânica, antes e após exposição aos agentes ambientais, do bráquete, do fio ortodôntico e dos adesivos;
- 4. estudo do comportamento físico-químico da matriz do bráquete e dos adesivos, antes e após exposição aos agentes ambientais;
- 5. determinação da resistência ao atrito do conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico, antes e após exposição aos agentes ambientais.

#### 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 POLÍMEROS

#### 2.1.1 CONCEITOS GERAIS

A palavra polímero ("poly" + "mer", muitas partes), vem do grego e foi criada por Berzelivs, em 1832, para designar compostos com massas moleculares múltiplas. Os polímeros podem ser definidos como macromoléculas, com alto peso molecular entre 10<sup>4</sup> e 10<sup>6</sup>g/mol e dimensões moleculares entre 10<sup>2</sup> e 10<sup>5</sup>Å. Existem, também, polímeros de baixo peso molecular, da ordem de 10<sup>3</sup>g/mol, chamados de oligômeros [CALLISTER, 2002].

Os polímeros são constituídos por unidades químicas ligadas por covalência, repetidas de uma maneira regular ao longo da cadeia, denominadas meros. Os polímeros são formados por polimerização, que é uma reação entre moléculas simples, os monômeros, suscetíveis de reagir quimicamente entre si.

Os polímeros com cadeias sem ramificações são denominados **polímeros lineares** e, quando apresentam ramificações são designados **polímeros ramificados**. Os polímeros podem apresentar cadeias mais complexas, com ligações cruzadas, formando os chamados **polímeros reticulados**.

Os polímeros quanto ao número de monômeros na cadeia macromolecular podem ser classificados como **homopolímeros**, quando possuem apenas um tipo de mero, e **copolímeros**, quando há mais de um tipo de mero. Os copolímeros, de acordo com a seqüência de suas unidades químicas, podem ser chamados de **aleatórios** ou **randômicos** quando as unidades se dispõem ao acaso e **alternados** quando há perfeita regularidade de seqüência. No caso de ocorrer, ao invés de uma unidade química de cada tipo, seqüências alternadas de unidades químicas iguais, denominam-se **copolímeros em bloco**. No caso particular de blocos existirem

como ramificações poliméricas, partindo do esqueleto principal da macromolécula, o copolímero é dito **graftizado** ou **enxertado** [MANO, MENDES, 1999].

Os polímeros, conforme os grupos funcionais presentes na macromolécula, podem ser classificados como, **poli-hidrocarboneto**, **poliamida**, **poliéster**, **poliéter** etc.

Os polímeros podem ser **amorfos** ou **cristalinos**; no estado amorfo ocorre uma disposição desordenada das moléculas e no estado cristalino existe um arranjo atômico ordenado, uma estrutura tridimensional, gerando uma condição de cristalinidade. A estrutura dos denominados polímeros cristalinos é, na realidade, semi-cristalina, isto é, apresenta regiões amorfas e cristalinas [MANO, MENDES, 1999; CALLISTER JR., 2002].

Nos itens a seguir estão apresentados os conceitos básicos sobre dois polímeros, poli(metacrilato de metila) (PMMA) e policarbonato (PC), que são importantes para o desenvolvimento deste trabalho.

#### 2.1.2 POLI(METACRILATO DE METILA) (PMMA)

Os monômeros acrílicos, chamados genericamente de "acrílicos", pertencem a uma família de monômeros de cadeia carbônica que se caracterizam por possuir, em sua fórmula estrutural, carbonos com dupla ligação, um dos quais está ligado diretamente ao carbono da carbonila (**Figura 2.1**).

$$CH_2=C$$
 $COOR_2$ 

#### FIG. 2.1 - Estrutura química geral da família dos acrílicos

Os radicais  $R_1$  e  $R_2$  são ou átomos de hidrogênio ou grupos alquila e a sua natureza determina o nível da barreira de energia rotacional das ligações C-C no "esqueleto" da cadeia macromolecular e o grau de plastificação interna, isto é, as restrições ao empacotamento molecular e às forças intermoleculares, influenciando, em conseqüência, a existência ou não de cristalinidade e o valor da temperatura de transição vítrea  $(T_g)$ .

Podem ser destacados, face à sua importância comercial, dois grupos principais de polímeros acrílicos:

- a) Acrilatos: polímeros derivados do ácido acrílico, CH<sub>2</sub> = CH COOH, onde R<sub>1</sub> e
   R<sub>2</sub> são átomos de hidrogênio (Figura 2.2a);
- b) Metacrilatos: polímeros derivados do ácido metacrílico, CH<sub>2</sub> = C(CH<sub>3</sub>) COOH, onde R<sub>1</sub> é um grupo metila (CH<sub>3</sub>) e R<sub>2</sub> é um átomo de hidrogênio (Figura 2.2b) [CANEVAROLO JR., 2004].

$$\begin{array}{c|c} H \\ CH_2 = C \\ \hline \\ COOH \\ \end{array} \qquad \begin{array}{c} CH_3 \\ COOH \\ \end{array} \qquad \begin{array}{c} CH_3 \\ \end{array} \qquad \begin{array}{c} COOH \\ \end{array}$$

FIG. 2.2 - Estrutura do: (a) ácido acrílico; (b) ácido metacrílico

Na família dos acrílicos, além desses 2 grupos principais, podem ser destacados os ésteres dos ácidos acrílico e metacrílico, onde R<sub>1</sub> é, respectivamente, um átomo de hidrogênio ou um grupo metila e R<sub>2</sub> é um grupo não hidrogenado. Nesta família pode-se, ainda, incluir a acrilonitrila que pode ser obtida pela adição catalítica direta de ácido cianídrico (HCN) ao acetileno ou pela adição de HCN ao óxido de etileno produzindo etileno-cianidrina, seguida de desidratação.

Os poliacrilatos são produzidos, a partir do ácido acrílico, por polimerização em solução, tendo como solvente, água e iniciação por meio de radical livre (**Figura 2.3**).

FIG. 2.3 - Síntese do poli(ácido acrílico) NARSAVAGE-HEALD, 2007

O metacrilato de metila (MMA)  $[CH_2 = C(CH_3)COOCH_3]$  é obtido pela reação do sulfato de metacrilamida, formado pelo aquecimento com água e metanol de acetona-cianidrina em presença de ácido sulfúrico (**Figura 2.4**).

FIG. 2.4 - Síntese do metacrilato de metila a partir do ácido metacrílico

Os polímeros acrílicos podem ser classificados, quanto ao seu comportamento mecânico, como plástico, borracha ou elastômero e fibra. O poli(metacrilato de metila) (PMMA), cujas características estão apresentadas a seguir, é o principal plástico acrílico. Dentre os elastômeros destaca-se a borracha nitrílica (NBR), copolímero de butadieno e acrilonitrila, que apresenta alta resistência a hidrocarbonetos (combustíveis) e solventes orgânicos. A principal fibra acrilíca é a poliacrilonitrila (PAN), de alta importância industrial, empregada na fabricação de fibras têxteis macias e leves como a lã e como precursora na fabricação de fibras de carbono. A PAN é obtida por poliadição a partir de uma solução aquosa de acrilonitrila, utilizando-se uma iniciação de oxi-redução [MANO, MENDES, 1999; CANEVAROLO JR., 2004].

O poli(metacrilato de metila) (PMMA) é um polímero termoplástico e amorfo, de uso geral. Historicamente, a sua produção começou em 1843, quando ocorreu a primeira síntese do ácido acrílico. Nos primeiros anos da década de 1920, teve início a produção industrial de resinas sólidas de PMMA, sob o nome comercial de "Plexiglas", e, mais tarde, na metade da década de 1930, a fabricação industrial de produtos acrílicos [BILLMEYER JR., 1984].

O processo empregado na polimerização do PMMA varia com o fim a que destina o polímero. O PMMA, sintetizado a partir do metacrilato de metila (MMA), é obtido, principalmente, por poliadição em meio homogêneo (em massa ou em solução) (**Figura 2.5**).

FIG. 2.5 - Síntese do poli(metacrilato de metila) (PMMA)

BILLMEYER, JR., 1984

O PMMA é um polímero transparente, de aspecto semelhante ao vidro, apresentando baixa absorção da luz visível que, ao incidir normalmente nas interfaces polímero-ar, mostra uma reflexão de 4%, o que confere ao polímero a sua alta transparência (92%). O PMMA apresenta um índice de refração médio igual a 1,49 [CALLISTER JR., 2002].

O PMMA é predominantemente sindiotático, mas, também, pode se apresentar como atático ou isotático. Apresenta densidade de 1,17 a 1,20 g/cm³, peso molecular variando entre 10<sup>5</sup>~10<sup>6</sup> g/mol, temperatura de transição vítrea de 105°C, quando sindiotático, e de 45°C, se isotático, e temperatura de amolecimento de 125°C [BILLMEYER, JR., 1984].

O comportamento mecânico do PMMA é dependente do tempo; a temperatura de ensaio, a velocidade e a freqüência de aplicação da solicitação influenciam as suas propriedades mecânicas e a velocidade de propagação de trincas. O PMMA tem boas propriedades mecânicas em tração (módulo de elasticidade, 2,2~3,2GPa; tensão de escoamento, 54~73MPa; resistência à tração, 48~72MPa; alongamento, 2~10%). A resistência à tração do PMMA varia com a temperatura de ensaio, quanto maior a temperatura, menores o módulo de elasticidade e a resistência à tração e maior a plasticidade (**Figura 2.6**).

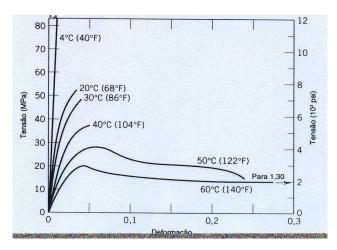


FIG. 2.6 - Curvas tensão-deformação do poli(metacrilato de metila) (PMMA) em função da temperatura de ensaio

CALLISTER JR., 2006

O PMMA mostra uma adequada resistência ao impacto sem tendência de ocorrência de fragmentação, apresentando uma tenacidade inferior a do poliestireno (PS), mas superior a do copolímero acrilonitrila/butadieno/estireno (ABS). Apresenta uma tenacidade à fratura em deformação plana, na temperatura ambiente, variando entre 0,7 e 1,6MPa(m)<sup>1/2</sup> (0,64 e 1,5ksi(in)<sup>1/2</sup>).

O PMMA apresenta limite de resistência à fadiga, isto é, um nível de solicitação a partir do qual a tensão para a fratura torna-se independente do número de ciclos, de, aproximadamente, 15MPa para 10<sup>5</sup> ciclos. A resistência à fadiga do PMMA é maior do que a dos polímeros semi-cristalinos, como polietileno (PE), polipropileno (PP) e poli(tetraflúor-etileno) (PTFE), mas inferior a de outros polímeros amorfos, tal como o poliestireno (PS). O PMMA tem uma boa resistência à fluência, superior a de outros polímeros amorfos, tais como o poli(cloreto de vinila) (PVC) e o policarbonato (PC) [CALLISTER JR., 2002].

O PMMA é um material polar, atóxico e não volátil, queima lentamente sem produzir fumaça, apresenta baixíssima absorção de água (0,3 a 0,4% em 24h) e excelente resistência ao risco.

O PMMA apresenta elevada resistência às intempéries, grandemente superior a de outros termoplásticos. É solúvel em solventes que tenham parâmetros de solubilidade similares, sendo, em conseqüência, solúvel em benzeno, tolueno, clorofórmio, cloreto de metileno (*methylene chloride*), ésteres, éteres, acetato de etila (*ethyl acetate*) e acetato de amila (*amyl acetate*). O PMMA tem, ainda, uma boa resistência aos álcalis (hidróxido de sódio etc.), às soluções aquosas de sais

inorgânicos e aos ácidos diluídos. Desta maneira, resiste à maioria das soluções de detergentes e agentes de limpeza, não sendo biodegradável. O PMMA, quando exposto às radiações de baixa (ultravioleta etc.) e de alta energia (raios-X, raios γ etc.) pode apresentar alterações nas suas propriedades físicas, químicas e mecânicas. Apresenta, por aquecimento a partir de 180°C, degradação por despolimerização, decompondo-se, com liberação do monômero (MMA), ao ser aquecido entre 350°C e 450°C, permitindo, desta forma, a reciclagem do polímero a partir da recuperação do monômero. O PMMA, devido à sua elevada resistência à degradação e ser largamente utilizado em muitas aplicações, pode tornar-se um problema ambiental, em especial com relação ao solo. Todavia, compostos poliméricos são empregados para a estabilização de solos, tendo sido constatado que o PMMA apresenta um bom desempenho nestas aplicações [MARINHO, 2005].

O PMMA pode ser submetido a todos os processos de conformação de materiais poliméricos, embora a moldagem de peças por injeção exija cuidados especiais; a moldagem a quente é realizada em temperaturas acima da  $T_g$ , usualmente entre  $150^{\circ}$ C e  $170^{\circ}$ C. Para a produção de chapas e placas emprega-se, geralmente, um PMMA obtido por polimerização em massa, enquanto que o produzido pela polimerização em solução é aplicado em revestimentos. Na produção de peças injetadas, onde utiliza-se grânulos (*pellets*) de grau extrusão, emprega-se PMMA obtido pela técnica de polimerização em suspensão.

O PMMA é aplicado em painéis, placas de sinalização de tráfego, janelas de aviões, lanternas de carros, luminárias, decorações, letreiros, vidraças e fibras óticas [MANO, MENDES, 1999]. Além destas aplicações, é, também, empregado em acabamentos, na cola de tecidos e na fabricação de adesivos sensíveis a pressão. Tem diversas aplicações como biomaterial, sendo empregado principalmente como cimento ósseo para a fixação de componentes de próteses de quadril, sendo polimerizado *in situ* durante o procedimento cirúrgico [CALLISTER JR., 2002].

#### 2.1.3 POLICARBONATO (PC)

O policarbonato (PC), que pertence a uma família de polímeros de cadeia heterogênea caracterizada por apresentar o grupo carbonato na sua cadeia

principal, pode ser alifático ou aromático. O alifático apresenta baixa temperatura de amolecimento, é facilmente hidrolisado e não possui valor comercial. O aromático é o mais empregado, possuindo, além de um grupo carbonato na cadeia principal, grupos metila ligados a esta cadeia e anéis aromáticos (benzeno), os quais conferem rigidez à molécula [PAKULL, 1991]. Dentre os aromáticos, o mais utilizado é o policarbonato de Bisfenol A, cuja estrutura está apresentada na **Figura 2.7**.

FIG. 2.7 - Policarbonato de Bisfenol-A

RATNER et al., 1996

A síntese comercial do PC teve início, aproximadamente, a partir de 1957 e o policarbonato de Bisfenol A é obtido pela reação de policondensação do éster do Bisfenol A com o fosgênio [CANEVAROLO JR., 2004], cujas estruturas estão mostradas na **Figura 2.8.** 

FIG. 2.8 - Estrutura do: (a) bisfenol-A; (b) fosgênio

RATNER et al., 1996

O PC pode ser classificado, quanto ao seu comportamento mecânico, como termoplástico, sendo atualmente, por apresentar uma combinação única de propriedades, um dos três mais importantes plásticos de engenharia [BILLMEYER JR., 1984].

O PC é um polímero predominantemente amorfo, o que lhe confere uma excelente transparência (>70%), apresentando peso molecular entre  $10^3 \sim 10^4$ g/mol e densidade de 1,2g/cm<sup>3</sup>. A temperatura de fusão cristalina ( $T_m$ ) é de 268ºC, tendo

uma temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) de 150 °C, o que permite, normalmente, o seu emprego em temperaturas de até 130 °C.

O PC tem excelentes resistências à tração e ao impacto, sendo considerado o plástico de engenharia de maior tenacidade face sua elevada resistência ao impacto. O PC mostra boa ductilidade em tração na temperatura ambiente, o que o distingue de outros termoplásticos amorfos, tais como o poliestireno (PS) e o poli(metacrilato de metila) (PMMA), que, com resistência à tração e módulo de elasticidade similares, têm uma tenacidade bem inferior [PAKULL, 1991]. Pode apresentar fragilidade quando ensaiado em tração em baixas velocidades de deformação e fratura dúctil quando solicitado com velocidades mais altas [PITMAN, 1978]. Apresenta, na temperatura ambiente, as seguintes características mecânicas: resistência à tração, 70MPa; módulo de elasticidade, 2500MPa; tensão de escoamento, 62MPa e alongamento, 110~150% [MANO, MENDES, 1999; CALLISTER JR., 2002]. O PC possui, na temperatura ambiente, uma tenacidade à fratura em deformação plana de 2,2MPa(m)<sup>1/2</sup> (2,0ksi(in)<sup>1/2</sup>), aproximadamente o dobro da tenacidade do PS e do PMMA, mostrando ser um material com maior resistência a fratura frágil na presença de uma trinca.

O PC apresenta bom isolamento elétrico, tendo, na temperatura ambiente, uma resistividade elétrica de  $2x10^{14}\Omega$ -m que diminui com o aumento da temperatura.

O policarbonato apresenta boa resistência à degradação em contato com soluções salinas aquosas (cloreto de sódio etc) e solventes polares, mas a sua resistência é insatisfatória na presença de ácidos oxidantes, de álcalis aquosos como o hidróxido de sódio e de solventes não-polares. É solúvel em solventes que possuem parâmetros de solubilidade semelhantes tal como o cloreto de metileno. Tem baixa absorção à água e boa estabilidade dimensional quando aquecido, tendo, ainda, resistência à chama sendo auto-extinguível à chama. Desta maneira, o PC apresenta boa resistência às intempéries, mas a interação do polímero com o meio ambiente pode produzir alterações nas suas propriedades e no seu aspecto [CALLISTER JR., 2002; CANEVAROLO JR., 2002]. O PC muda de coloração (amarela) e degrada quando exposto à luz solar devido à absorção da radiação ultravioleta que produz foto-oxidação dos anéis aromáticos [PAKULL et al., 1991].

Devido a sua alta transparência, excelente resistência ao impacto e ductilidade muito boa, o PC é muito utilizado para substituir o vidro em situações críticas como em janelas de avião e tetos solares transparentes em edifícios. É utilizado, também, em capacetes de segurança, lentes, globos de luz e bases para filmes fotográficos. Pode, ainda, ser aplicado na fabricação de "compact-discs"; janelas de segurança; óculos de segurança; escudos de polícia anti-choque, computadores, impressoras e aquários [CALLISTER JR., 2002; CANEVAROLO JR., 2002; GORNI, 2003]. O policarbonato, para o aumento de suas propriedades mecânicas, como o limite de resistência à tração e o módulo de elasticidade, pode ser reforçado por fibras, transformando-o em compósito. Em comparação ao PC não reforçado, o compósito apresenta maior resistência à tração e rigidez e menor alongamento e resistência ao impacto; quanto maior o percentual volumétrico de fibras, maior é a variação das propriedades.

#### 2.2 BIOMATERIAIS

#### 2.2.1 CONCEITOS GERAIS

Biomaterial é qualquer substância (outra que não droga) ou combinação de substâncias, sintéticas ou naturais em origem, que possa ser usada por um período de tempo, completa ou parcialmente como parte de um sistema que trate, aumente ou substitua qualquer tecido, órgão ou função do corpo [HELMUS et al., 1995].

Um material, para ser considerado como biomaterial, deve apresentar biocompatibilidade, que pode ser definida, considerando os conceitos de compatibilidade e de funcionalidade, como a propriedade que permite que um certo material mostre, em uma aplicação específica, uma resposta tecidual apropriada; o sistema biológico não deve ser influenciado negativamente pelas possíveis reações que vão ocorrer entre o material e o tecido [WILLIAMS, 1987].

Os biomateriais, de acordo com o seu comportamento fisiológico, podem ser classificados como [ORÉFICE et al., 2006]:

- a) **Bioinertes**: materiais tolerados pelo organismo, mas com uma formação mínima do envoltório fibroso que impede uma adesão entre o material e o tecido receptor. Poli(metacrilato de metila), aço inoxidável, ouro e platina são materiais bioinertes.
- b) **Bioativos**: materiais capazes de interagirem com os tecidos vivos de forma que estimule processos físico-químicos inerentes a sistemas biológicos, favorecendo a integração do biomaterial no ambiente receptor, permitindo aposição óssea na superfície do biomaterial. Exemplos desses materiais são titânio, nióbio e tântalo.
- c) **Biorreativo**: materiais em que ocorrem ligações de natureza química entre o material e o tecido ósseo (osteointegração). Em função da similaridade química entre estes materiais e a parte mineral óssea, os tecidos ósseos se ligam a eles, permitindo a osteocondução. Biovidros, hidroxiapatita e compostos de fosfato de cálcio são materiais biorreativos.
- d) **Biodegradáveis**: materiais que degradam após certo tempo em contato com os tecidos, sendo solubilizados ou fagocitados pelo organismo. Exemplos desses materiais são o fosfato tricálcico (TCP) e o poli(ácido lático) (PLA).

#### 2.2.2 BIOMATERIAIS POLIMÉRICOS NA ODONTOLOGIA

Os biomateriais usados na odontologia podem ser metálicos, cerâmicos, poliméricos ou compósitos. Os metais, devido às suas boas propriedades, sempre foram considerados como a primeira opção, porém o uso dos outros tipos de materiais vem crescendo progressivamente [DUMITRIU, 1994; CRAIG, 2004].

Atualmente, face à ocorrência de complicações biológicas resultantes do emprego de metais não completamente inertes e a uma maior tendência para o uso de materiais estéticos, tem ocorrido um incremento no uso de materiais cerâmicos, poliméricos e compósitos em aplicações específicas da odontologia. O emprego desses materiais tem levado ao desenvolvimento de novas técnicas odontológicas, tais como, o recobrimento de superfícies metálicas por polímeros e cerâmicos e o

emprego de compósitos com matriz polimérica reforçada por diferentes tipos de partículas.

O emprego de polímeros na odontologia teve início por volta de 1848, quando a guta percha foi empregada pela primeira vez em moldagens [DUMITRIU, 1994]. A partir desta época, diversos biomateriais poliméricos ou biopolímeros passaram a ser utilizados nas diversas especialidades da odontologia, o que foi de fundamental importância para uma maior evolução da ciência odontológica.

Os biomateriais poliméricos ou biopolímeros têm diversas aplicações na odontologia, tais como, dentes artificiais, restaurações dentárias, elásticos ortodônticos, faceta de coroas e pontes, materiais de moldagens, coroas provisórias, membranas, próteses maxilofaciais, além da utilização de polímeros associados a apatitas para a obtenção de osteointegração, polímeros bioabsorvíveis como a esponja de PLA para preencher o alvéolo dentário, prevenindo hemorragias e servindo de arcabouço para o crescimento tecidual e reparação [GLEASON, 1998; CRAIG, 2004].

# 2.3 COMPORTAMENTO EM SERVIÇO (DEGRADAÇÃO)

#### 2.3.1 CONCEITOS GERAIS

A maioria dos materiais apresenta, em maior ou menor grau, algum tipo de interação com o ambiente que pode deteriorar as suas propriedades químicas, físicas ou mecânicas. Em conseqüência, para se evitar a ocorrência de conseqüências adversas e inesperadas, o comportamento sob degradação de um material não deve ser ignorado.

Os materiais poliméricos, quando expostos aos diversos agentes ambientais, podem apresentar alterações nas cadeias macromoleculares que causam cisão das ligações covalentes, a formação de radicais livres e a geração de ligações cruzadas, o que ocasiona mudanças nas propriedades dos polímeros [CALLISTER JR., 2002].

Os tipos de degradação podem ser classificados conforme o agente de iniciação responsável pela quebra das ligações. A **Tabela 2.1** apresenta uma classificação dos tipos de degradação ambiental, bem como exemplos dos diferentes agentes de iniciação [MANO, BONELLI, 1995].

TAB. 2.1 - Tipos de degradação

Degradação	Agente	Exemplos	
Química	Ar (oxidação)	Atmosfera, ventos	
	Água (hidrólise)	Chuva, mares, rios	
	Produtos químicos	Ácidos, bases, solventes, gases	
Mecânica	Cisalhamento	Processamento de plásticos	
Mecanica	Usinagem		
Térmica	Calor	Sol, processamento de plásticos	
Biodegradação	Microorganismos	Bactérias, fungos	
	Seres superiores	Insetos, roedores	
Fotodegradação (baixa energia)	Radiação luminosa	Luz solar (UV próximo e visível)	
Radiações de alta energia	Radiação corpuscular	Nêutrons, elétrons, produtos de fissão nuclear	
	Radiação eletromagnética		

MANO, BONELLI, 1995

# 2.3.2 DEGRADAÇÃO NA CAVIDADE BUCAL

A cavidade bucal, devido ser um local de passagem de líquidos e de alimentos, apresenta diversos agentes de degradação. Em conseqüência, os materiais dentários estão submetidos a diferentes tipos de solicitação, químicas (contaminação por fluídos, saliva ou água, variação do pH etc.), mecânicas e térmicas, que podem afetar a integridade dos aparelhos ortodônticos.

A boca apresenta, normalmente, estruturas de defesa imunológica e uma flora bacteriana normal. A saliva desempenha um papel importante na cavidade bucal,

pois a presença de eletrólitos na sua composição lhe confere a propriedade de tamponamento; o pH da saliva de adultos situa-se, em condições normais, entre 6,2 e 7,4, em estado levemente ácido, o que auxilia na formação do bolo alimentar e, também, na limpeza das superfícies dentárias. Todavia, com a higiene bucal precária, este equilíbrio pode ser perdido e os ácidos produzidos pelas bactérias na placa dental podem ser responsáveis pela biodegradação dos materiais de determinados componentes ortodônticos [THYLSTRUP, FEJERSKOV, 1988]. Esta degradação pode ocasionar infiltrações, falhas de adesão, microfraturas e cáries secundárias que afetam a integridade da interface dente / bráquete, reduzindo, em conseqüência, a resistência da união bráquete / dente e levando à falha do trabalho dentário.

Na cavidade bucal pode ocorrer, também, degradação mecânica devido ao atrito existente entre os dentes, os materiais dentários e os alimentos ingeridos, o que produz desgaste da forma anatômica normal de um material ou da estrutura dentária. Esta degradação mecânica pode ser resultante de quatro tipos de desgaste: fisiológico, patológico, profilático e de acabamento. O fisiológico é causado por processos que envolvem desgaste por contato, tal como o resultante do contato das partículas do bolo alimentar com as superfícies dos dentes em ambas as arcadas, superior e inferior, durante a mastigação normal; o patológico resulta do atrito entre os dentes da arcada superior com os da inferior, tal como, no bruxismo; o profilático é o que resulta do desgaste abrasivo causado pela escovação inadequada com dentifrício e o de acabamento que representa o desgaste proveniente dos processos de polimento dos dentes usando instrumentos de acabamento [LARSEN-BASSE, 1992].

Pode-se observar, ainda, a ocorrência de degradação química ocasionada pela exposição a produtos químicos como óleos vegetais, ácidos orgânicos e enzimas.

Verifica-se, assim, que o processo de degradação pode produzir modificações nos dentes e nos materiais dentários. As propriedades dos materiais componentes do aparelho ortodôntico, em especial os bráquetes e as resinas adesivas, podem ser alteradas por diversos fatores. Estas alterações são causadas por solicitações mecânicas resultantes da aplicação das forças ortodônticas, trauma produzido pela mastigação de alimentos, processos fisiológicos resultantes de alterações no pH e

na temperatura do ambiente intra-oral e de fatores patológicos, por exemplo, a freqüente presença de placa bacteriana nos elementos dentários e nos bráquetes. Esta degradação das propriedades dos materiais pode afetar o comportamento dos componentes do aparelho ortodôntico modificando, em conseqüência, o seu desempenho.

## 2.4 SISTEMAS ORTODÔNTICOS

# 2.4.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS

O tratamento ortodôntico visa a melhoria da eficiência mastigatória procurandose alcançar, pelo emprego de um aparelho formado por diversos componentes, uma adequada estabilidade e funcionabilidade da posição dentária com uma aparência dento-facial, do ponto de vista da estética, agradável.

Um adequado conhecimento da constituição do dente é importante para que se obtenha uma boa mecânica ortodôntica [WILLIAMS et al., 1997; PROFFIT, FIELDS, 2000]. O dente pode ser dividido em três partes: coroa, polpa e raiz dentária (**Figura 2.9**).



FIG. 2.9 - Estrutura do elemento dentário

A coroa é formada pelo esmalte e pela dentina; o esmalte é a camada mais superficial do dente e envolve a dentina. O esmalte é duro, resistente ao desgaste e protege a dentina que, face a sua maior tenacidade, absorve as tensões externas. O esmalte é constituído, predominantemente, por hidroxiapatita (96% em peso), um material inorgânico a base de fosfato de cálcio cristalino, contornada por uma fina

rede de material orgânico de natureza protéica contendo polissacarídeos e água. O esmalte é translúcido, extremamente resistente e frágil. Apresenta uma espessura que varia de, no máximo, 2,5mm nas superfícies de trabalho até uma borda muito delgada na linha cervical. A cor ao longo da superfície do esmalte varia entre amarelo claro e branco acinzentado, pois depende de como a cor amarela da dentina é transmitida e detectada superficialmente [BHASCAR, 1978].

## 2.4.2 APARELHO ORTODÔNTICO

O aparelho ortodôntico (**Figura 2.10**) é constituído dos seguintes componentes: bráquetes, fios ortodônticos, adesivos, bandas metálicas e elásticos.



FIG. 2.10 - Fotografia de um aparelho ortodôntico, onde podem ser visualizados os bráquetes e o fio ortodôntico

#### **Bráquetes**

O bráquete (**Figura 2.11**) é o componente do aparelho ortodôntico empregado, juntamente com o fio, na correção do posicionamento dos dentes em relação à oclusão. Os bráquetes são colados diretamente nas coroas dos dentes, servindo de apoio para os fios ortodônticos e demais componentes do aparelho ortodôntico. Os bráquetes podem ser fabricados com materiais metálicos, cerâmicos ou poliméricos [WILLIAMS et al., 1997].

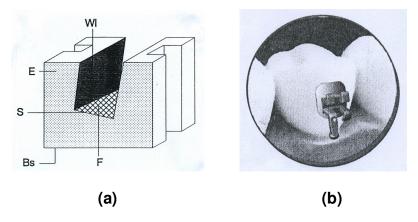


FIG. 2.11 – Bráquete: (a) desenho esquemático: Bs = base; E = lado externo; F = base da canaleta (*slot*); S = aresta; WI = face interna; (b) detalhe da colagem do bráquete ao dente (conjunto dente-bráquete)

## a) Bráquetes metálicos

Os bráquetes metálicos são fabricados, principalmente, com aço inoxidável austenítico dos tipos 304 e 316L, que apresentam 18% de cromo, 8% de níquel e baixa percentagem de C (máximo 0,2%) [CHEVITARESE, RUELLAS, 2005].

Efeitos biológicos, como citotoxidade e alergicidade, associados ao níquel presente nos aços inoxidáveis austeníticos, tem levado ao estudo de outros materiais metálicos, ferrosos ou não, com menores teores de níquel ou sem níquel, visando a redução destes efeitos. Nos ferrosos estudados destacam-se o aço inoxidável 2205 onde o teor de níquel é a metade do encontrado no aço 316L, o qual possui estrutura duplex (austenita + ferrita  $\delta$ ), maior dureza e boa resistência à corrosão *in vitro* e o aço 17-4 PH inoxidável, endurecível por precipitação que apresenta, em relação ao 316L, maior dureza e menor resistência à corrosão [GIOKA et al, 2004]. Os bráquetes metálicos não ferrosos são fabricados com titânio comercialmente puro ou com uma liga de titânio do tipo Ti 6Al 4V [PROFFIT, FIELDS, 2000].

A aparência antiestética dos bráquetes metálicos têm sido um dos principais fatores desmotivadores do uso de aparelhos ortodônticos por parte de adultos. Em conseqüência, os ortodontistas têm sido solicitados, para uma maior satisfação dos seus pacientes, por um maior emprego de bráquetes estéticos ou "invisíveis", que apresentam coloração transparente ou esbranquiçada e são fabricados com materiais cerâmicos ou poliméricos.

### b) Bráquetes cerâmicos

Os bráquetes cerâmicos, que foram introduzidos no mercado em 1986, são produzidos com óxido de alumínio (alumina), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, poli ou monocristalino. Bráquetes de alumina com base de óxido de zircônio (zircônia), Zr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, têm, também, sido fabricados [PROFFIT, FIELDS, 2000]. Os bráquetes de alumina policristalina são os mais empregados, pois a fabricação de um material policristalino é mais fácil do que a produção de um monocristal. A principal diferença entre estes dois materiais está relacionada com a coloração dos mesmos; os bráquetes monocristalinos são mais claros que os policristalinos, que são translúcidos. A resistência à tração depende do acabamento da superfície; pois a ocorrência de defeitos superficiais reduz drasticamente a resistência dos bráquetes cerâmicos [KARAMOUZOS, 1997]. Os bráquetes cerâmicos apresentam elevada dureza, alta rigidez (393MPa), alta resistência à flexão (de 275MPa a 700MPa), baixo alongamento (1%), alta fragilidade, alta resistência a temperaturas elevadas, boa resistência à descolaração e ao manchamento [KARAMOUZOS, 1997; PROFFIT, FIELDS, 2000].

Os cerâmicos, em comparação aos bráquetes de aço, apresentam como vantagens, maiores dureza e resistência ao desgaste (8x maior), e como desvantagens, maiores fragilidade e custo. Outra desvantagem do uso desses bráquetes está relacionada com a sua alta resistência à abrasão, que é superior à do esmalte do dente; o contato do bráquete com o dente produz um alto desgaste no esmalte [WILLIAMS et al., 1997; CALLISTER JR., 2002].

#### c) Bráquetes poliméricos

Os primeiros bráquetes poliméricos foram produzidos, em 1969, por injeção de policarbonato (PC). Nesta mesma época foram fabricados, por moldagem de pós, bráquetes de Plexiglas, designação comercial do poli(metacrilato de metila) (PMMA). A partir da década de 80, houve um considerável interesse no uso dos bráquetes poliméricos, mas, devido a problemas clínicos apresentados, ocorreu um decréscimo sensível na sua popularidade [PROFFIT, FIELDS, 2000; FELDNER et al., 1994]. Os bráquetes poliméricos atualmente utilizados são, na realidade, compósitos de matriz polimérica reforçada por fibras ou partículas, sendo constituídos basicamente por

três componentes, uma matriz orgânica, um material de reforço e um agente de ligação para se obter uma boa união entre a matriz e o reforço (**Figura 2.12**).



FIG. 2.12 – Desenho esquemático de um compósito

Os problemas apresentados pelos bráquetes poliméricos são: ocorrência de manchas, principalmente em pacientes que fumam ou bebem café; baixa resistência mecânica, o que pode ocasionar a fratura do bráquete no tratamento ortodôntico e alto atrito entre o bráquete e o fio dificultando o deslizamento do dente para uma nova posição. Para solucionar estes problemas tem-se procurado reforçar os bráquetes poliméricos pela adição de materiais de reforço, cerâmicos e vidros, e pela inserção de canaletas de aço nos "slots" para reduzir o atrito. Todavia, mesmo reforçados, os atuais bráquetes poliméricos ainda apresentam inconvenientes decorrentes de sua composição polimérica básica, ainda que bem menores que os de gerações anteriores [FELDNER et al., 1994; PROFFIT, FIELDS, 2000].

A colagem dos bráquetes poliméricos aos dentes é realizada com adesivos compósitos à base de metacrilato de metila, sendo recomendado que a base do bráquete seja tratada ou jateada ("microblasting"), visando a obtenção de uma melhor resistência interfacial bráquete-dente [CHEVITARESE, RUELLAS, 2005]. Foi verificado, todavia, que a resistência interfacial de um conjunto bráquete polimérico-dente colado com adesivos à base de metacrilato de metila, mas sem tratamento ou jateamento, atinge valores satisfatórios para os procedimentos clínicos; este resultado mostra que tais procedimentos não são essenciais para a obtenção de adequados sistemas ortodônticos com bráquetes poliméricos [RÊGO et al, 2007].

#### Fios ortodônticos

Os fios ortodônticos têm por finalidade alinhar e nivelar os dentes, tendo assim um papel muito importante na mecânica ortodôntica. A interação mecânica que ocorre entre o fio e as canaletas dos bráquetes influencia o posicionamento dos

dentes determinando a forma global da arcada dentária. O fio ortodôntico, caso seja necessário o uso de elásticos ou molas para se movimentar os dentes ao longo do fio ortodôntico (mecânica de deslizamento), deverá ser capaz de controlar de forma adequada a posição do dente, evitando a ocorrência de inclinações indesejáveis [WILLIAMS et al., 1997].

Um fio para ser considerado de aplicação ortodôntica deve apresentar as seguintes características: biocompatibilidade, estabilidade ambiental, baixo atrito superficial e soldabilidade adequada. Na fase de alinhamento e nivelamento do tratamento ortodôntico é necessário que o fio utilizado apresente elevado efeitomola, baixa rigidez, boa formabilidade e elevada energia armazenada, ao contrário das características desejadas na fase de fechamento de espaço em que é efetuada a mecânica de deslizamento.

Os fios ortodônticos podem ser fabricados com diversos materiais metálicos [KAPILA, SACHDEVA, 1989; WILLIAMS et al., 1997; GURGEL et al., 2001]:

- a) aços inoxidáveis austeníticos, tipos 302L e 304L: são os mais utilizados devido às suas boas propriedades, formabilidade, biocompatibilidade, estabilidade ambiental, rigidez, tenacidade e baixo custo. Os fios de aço inoxidável podem ser produzidos com vários fios com diâmetro muito pequeno, os chamados "multifilamentos", e, nesta forma, têm, em comparação aos fios sólidos de aço com as mesmas dimensões, maior efeito mola e menor rigidez.
- b) ligas cobalto-cromo (Co-Cr): apresentam uma composição química que tem 40% de cobalto, 20% de cromo e outros elementos em menores teores. São manipulados no estado recozido, apresentando, após tratamento térmico, propriedades semelhantes às dos aços.
- c) ligas níquel-titânio (NiTi) estabilizadas: apresentam 52% de níquel, 45% de titânio e 3% de cobalto. São ligas martensíticas, trabalháveis a frio e não apresentam mudança de fase.
- d) ligas níquel-titânio (NiTi) superelásticas e termoativas: conhecidas como Nitinol, têm, basicamente, 50% de níquel e 50% de titânio, e apresentam estrutura austenítica. Esta liga é importante para a biomecânica ortodôntica, pois apresenta, quando aquecida (termoativa) ou sob tensão (superelástica), uma transformação martensítica que produz superelasticidade e efeito de memória de forma. As ligas NiTi apresentam transformação de fase na

temperatura do ambiente bucal (acima de 27°C), que pode produzir, em virtude do efeito de memória de forma, um movimento dentário. Apresentam bom efeito mola, pequena rigidez e baixa formabilidade.

e) **ligas beta-titânio (β Ti)** ou **titânio-molibdênio (TiMo)**, conhecidas como ligas "TMA" (Titanium Molybdenum Alloy), apresentam 79% de titânio, 11% de molibdênio, 6% de zircônio e 4% de estanho. Têm uma adequada combinação de efeito-mola, rigidez, formabilidade e soldabilidade.

Os fios fabricados com as ligas TMA mostram, em relação aos de NiTi, maior dureza, maior coeficiente de atrito e menor rugosidade [GROSGOGEAT et al., 2006].

#### Bandas metálicas

As bandas são utilizadas como base de fixação de diversos tipos de acessórios nos dentes posteriores, podendo, quando necessário, serem utilizadas em dentes anteriores. São fabricadas em aço inoxidável austenítico tipos AISI 302 e 304 [ANUSAVICE, 2005].

#### **Elásticos**

Os elásticos ortodônticos possuem diversas aplicações na mecânica ortodôntica, podendo ser para ligadura, extra-orais e intra-orais. Os elásticos para ligadura são produzidos com poliuretanos, enquanto que os extra-orais e intra-orais são de látex natural. Outros elásticos, em forma de corrente e que possuem memória de forma, são usados no fechamento de espaços, retração de dentes anteriores e tracionamento e podem ser divididos, de acordo com o seu comprimento, em curtos, médios e longos. A composição correta destes elásticos é segredo dos fabricantes, não sendo divulgada [MARTINS, 2006].

#### 2.4.3 ADESIVOS ODONTOLÓGICOS

Historicamente, a fixação dos acessórios ortodônticos à coroa dentária era realizada por meio de um aparelho fixo com bandas em todos os dentes. Este

procedimento apresentava desvantagens, tais como, dificuldade de higienização, complexidade da execução clínica e comprometimento da estética.

O uso da técnica de condicionamento ácido do esmalte e o maior desenvolvimento das resinas adesivas fizeram com que a colagem direta dos bráquetes nos dentes passasse a ser um procedimento ortodôntico rotineiro. O emprego destas técnicas tem uma série de vantagens, como, facilidade na colagem e na remoção dos componentes do aparelho ortodôntico, reduzindo o tempo de atendimento para esses procedimentos, melhores higiene e estética, menor irritação gengival, incluindo mais conforto para o paciente [RIX et al., 2001].

O grande desenvolvimento alcançado pelos adesivos ortodônticos fez com que os mesmos passassem a atender, de uma maneira geral, os requisitos básicos para as aplicações dentárias a que se destinam, tais como, biocompatibilidade, baixo índice de contração, estabilidade térmica e dimensional, resistência à abrasão etc. [SMITH, SHIVAPUJA, 1993]. Todavia, observa-se que o desempenho dos sistemas ortodônticos ainda é influenciado por problemas relacionados com os materiais constitutivos dos componentes do aparelho ortodôntico. Estes problemas, que podem levar à falhas no conjunto dente-bráquete, têm sido associados, principalmente, à degradação por exposição a agentes ambientais existentes na cavidade bucal, tais como, umidade, temperatura e agentes químicos, como, por exemplo, os solventes com níveis variados de pH. Adicionalmente, observa-se a existência de problemas clínicos relacionados ao desgaste, baixa adesividade ao dente e a ocorrência de cáries secundárias.

Os adesivos odontológicos atualmente usados são, basicamente, compósitos constituídos de uma matriz polimérica reticulada, um reforço inorgânico e um agente de ligação.

#### a) Matriz

A matriz promove a transferência da carga aplicada para o reforço e apresenta plasticidade e tenacidade, sendo constituída, na odontologia, de misturas monoméricas altamente reticuláveis. Os materiais mais utilizados como matriz em várias aplicações odontológicas, como preenchimento de cavidades, seladores de fóssulas e fissuras, agentes de união à dentina, adesivos, esmalte, agentes cimentantes de restaurações indiretas em próteses, materiais para faces estéticas

etc., têm sido dimetacrilatos aromáticos, especialmente o 2,2-bis[4-(2-hydroxy-3-methacryloxyprop-1-oxy)phenyl]propane ou dimetacrilato de glicidila bis-fenólico, Bis-GMA, um produto resultante da combinação de resina epoxídica com monômero de metacrilato de metila.

Outros dimetacrilatos, tal como o dimetacrilato de trietileno-glicol (TEGDMA), têm sido misturado com o Bis-GMA, visando modificar suas características.

# Dimetacrilato de glicidila bis-fenólico (Bis-GMA)

A estrutura do Bis-GMA, produto da reação do bisfenol A com o éster do metacrilato de glicidila (GMA), está apresentada na **Figura 2.13**.

FIG. 2.13 - Estrutura do dimetacrilato de glicidila bis-fenólico (Bis-GMA)
FERRACANE. 2006

O Bis-GMA apresenta dificuldades para ser trabalhado, pois é extremamente viscoso devido à rigidez dos anéis fenólicos e à formação de pontes de hidrogênio entre os grupos hidroxila, que causam largas barreiras para a livre rotação das ligações restringindo o escorregamento das cadeias, tornando este monômero altamente viscoso. A alta viscosidade da resina permite que o material mantenha melhor a sua forma e que a sedimentação das partículas de reforço ocorra mais lentamente. Em contrapartida, uma maior viscosidade torna mais difícil a incorporação de partículas de reforço [PEUTZFELDT, 1997].

Em conseqüência, para facilitar a sua utilização na clínica odontológica, o Bis-GMA é usualmente diluído com um monômero de menor viscosidade, usualmente o dimetacrilato de trietileno-glicol (TEGDMA), obtendo-se, desta maneira, um material com maior flexibilidade que permite a incorporação de uma percentagem de carga mais elevada [SÖDERHOLM, MARIOTTI, 1999; KHATRI et al., 2003].

#### Dimetacrilato de trietileno-glicol (TEGDMA)

A **Figura 2.14** mostra a estrutura do dimetacrilato de trietileno-glicol (TEGDMA). A presença das ligações éter (C-O-C) e a fraca interação entre as ligações polares facilitam a livre rotação das ligações, aumentando a flexibilidade molecular e a

probabilidade de interação durante a polimerização, o que resulta em um consumo mais completo das duplas ligações dos grupos dimetacrilatos [PEUTZFELDT, 1997].

FIG. 2.14 - Estrutura do dimetacrilato de trietileno-glicol (TEGDMA)
FERRACANE, 2006

Todavia, a adição de TEGDMA afeta de uma maneira adversa as propriedades da matriz, pois aumenta a sorção de água e a contração de polimerização, contribuindo para o surgimento de tensões locais na interface do material polimérico com a estrutura dentária, que podem provocar o aparecimento de fendas, infiltrações, cáries, etc. [KHATRI et al., 2003]. Nas resinas contendo uma mistura dos monômeros BIS-GMA e TEGDMA pode-se afirmar que, quanto maior a quantidade de BIS-GMA e menor a de TEGDMA, menores serão a conversão e a difusão de radicais para as ligações cruzadas [VENHOVEN, 1993; FEILZER, DAUVILLIER, 2003].

## b) Reforço

O reforço, duro e frágil, é o responsável pela resistência ao desgaste do compósito sendo constituído de partículas inorgânicas que podem ser de sílica (SiO<sub>2</sub>), flúor-silicatos, sílica coloidal, zircônia (Zr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e silicatos de bário (Ba) e estrôncio (Sr) (radiopacos). O quartzo foi o primeiro tipo de carga particulada incorporada às resinas compósitas, sendo, posteriormente, utilizados a sílica coloidal e o vidro de fluorsilicato de alumínio. O empacotamento de partículas depende do tamanho das mesmas, podendo-se alcançar uma melhor arrumação quando se utiliza mais de uma faixa de tamanho na distribuição das partículas na matriz. Quanto menor for o tamanho da partícula, maior será a sua superfície específica, aumentando-se a área total da interface matriz-reforço e, consequentemente, a efetividade da transferência de carga da matriz para o reforço e melhorando as propriedades do compósito. Assim, quanto maior for a quantidade de partículas, melhores serão as propriedades físicas e estéticas do compósito, pois o desgaste e a rugosidade serão menores. Em conseqüência, o emprego de partículas em escala micrométrica e nanométrica produzem compósitos com melhores propriedades.

Desta maneira, um compósito cujo reforço tem um maior número de partículas, que é chamado de "híbrido", tem melhores propriedades mecânicas e estéticas.

#### c) Agente de ligação

O agente de ligação, um silano modificado, tem por finalidade melhorar a adesão entre a matriz e o reforço. Os silanos contêm grupos funcionais que hidrolisam e reagem com as partículas inorgânicas, como também grupos orgânicos insaturados, que reagem com os oligômeros durante a polimerização.

Além desses componentes principais os adesivos apresentam um sistema ativador-iniciador, para iniciar a polimerização da matriz e um inibidor ou estabilizador, normalmente a hidroquinona, para impedir que ocorra uma polimerização espontânea do metacrilato, garantindo, na armazenagem, uma vida mais longa para o adesivo.

Estes materiais também apresentam uma grande concentração de aditivos que são acrescentados para evitar ou controlar a ocorrência de modificações na aparência e/ou nas propriedades, tais como, absorvedores da radiação ultravioleta (UV) que diminuem a degradação por exposição a este tipo de radiação e, consequentemente, reduzem o amarelamento do produto. Adicionalmente, apresentam outros tipos de aditivos que permitem um melhor controle da reação exotérmica possibilitando a moldação antes da cura, que melhoram a resistência do material curado, que reduzem a contração pós-cura pela redução do coeficiente de expansão etc. Estes aditivos são fornecidos, geralmente, sob a forma de pastas [MOSZNER, SALZ, 2001].

Os adesivos ortodônticos podem ser classificados, dependendo do sistema ativador-iniciador, em dois grupos: autopolimerizáveis e fotopolimerizáveis. Os autopolimerizáveis são quimicamente ativados; o iniciador, peróxido de benzoíla, ao ser ativado por uma amina aromática terciária, inicia o processo de polimerização. Nos fotopolimerizáveis, um acelerador gera radicais livres pela ação do ativador. Sob a ação da luz, natural ou artificial, o acelerador, canforoquinona, absorve o ativador e a fotorredução produz radicais livres que se unem às duplas ligações do bis-GMA. A fotorredução da canforoquinona é mais efetiva na faixa de comprimento de onda entre 400nm e 490nm [USÜRMEZ et al., 2005].

#### 2.5 ATRITO

## 2.5.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS [LARSEN-BASSE, 1992]

Resistência passiva é aquela capaz de ocasionar perda de energia mecânica; diversas causas podem ser responsáveis pela perda mecânica, mas de todas elas, a que decorre do atrito é, de um modo geral, a principal.

O atrito tem um papel importante em diversas atividades do nosso cotidiano, principalmente nas indústrias, pois o atrito é responsável pela dissipação e pela perda de energia nas máquinas industriais. A energia perdida devido ao atrito deve ser compensada e mais energia deve ser gasta para se manter o bom funcionamento do maquinário. Foi estimado, nos Estados Unidos, que 10% do petróleo consumido é usado, simplesmente, para compensar as perdas por atrito.

Todavia, em muitos casos, o atrito constitui um elemento desejável, como nos freios em geral, na tração automotora etc. Até algumas de nossas atividades orgânicas mais simples, como o próprio caminhar, seriam impraticáveis sem o auxílio do atrito.

#### 2.5.2 TEORIA E LEIS DO ATRITO

Atrito pode ser definido como a força que se manifesta na superfície de contato entre dois corpos, que impede o movimento ou a tendência de movimento entre esses corpos.

O atrito pode ser estático ou dinâmico. O atrito é chamado estático ou inicial enquanto a força é capaz de impedir o movimento relativo entre os dois corpos em contato. A partir do momento em que ocorre o movimento, a resistência que se manifesta na superfície de contato, é denominado atrito cinético ou dinâmico. De uma maneira simples pode-se afirmar que enquanto não há movimento o atrito é estático; iniciado o movimento tem-se o atrito cinético [FONSECA, 1975].

Os físicos G. Amontouns, C.A. Coulomb e L. da Vinci estabeleceram as quatro leis clássicas do atrito, determinando que a força de atrito é:

- 1<sup>a</sup>) diretamente proporcional à carga (força normal);
- 2<sup>a</sup>) depende da natureza das superfícies em contato;
- 3<sup>a</sup>) independe da área das superfícies em contato; e
- 4<sup>a</sup>) independe da velocidade de deslizamento [LARSEN-BASSE, 1992].

Essas leis não são exatas, mas podem ser consideradas corretas dentro de certos limites, por exemplo, verifica-se que as leis são aplicáveis para velocidades moderadas, isto é, nem muito altas, nem muito baixas. De acordo com a primeira lei do atrito pode-se admitir que as forças de atrito estático e cinético são proporcionais à resultante das ações normais entre as superfícies de contato, podendo-se escrever:

$$F_{at(e)} = \mu_e N e F_{at(c)} = \mu_c N,$$
 EQ. 2.1

onde:

 $\mathbf{F}_{at(e)}$  = força máxima de atrito estático;

 $\mathbf{F}_{at(c)}$  = força de atrito cinético;

**N** = resultante das ações normais;

 $\mu_e$  e  $\mu_c$  = são coeficientes de proporcionalidade, chamados, respectivamente, coeficiente de atrito estático e coeficiente de atrito cinético. O coeficiente de atrito cinético é menor do que o estático ( $\mu_c < \mu_e$ ) [FONSECA, 1975].

Assim, pode-se afirmar que o coeficiente de atrito representa a facilidade que se tem para movimentar um corpo ou a interação mecânica e molecular das superfícies em contato. A força de atrito,  $F_{at}$ , aumenta linearmente com a força aplicada até atingir um valor máximo, a força máxima de atrito estático,  $F_{at(e)}$ . Imediatamente após o início do deslizamento a  $F_{at}$  diminui ligeiramente, atingindo, quando a força externa induz o movimento do corpo, um valor que não varia com a força aplicada, a força de atrito cinética ou dinâmica,  $F_{at(c)}$ . Este comportamento está apresentado, de uma maneira esquemática, na **Figura 2.15** [SEELY et al., 1959].

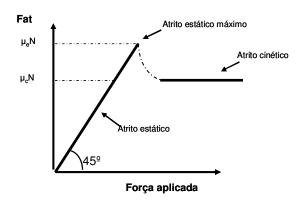


FIG. 2.15 - Variação da força de atrito com a força aplicada ao material

SEELY et al., 1959

É importante ressaltar que a força de atrito não depende apenas da natureza dos corpos em contato, mas, também, de outros fatores como a rugosidade da superfície, a presença ou ausência de óxidos ou impurezas, a existência ou não de lubrificação, etc., dependendo, portanto, das características de cada situação. Em conseqüência, tanto o coeficiente de atrito estático como o de atrito cinético não são constantes, podendo variar de um valor de 0,03 para uma condição de deslizamento muito bem lubrificada até um valor de 0,5 a 0,7 para situações de deslizamento a seco [LARSEN-BASSE, 1992]. A **Tabela 2.2** apresenta alguns valores representativos dos coeficientes de atrito em diversas situações.

TAB. 2.2 - Coeficientes de atrito estático e cinético

Our official and a state	Coeficiente de atrito	
Superfícies em contato	Estático (µ <sub>e</sub> )	Cinético (µ <sub>c</sub> )
Couro sobre madeira	0,43	0,33
Aço sobre aço	0,15	0,09 - 0,03
Aço sobre gelo	0,027	0,014
Madeira sobre madeira	0,54	0,34
Couro sobre carvalho	0,50 - 0,60	0,30 - 0,50
Carvalho sobre carvalho	0,62	0,48

FONSECA, 1975

#### 2.5.3 ATRITO NA ORTODONTIA

A movimentação dentária, no tratamento ortodôntico, só ocorre quando a resistência ao movimento, ou atrito, é vencida. Desta maneira diversos problemas relacionados com o atrito poderão estar presentes em várias fases do tratamento, como durante na retração de caninos, no alinhamento e nivelamento dos dentes, no fechamento de espaço quando o arco desliza pelas canaletas dos bráquetes etc [POWERS, BAYNE, 1992; NISHIO et al., 2004]. Todavia, o atrito só passou a receber a atenção dos ortodontistas a partir de 1960, quando foi observado que a literatura científica dispunha de poucos dados sobre o efeito das forças de atrito (fricção) nos movimentos ortodônticos [BÁGGIO et al., 2007].

A técnica conhecida como "mecânica do deslizamento", é muito utilizada atualmente na Ortodontia. Nesta técnica, o movimento dental é realizado pelo deslizamento do bráquete ao longo do fio ortodôntico que funciona como guia. O mecanismo de deslizamento que produz a movimentação dentária devido ao deslocamento do conjunto dente-bráquete induz forças de atrito entre o bráquete e o fio, no sentido oposto ao do movimento dentário [GROSGOGEAT et al., 2006].

O valor desta força de atrito interfacial é influenciado, direta ou indiretamente, por diversas variáveis, tais como, as características dos bráquetes e dos fios ortodônticos, a ligação do fio com o bráquete, a técnica ortodôntica empregada e os agentes intra-orais. O atrito no conjunto dente-fio, entre o fio e o bráquete e entre o fio e o elástico, dissipa parte da energia de ativação do aparelho ortodôntico, o que provoca uma diminuição na força a ser efetivamente transmitida (ativa) para o movimento dentário, reduzindo a movimentação dentária. Em conseqüência, a redução das forças de atrito irá facilitar a movimentação dos bráquetes e, consequentemente, o deslocamento dos dentes [VAUGHAN et al., 1995; MELING et al., 1997; GROSGOGEAT et al., 2006].

A resistência ao atrito é função das características dos corpos em contato, de interações complexas entre estas variáveis e das condições ambientais que vigoram na cavidade bucal. Assim, no tratamento ortodôntico, a resistência ao atrito interfacial será influenciada pelas características dos materiais utilizados na fabricação dos componentes do conjunto bráquete-fio ortodôntico, bem como pelo seu comportamento no ambiente bucal. Desta maneira pode-se afirmar que a resistência ao deslizamento depende do atrito existente e do modo de união e

encaixe do conjunto bráquete-fio [BERGER, 1990; BAZAKIDOU et al., 1997; CACCIAFESTA et al., 2003].

Por exemplo, a ligadura de aço inoxidável (amarrilho) apresenta, quando comparada à ligadura elástica, uma resistência ao deslizamento cerca de três vezes maior [BAZAKIDOU et al., 1997]. Todavia, em relação ao sistema de autoligação de bráquetes que não necessita de amarração externa, tanto a ligadura elástica como o fio de amarrilho, produzem uma força de atrito muito maior [BERGER, 1990].

Os bráquetes de aço inoxidável com sistema de autoligação, quando combinados a diferentes tipos de fios, apresentam forças de atrito, estática e cinética, inferiores às dos bráquetes tradicionais de aço e às dos bráquetes poliméricos de autoligação, que têm forças de atrito em níveis semelhantes [CACCIAFESTA et al., 2003]. Pode-se concluir, portanto, que a superfície do "slot" de bráquetes poliméricos provoca maior atrito do que a de bráquetes metálicos quando se utiliza o mesmo tipo de encaixe no conjunto bráquete-fio [TSELEPIS et al., 1994].

Os bráquetes fabricados com materiais cerâmicos e poliméricos, em virtude de apresentarem maior atrito que os de aço, são, muitas vezes, dotados de canaletas de metal, visando a redução do atrito sem prejuízo da estética dentária [KARAMOUZOS et al., 1997; THORSTENSON, KUSY, 2003; KUSY, WHITLEY, 2001]. Bráquetes cerâmicos com canaleta metálica apresentam uma resistência ao atrito em um nível semelhante à mostrada pelos bráquetes de aço inoxidável [KUSY, WHITLEY, 2001]. Foi, também, mostrado que o uso de canaletas de metal em bráquetes estéticos, de plásticos, cerâmicos ou compósitos, não resulta, quando comparado com os mesmos tipos de bráquetes sem canaleta metálica, em uma melhora considerável no deslizamento de um fio de aço inoxidável [THORSTENSON, KUSY, 2003].

É importante destacar que o tipo de material utilizado na fabricação dos fios ortodônticos também influencia o atrito existente no conjunto bráquete-fio. Os fios de ligas  $\beta$  Ti e NiTi apresentam maiores forças de fricção que os fios de aço inoxidável e os de ligas CoCr [VAUGHAN et al., 1995]. Os fios de  $\beta$ Ti têm, em relação aos de aços, uma mecânica do deslizamento menos eficiente. Os fios de Nitinol e de TMA produzem forças de atrito superiores às dos fios de aço,

respectivamente, duas e cinco vezes maiores. A resistência à fricção geralmente aumenta com as dimensões dos fios; o atrito nos fios de seção retangular é, geralmente, maior do que nos fios de seção circular. As condições de trabalho, tais como os valores de angulação e de torque, influenciam, também, a mecânica do deslizamento; em pequenos valores de angulação e de torque, a movimentação dos dentes é, principalmente, governada pelo atrito, enquanto que, nas maiores angulações, o modo de união e de encaixe do conjunto bráquete-fio têm uma maior influência [TIDY, 1989; PRATTEN, 1990; ZUFALL, 1998; MICHELBERGER et al., 2000].

Nas **Tabelas 2.3** e **2.4** estão apresentados valores de coeficientes de atrito para diferentes combinações de bráquetes com fios ortodônticos.

TAB. 2.3 - Valores do coeficiente de atrito estático para combinações de bráquetes de aço inoxidável e de liga βTi com fios ortodônticos de aço inoxidável e de liga βTi

Bráquetes	Fio ortodôntico (0.016"X0.022")	Coeficiente de atrito estático (µ <sub>e</sub> )
Aço inoxidável	Aço inoxidável	0,173
	Liga βTi	0,247
Liga RTi	Aço inoxidável	0,255
Liga βTi	Liga βTi	0,441

MICHELBERGER et al., 2000

TABELA 2.4 – Valores do coeficiente de atrito dinâmico para combinações de bráquetes de aço inoxidável e de alumina com fios ortodônticos de aço inoxidável e de ligas βTi e NiTi

Bráquetes	Fios ortodônticos			
	Aço inoxidável	Liga βTi	Liga NiTi	
Aço inoxidável	0,24	0,37	0,39	
Alumina monocristalina	0,25	0,42	0,52	
Alumina policristalina	0,24	0,52	0,54	

ELIAS, LOPES, 2007

Outro problema a ser considerado no tratamento ortodôntico refere-se à chamada "perda de ancoragem", onde os dentes que são utilizados como ancoragem para permitir o movimento de outros dentes, tornam-se propensos a se deslocarem. Pode ocorrer perda de ancoragem quando a força de atrito interfacial resultante das forças aplicadas impede o movimento dos dentes; neste caso a solução será diminuir a força aplicada reduzindo a resistência ao atrito para se evitar que os esforços sobre os dentes de ancoragem provoquem a sua movimentação [POWERS, BAYNE, 1992; PROFFIT, FIELDS, 2000]. Em conseqüência, quando a ancoragem é crítica, a seleção da combinação bráquete - fio ortodôntico a ser empregada no tratamento ortodôntico pode ser uma consideração importante [TSELEPIS et al., 1994].

Adicionalmente deve-se considerar que os tecidos apresentam uma resposta biológica aos movimentos dentários produzidos pelo deslocamento dos bráquetes. A quantificação da força a ser aplicada nos dispositivos ortodônticos para se obter uma adequada movimentação dentária exige que se tenha uma boa avaliação do valor da força de atrito no sistema ortodôntico considerado. Assim, ao se utilizar forças abaixo da taxa ótima necessária para o movimento dentário pode resultar em um sistema ortodôntico menos eficiente, porém ao se empregar uma força acima desse limite, na tentativa de compensar o atrito desconhecido, corre-se o risco de efeitos colaterais como: reabsorção dentária, perda de osso alveolar, dor e mobilidade dentária [PROFFIT, FIELDS, 2000].

Um melhor conhecimento das forças de atrito entre o bráquete e o fio é essencial para se alcançar um adequado movimento dentário e uma adequada resposta biológica, tendo-se sempre em mente que a técnica ortodôntica mais eficiente é aquela que atinge os seus objetivos produzindo um mínimo de efeitos deletérios no sistema periodontal. Deve-se, ainda, considerar que quanto menor o coeficiente de atrito, menor é a magnitude da força necessária à realização do movimento dentário, o tempo de tratamento ortodôntico, a perda de ancoragem e a possibilidade de se ter respostas teciduais indesejáveis. Todavia, a grande quantidade de variáveis presentes no tratamento ortodôntico faz com que, em situações clínicas, seja muito difícil a determinação acurada da resistência ao atrito.

#### **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

Nesta Dissertação de Mestrado foi estudado o comportamento sob atrito de um conjunto dente-bráquete polimérico-fio de aço inoxidável, após sua exposição a agentes ambientais *in vitro* que simularam as condições existentes na cavidade bucal, estando os equipamentos, materiais e métodos utilizados no trabalho descritos nos itens a seguir.

#### 3.1 EQUIPAMENTOS

Foram empregados, além da aparelhagem e vidraria comuns a laboratórios de pesquisa e a consultórios odontológicos, os seguintes equipamentos e ferramentas:

- Alicate 139 de aço inoxidável (1).
- Alicate de corte distal 003-701 Premium-line<sup>TM</sup> marca Dentaurum (1).
- Analisador térmico marca Shimadzu, série TA-50, modelo TGA-50, controlado por computador <sup>(2)</sup>.
- Analisador térmico marca Shimadzu, série TA-50, modelo DSC-50, controlado por computador <sup>(2)</sup>.
- Balança digital marca Bioprecisa<sup>®</sup> modelo FA2104N, precisão de 0,1mg <sup>(2)</sup>.
- Broca diamantada, marca KG Sorensen, modelo 2200 <sup>(1)</sup>.
- "Caneta" de alta rotação marca Kavo (1).
- Condensador n°2 marca Duflex<sup>(1)</sup>.
- Contra-ângulo marca Kavo (1).
- Cromatógrafo de alta performance (HPLC) marca Varian, modelo 9050 (2).
- Cureta periodontal marca Duflex (1)
- Equipamento, tipo banho maria, marca Quimis<sup>®</sup>, modelo Q334M <sup>(2)</sup>.

- Equipo odontológico marca Dabi-Atlante <sup>(1)</sup>.
- Espectrômetro no infravermelho marca Shimadzu, modelo IR Prestige-21 (3).
- Fotopolimerizador marca Gnatus, modelo Optilight Plus (1).
- Máquina de ensaios universal marca EMIC, modelo DL 10000, controlada por computador <sup>(2)</sup>.
- Microscópio eletrônico de varredura (MEV) marca JEOL, modelo JSM 5800LV (2).
- Micro-motor marca Kavo (1).
- Pinça porta bráquete marca Morelli (1).
- Rugosímetro digital marca Mitutoyo, modelo SJ-201 (4).
- (1) Consultório dentário particular, Rio de Janeiro, RJ.
- (2) Instituto Militar de Engenharia IME, Rio de Janeiro, RJ.
- (3) Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas CBPF, Rio de Janeiro, RJ.
- (4) Arsenal de Guerra do Rio de Janeiro AGR, Rio de Janeiro, RJ.

#### 3.2 MATERIAL EMPREGADO

Os materiais, dentes, bráquetes, fios ortodônticos e adesivos, utilizados no conjunto dente-bráquete polimérico-fio de aço inoxidável estão apresentados a seguir:

a) Dentes: Foram utilizados 60 dentes sisos permanentes de humanos, direitos e esquerdos, recém extraídos por indicações diversas. Foram empregados no trabalho apenas dentes hígidos, eliminando-se os que apresentaram quaisquer imperfeições, tais como coroas defeituosas, descalcificação, trincas e fraturas na superfície coronária.

Os dentes, após extração, foram limpos com gaze e cureta periodontal, lavados com soro fisiológico e armazenados em água destilada sob refrigeração, por, no máximo, 6 (seis) meses [NASSIF et al., 2003].

**b) Bráquetes:** foram utilizados 60 bráquetes tipo Morelli Composite<sup>®</sup> (Dental Morelli Ltda, Sorocaba, SP), os quais foram adquiridos em loja de materiais dentários (dental) no Rio de Janeiro.

Os bráquetes (**Figura 3.1**) são do tipo estético, sendo fabricados em material compósito, matriz de policarbonato reforçada com fibra de vidro (70% / 30% em volume), com as seguintes prescrições: sistema Roth, dimensões da canaleta de 0.022"x 0.030", angulação na peça de 0º e torque na base de -17º [MORELLI, 2007].



FIG. 3.1 - Fotografia do bráquete tipo Morelli Composite<sup>®</sup> utilizado no estudo

Os bráquetes são produzidos por injeção a partir de grânulos (*pellets*) de policarbonato do tipo Durolon que apresenta aditivos em uma porcentagem inferior a 0,5%, em peso (Policarbonato do Brasil S.A., Camaçari, Bahia).

Na **Figura 3.2** estão mostradas microfotografias, por MEV, da superfície de fratura criogênica do bráquete, onde podem ser identificados a matriz de PC e o reforço de fibra de vidro (**Figuras 3.2a** e **3.2b**) e a base do bráquete (**Figura 3.2c**).

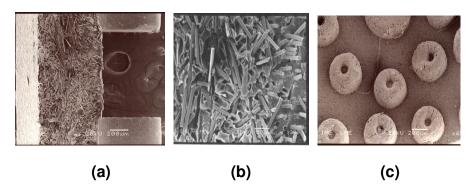


FIG. 3.2 - Microfotografias, por MEV, de um bráquete tipo Morelli Composite<sup>®</sup>:

(a) aspecto da superfície de fratura do bráquete na zona da canaleta; (b)

detalhe de "a"; (c) base do bráquete

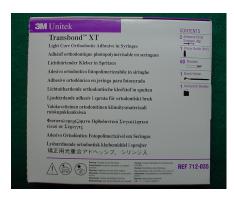
- c) Fios ortodônticos: foi utilizado um fio de aço inoxidável com seção retangular de 0.017"x 0.025", fornecido sob a forma de varetas com 360mm de comprimento, fabricado pela empresa Dental Morelli Ltda (Sorocaba, SP) [MORELLI, 2007].
- d) Adesivos: para a colagem dos bráquetes foram empregados 2 (dois) tipos de adesivos comerciais, Fill Magic Ortodôntico (nacional) e Transbond XT (importado), que são compósitos de uso ortodôntico fotopolimerizáveis.

O **Fill Magic Ortodôntico**, produzido pela empresa Vigodent S/A Indústria e Comércio (Rio de Janeiro, RJ, Brasil), é um compósito formado pela mistura do monômero Bis-GMA com TEGDMA, ácido metacrílico e carga de flúor silicato, sendo fornecido em uma embalagem com 3 (três) seringas contendo o adesivo e 1 (uma) seringa com o ácido fosfórico a 37% (**Figura 3.3**) [Vigodent, 2007].



FIG. 3.3 - Fotografia da embalagem da resina Fill Magic Ortodôntico: (a) vista externa; (b) vista interna

O **Transbond XT**, produzido pela empresa 3M Unitek (Monrovia, Califórnia, USA), é, também, um compósito formado pela mistura de dois monômeros, Bis-GMA e TEGDMA reforçada por cargas de hexafluoreto de fósforo e quartzo, tendo sido fornecido em uma embalagem constituída de 2 (duas) seringas com adesivo, um frasco com o umidificador ("primer") e 1 (uma) seringa com ácido fosfórico a 37% (**Figura 3.4**) [3M Unitek, 2007].





(a) (b)

FIG. 3.4 - Fotografia da embalagem da resina Transbond XT: (a) vista externa; (b) vista interna

## 3.3 PREPARO DO CONJUNTO DENTE-BRÁQUETE

Para o estudo foram preparados 2 tipos de amostras, a saber:

- (a) Filmes de cada tipo de resina, preparados conforme as instruções dos fabricantes [Vigodent, 2007; 3M Unitek, 2007], para serem usados como "testemunho" nos ensaios físico-químicos; e
- (b) Corpos de prova para o ensaio de atrito constituídos por conjuntos dentebráquete polimérico-fio ortodôntico de aço inoxidável.

A preparação dos corpos de prova para o ensaio de atrito (conjunto dentebráquete-fio) foi realizada em três fases, a saber: (i) preparo do conjunto dentebráquete; (ii) exposição aos agentes ambientais e (iii) preparo do conjunto dentebráquete-fio.

#### 3.4 PREPARO DOS FILMES "TESTEMUNHO" DAS RESINAS

Para a confecção dos filmes "testemunho" de cada tipo de resina, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, foi utilizada uma matriz metálica com 25mm de diâmetro e 2mm de espessura tendo uma cavidade central com diâmetro de 10mm (**Figura 3.5**).



# FIG. 3.5 – Fotografia da matriz metálica utilizada na preparação dos filmes "testemunho" das resinas

Foram fabricados 18 (dezoito) filmes "testemunho" para cada tipo de resina (**Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT**), conforme o seguinte procedimento:

- a) a matriz metálica foi colocada sobre uma placa de vidro e a sua cavidade central foi lubrificada com vaselina:
- b) cada resina, após ter sido depositada na cavidade da matriz, foi compactada com o auxílio de um condensador Duflex n° 2; em um único incremento;
- c) foi exercida, com o auxílio de uma lâmina de vidro colocada sobre a matriz, uma pressão manual sobre a mesma para a retirada do excesso de material e a obtenção de filmes com superfícies planas;
- d) em seguida foi realizada a polimerização do filme utilizando-se um aparelho fotoativador marca Gnatus, modelo Optilight Plus, com ponteira condutora de luz de 10mm de diâmetro. A fotoativação foi realizada pela exposição, de cada face do filme, a uma luz halógena com um comprimento de onda de, aproximadamente, 460nm, durante 40 segundos, totalizando um tempo de polimerização de 80 segundos; e
- e) os filmes foram extraídos da matriz e armazenados em recipientes cilíndricos tampados, de cor preta, impedindo a penetração de luz.

#### 3.5 PREPARO DOS CONJUNTOS DENTE-BRÁQUETE POLIMÉRICO

O preparo do conjunto dente-bráquete polimérico foi realizado em 4 (quatro) etapas, profilaxia, condicionamento ácido, colagem do bráquete no dente e polimerização, a seguir descritas:

- a) Profilaxia: realizada por meio de uma limpeza mecânica úmida da superfície de cada dente, especialmente na região de colagem dos bráquetes, empregandose ferramentas de pedra pome e "taça de borracha", acionadas por um motor de baixa rotação, durante 10 segundos. Após cada limpeza o dente foi lavado por 10 segundos e seco por, também, 10 segundos.
- b) Condicionamento ácido do dente: a região de colagem dos bráquetes, após a limpeza, foi condicionada (tratamento químico do esmalte dos dentes), conforme os procedimentos ortodônticos usuais e as recomendações dos fabricantes das resinas, com ácido fosfórico a 37% sob a forma de gel, por 15 segundos, seguido de lavagem com água por 10 segundos e secagem por 10 segundos [CHEVITARESE, RUELLAS, 2005; VIGODENT, 2007; 3M UNITEK, 2007].

A **Figura 3.6** mostra os procedimentos acima descritos, que são comuns aos dois tipos de resina, **Fill Magic Ortodôndico** e **Transbond XT**.

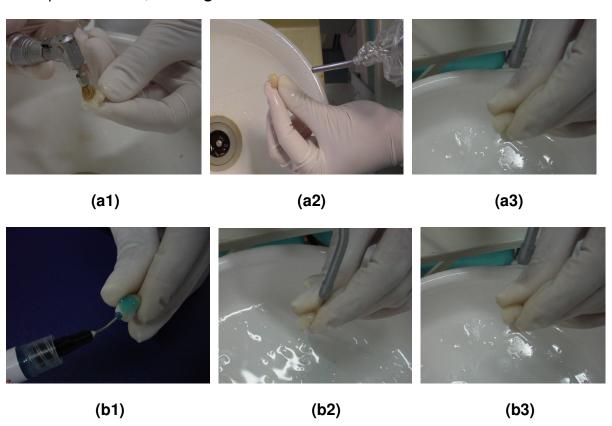


FIG. 3.6 - Procedimentos para o preparo do conjunto dente-bráquete, comuns aos dois tipos de resinas: (a) profilaxia: (a1) limpeza mecânica; (a2) lavagem; (a3) secagem; (b) condicionamento ácido: (b1) aplicação do ácido fosfórico a 37%: (b2) lavagem; (b3) secagem

- c) Colagem dos bráquetes nos dentes: foi realizada, após o condicionamento ácido do dente, na área mais convexa e central da face vestibular de cada dente, de acordo com as recomendações dos fabricantes dos adesivos. A colagem do bráquete no dente, conforme o tipo de adesivo, foi realizada considerando as seguintes etapas:
  - c1) Fill Magic Ortodôntico: aplicação da resina Fill Magic na base do bráquete seguido do posicionamento do bráquete na superfície do dente;
  - **c2) Transbond XT**: aplicação de uma camada fina e uniforme do umidificador ("primer") na superfície do dente, aplicação do adesivo Transbond XT na base do bráquete, posicionamento do bráquete na superfície do dente.
- d) Polimerização da resina: realizada por exposição a uma luz halógena com comprimento de onda de, aproximadamente 460ηm, empregando-se um fotopolimerizador marca Gnatus, modelo Optilight Plus. A polimerização de cada tipo de adesivo foi realizada de acordo com o seguinte:
  - **d1) Fill Magic Ortodôntico**: efetuada segundo duas incidências distintas, uma pela região cervical do dente e outra pela região oclusal do dente, por 20 segundos em cada uma, totalizando 40 segundos de polimerização;
  - d2) Transbond XT: realizada, também, segundo duas incidências, ambas na região oclusal do dente, a primeira incidindo do centro para a lateral esquerda do bráquete e a segunda, do centro para a lateral direita do bráquete, por 20 segundos em cada uma, totalizando 40 segundos de polimerização.

A **Figura 3.7** mostra estes dois procedimentos do processo de colagem do bráquete no dente com as resinas **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**.

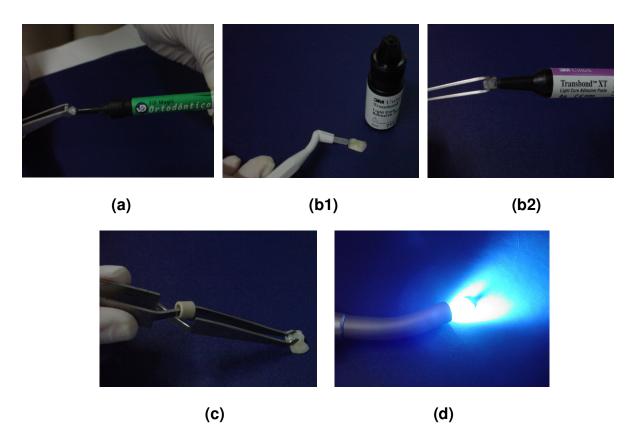


FIG. 3.7 - Procedimentos para o preparo do conjunto dente-bráquete: (a) aplicação da resina Fill Magic Ortodôntico na base do bráquete; (b) aplicação da resina Transbond XT: (b1) aplicação do "primer" na superfície do dente; (b2) aplicação da resina na base do bráquete; (c) posicionamento do bráquete na superfície do dente; (d) polimerização da resina com a luz halógena

Desta maneira, foram obtidos 60 (sessenta) conjuntos dente-bráquete polimérico divididos em 2 (dois) grupos de avaliação, conforme o tipo de adesivo empregado (**Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**), cada um com 30 (trinta) conjuntos.

# 3.6 EXPOSIÇÃO AOS AGENTES AMBIENTAIS

Os conjuntos dente-bráquete, bem como os filmes "testemunhos" preparados com as resinas, foram imersos, por 20 dias, em um equipamento com circulação forçada, tipo banho-maria, marca Quimis<sup>®</sup>, modelo Q334M (**Figura 3.8**), contendo os agentes ambientais (saliva artificial e solução ácida) na temperatura de 37ºC.



FIG. 3.8 - Fotografias do equipamento com circulação forçada, tipo banho-maria, marca Quimis<sup>®</sup>, modelo Q334M: (a) vista superior; (b) vista frontal

# 3.6.1 IMERSÃO DOS CONJUNTOS DENTE-BRÁQUETE NA SALIVA ARTIFICIAL (ENVELHECIMENTO POR IMERSÃO EM SALIVA ARTIFICIAL)

Os conjuntos dente-bráquete, 10 colados com Fill Magic Ortodôntico e 10 colados com Transbond XT, e os filmes "testemunhos" foram imersos em saliva artificial nas condições descritas no **Item 3.6**. A saliva, manipulada pela Farmácia da UFRJ, apresenta a seguinte composição: cloreto de potássio (0,96g), cloreto de sódio (0,674g), cloreto de magnésio (0,0408g), cloreto de cálcio (0,1168g), bifosfato de potássio (0,274g), carboximetilcelulose sódica "grade" 70D (8g), sorbitol solução a 70% (24g), nipagin (1g) e água destilada q.s.p. (1000ml).

# 3.6.2 IMERSÃO DOS CONJUNTOS DENTE-BRÁQUETE NA SOLUÇÃO ÁCIDA (ENVELHECIMENTO POR IMERSÃO EM SOLUÇÃO ÁCIDA)

Os conjuntos dente-bráquete, 10 colados com **Fill Magic Ortodôntico** e 10 colados com **Transbond XT**, e os filmes "testemunhos" foram imersos em uma solução de ácido clorídrico com pH variando entre 5,0 e 5,5 nas condições descritas no **Item 3.6**.

# 3.7 MÉTODOS DE AVALIAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO

O fio ortodôntico, o bráquete compósito, os filmes "testemunho" e os corpos de prova, conjuntos dente-bráquete-fio, antes e após envelhecimento, foram caracterizados, por meio de ensaios físico-químicos, ensaios mecânicos e análise microscópica.

# 3.7.1 CARACTERIZAÇÃO DO FIO ORTODÔNTICO DE AÇO INOXIDÁVEL

O fio ortodôntico de aço inoxidável com seção retangular de 0,017"x 0,025" da Dental Morelli Ltda. foi caracterizado por meio de espectroscopia de dispersão de energia (EDS) e ensaios mecânicos (tração e microdureza Vickers), tendo o seu o acabamento superficial sido avaliado por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

# 3.7.1.1 ESPECTROSCOPIA DE DISPERSÃO DE ENERGIA (EDS)

A análise por espectroscopia de dispersão de energia (EDS) foi realizada em um equipamento marca Noran, acoplado a um microscópio eletrônico de varredura, marca Jeol, modelo JSM 5800LV, visando determinar a composição química qualitativa do fio de aço inoxidável. Foi analisada a superfície de uma amostra retirada, por corte mecânico, do fio em vareta.

# 3.7.1.2 ENSAIO DE TRAÇÃO

O ensaio de tração do fio ortodôntico foi executado, na velocidade de 2,0mm/min, em uma máquina universal de ensaios, marca Emic, modelo EMIC DL10000, segundo a norma ASTM E8 [NORMA ASTM E8, 2000], na temperatura ambiente. Foi ensaiado um corpo de prova, fio em vareta com seção transversal de

0.017"x 0.025" e 360mm de comprimento, determinando-se a resistência à tração e o alongamento.

#### 3.7.1.3 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado, na temperatura ambiente, em um microdurômetro Buehler, modelo Micromet 2003, segundo a norma ASTM E384 [NORMA ASTM E384, 1999], empregando-se uma carga de 200g que foi aplicada no material por 15 segundos. Foram realizadas, na superfície do fio ortodôntico, 05 (cinco) impressões, calculando-se um valor médio de dureza para o fio ortodôntico.

### 3.7.1.4 AVALIAÇÃO DO ACABAMENTO SUPERFICIAL

A avaliação do acabamento superficial do fio ortodôntico foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura, marca Jeol, modelo JSM 5800LV pela observação direta da topografia superficial de uma amostra retirada, por corte mecânico, do fio em vareta.

# 3.7.2 CARACTERIZAÇÃO DO BRÁQUETE COMPÓSITO DE POLICARBONATO

Foi determinada a quantidade do material de reforço do bráquete compósito, que foi, ainda, caracterizado, antes e após envelhecimento, por meio de ensaios físico-químicos (espectroscopia na região do infravermelho, FTIR, termogravimetria, TGA, e calorimetria diferencial de varredura, DSC) e ensaio de midrodureza Vickers.

## 3.7.2.1 DETERMINAÇÃO DA QUANTIDADE DO MATERIAL DE REFORÇO

A quantidade do material de reforço (fibra de vidro) do bráquete compósito foi determinada dissolvendo-se a sua matriz (policarbonato) em clorofórmio, tendo sido empregado o seguinte procedimento:

- a) seleção de uma amostra constituída por 6 (seis) bráquetes compósitos escolhidos aleatoriamente;
- b) pesagem da amostra formada pelos bráquetes, utilizando-se uma balança digital marca Bioprecisa<sup>®</sup>, modelo FA2104N;
- c) pesagem, na mesma balança digital, de um filtro de papel;
- d) pesagem, na mesma balança digital, do conjunto amostra e filtro de papel;
- e) imersão da amostra, por 24 horas, em, aproximadamente, 100ml de clorofórmio PA, empregando-se um recipiente de vidro com tampa, procurando-se obter a completa dissolução da matriz de policarbonato;
- f) filtragem do clorofórmio após as 24 horas, utilizando-se o filtro de papel que havia sido previamente pesado com a amostra;
- g) pesagem, após a sua completa secagem, do filtro de papel com o material não dissolvido pelo clorofórmio, na balança digital marca Bioprecisa<sup>®</sup>, modelo FA2104N;
- h) cálculo da percentagem do material de reforço, após dissolução da matriz de policarbonato, utilizando-se a fórmula [WATANABE, 2004]:

$$R(\%) = [(M_{A+F} - M_F) / (M_A)] \times 100,$$
 EQ. 3.1

onde:

R (%) = percentual do material de reforço (fibra de vidro);

M<sub>A+F</sub> = massa da amostra com o filtro, após a dissolução em clorofórmio;

 $M_F$  = massa do filtro; e

M<sub>A</sub> = massa da amostra, antes da dissolução em clorofórmio.

## 3.7.2.2 ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (FTIR)

A espectroscopia na região do infravermelho (FTIR) da matriz de policarbonato (PC) do bráquete compósito foi executada em um espectrômetro Shimadzu, modelo IR Prestige-21, na região de 4000-400 cm<sup>-1</sup>, com resolução de 4cm<sup>-1</sup> e 128 varreduras, em cada ensaio, empregando-se a técnica da pastilha de KBr. Os espectros de IR foram processados em um gerenciador de dados IR Solution, analisando-se as modificações ocorridas em absorções características do policarbonato. As variações estruturais resultantes da imersão do bráquete nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, foram avaliadas calculando-se, antes e após envelhecimento, um índice de oxidação (IO), que representa a quantidade de grupos carbonila não voláteis presentes na amostra. O IO, uma relação entre a área da banda de 1771cm<sup>-1</sup>, referente ao estiramento da carbonila, e a área da banda de 758cm, referente à deformação angular (flexão fora do plano) da ligação C-H do anel aromático, que não deve se alterar com o envelhecimento, foi calculado para o PC conforme a fórmula abaixo [ARAÚJO et al., 1998]:

IO (%) = 
$$(A_{1771} / A_{758}) \times 100$$
 EQ. 3.2

onde:

IO (%) = índice de oxidação em percentagem;

 $A_{1771} = absorção em 1771cm^{-1}; e$ 

 $A_{758}$  = absorção em 758cm<sup>-1</sup>.

Para a identificação das bandas no espectro de IR foram consideradas a região entre 1771cm<sup>-1</sup> e 1774cm<sup>-1</sup> para a banda de 1771cm<sup>-1</sup> e a região entre 756cm<sup>-1</sup> e 767cm<sup>-1</sup> para a banda de 758cm<sup>-1</sup>.

# 3.7.2.3 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) foi realizada em analisador térmico Shimadzu, série TA-50, modelo TGA-50, dispondo de um par termoelétrico de cromel-alumel. A calibração do termopar foi realizada com alumel ( $T_m = 163^{\circ}C$ ), Níquel ( $T_m = 354^{\circ}C$ ) e Perkalloy ( $T_m = 596^{\circ}C$ ). As amostras foram submetidas, sob

nitrogênio, a um ciclo de aquecimento com a temperatura variando de 30ºC a 700ºC na velocidade de 20ºC/min.

Foram determinadas as temperaturas de início de perda de massa e de decomposição máxima, obtida pelo "pico" de máxima intensidade na primeira derivada da curva termogravimétrica (DTG), bem como a perda de massa em porcentagem.

#### 3.7.2.4 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

A calorimetria diferencial de varredura (DSC) foi realizada em um equipamento Shimadzu, série TA-50, modelo DSC-50, calibrado com Índio, tendo um sistema computadorizado de análise de acordo com a norma ASTM D3417 [NORMA ASTM D3417, 1999]. As amostras foram submetidas, sob um fluxo de nitrogênio, a um duplo ciclo de aquecimento/resfriamento de 30°C a 300°C na taxa de 10°C/min.

Foi determinada a temperatura de transição vítrea do policarbonato, antes e após envelhecimento, de acordo com a norma ASTM D3418 [NORMA ASTM D3418, 2003].

#### 3.7.2.5 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

O ensaio de microdureza Vickers do bráquete polimérico foi realizado, antes e após envelhecimento e antes e após o ensaio de atrito, em um microdurômetro Buehler, modelo Micromet 2003, na temperatura ambiente, segundo a norma ASTM E384 [NORMA ASTM E384, 1999]. Foi empregada uma carga de 100g aplicada por 15 segundos, tendo sido realizadas, na superfície do material, 05 (cinco) impressões, calculando-se um valor médio de dureza para cada condição do bráquete.

# 3.7.3 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES "TESTEMUNHO" E DOS CONJUNTOS DENTE-BRÁQUETE-FIO

Amostras das resinas adesivas, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, não polimerizadas e polimerizadas, retiradas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface dos conjuntos dente-bráquete foram caracterizadas, antes e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida. Foram realizados os seguintes ensaios físico-químicos: determinação do grau de reticulação, espectroscopia na região do infravermelho (FTIR), análise termogravimétrica (TGA), calorimetria diferencial de varredura (DSC) e análise por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC).

Os filmes "testemunho" das resinas foram, ainda, caracterizados, antes e após envelhecimento, por meio do ensaio de microdureza Vickers.

Corpos de prova, conjuntos dente-bráquete-fio, foram submetidos a um ensaio de atrito onde foi determinado, para cada condição do material, antes e após envelhecimento, o coeficiente de atrito estático. A rugosidade da superfície da canaleta do bráquete, antes e após o ensaio de atrito, foi caracterizada por meio de um rugosímetro digital e por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

# 3.7.3.1 DETERMINAÇÃO DO GRAU DE RETICULAÇÃO

Foi calculada a percentagem de gel dos filmes "testemunho" das resinas, considerada como o grau de reticulação dos adesivos ortodônticos, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**. A percentagem de gel das resinas, antes e após envelhecimento, foi determinada pela dissolução das mesmas em uma solução aquosa de etanol [FERRACANE, 2006]. Foi realizado o seguinte procedimento:

- pesagem das amostras, utilizando-se uma balança digital marca Bioprecisa<sup>®</sup>, modelo FA2104N;
- 2) imersão das amostras em uma solução de etanol em água, 75/25 (v/v), por 24 horas;

- 3) secagem das amostras por 48 horas na temperatura ambiente;
- 4) pesagem das amostras secas na balança digital;
- secagem adicional das amostras por mais 24 horas, até que não houvesse variação de sua massa, garantindo, desta maneira, a secagem completa das amostras;
- 6) nova pesagem das amostras; e
- 7) determinação da percentagem de gel utilizando-se a seguinte fórmula [ELZUBAIR et al., 2003]:

Gel (%) = 
$$(M_s / M_o) \times 100$$
, EQ. 3.3

onde:

Gel (%) = percentual de gel da resina considerada como o grau de reticulação do adesivo;

M<sub>s</sub> = massa da amostra de resina seca (após a 2ª secagem); e

M<sub>o</sub> = massa inicial da amostra de resina.

## 3.7.3.2 ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (FTIR)

A espectroscopia na região do infravermelho (FTIR) foi executada em um espectrômetro Shimadzu, modelo IR Prestige-21, na região de 4000-400 cm<sup>-1</sup>, com resolução de 4cm<sup>-1</sup> e 128 varreduras, em cada ensaio, empregando-se a técnica da pastilha de KBr. Os espectros de IR, antes e após polimerização, foram processados em um gerenciador de dados IR Solution, analisando-se as modificações ocorridas em absorções características das resinas. As variações estruturais resultantes da polimerização e do envelhecimento foram avaliadas calculando-se, respectivamente, um grau de conversão (GC) e um índice de degradação (ID).

#### Grau de conversão (GC)

O grau de conversão (GC) representa a quantidade das ligações duplas de carbono que foram consumidas no processo de polimerização que, nos compósitos

a base de Bis-GMA, representa a percentagem do grupo metacrilato que foi polimerizado.

O GC foi calculado pela relação entre o "pico" alifático C=C em 1638cm<sup>-1</sup>, que correspondente ao grupamento metacrilato, e o "pico" aromático C=C em 1608cm<sup>-1</sup>, que permanece constante durante a polimerização, de acordo com a fórmula abaixo [MATINLINNA et al., 2005; VÄKIPARTA et al., 2006]:

GC (%) = 
$$\{1 - [(A_{AI(P)} / A_{Ar(P)}) / (A_{AI(NP)} / A_{Ar(NP)})]\} \times 100$$
, EQ. 3.4

onde:

GC (%) = grau de conversão em percentagem;

A<sub>Al</sub> = absorção em 1638cm<sup>-1</sup> ("pico" alifático);

A<sub>Ar</sub> = absorção em 1608cm<sup>-1</sup> ("pico" aromático);

(NP) = antes da polimerização; e

(P) = após a polimerização.

#### Índice de degradação (ID)

A quantidade de duplas ligações vinílicas que permanecem após a polimerização está relacionada com a intensidade do "pico" em 1637cm<sup>-1</sup>, que corresponde a deformação axial da dupla ligação de carbono (C=C "stretching") do grupo vinílico, e com a do "pico" em 816cm<sup>-1</sup> que é referido a deformação angular da dupla ligação de carbono (C=C "twisting") [SIDERIDOU et al., 2002]. Em conseqüência, visando avaliar, de uma maneira quantitativa, o efeito da imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, sobre os adesivos, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, arbitrou-se um parâmetro, que foi denominado "**Índice de degradação (ID)**", relacionando as intensidades dos "picos" em 1637cm<sup>-1</sup> e em 1608cm<sup>-1</sup> após o envelhecimento com as suas intensidades antes do envelhecimento. Foi determinado, para cada uma das resinas, um valor de ID conforme a fórmula abaixo:

ID (%) = 
$$[(A_{1637(E)} / A_{1608(E)}) / (A_{1637(NE)} / A_{1608(NE)})] \times 100$$
, EQ. 3.5

onde:

ID (%) = índice de degradação em percentagem;

A<sub>1637(E)</sub> = absorção em 1637cm<sup>-1</sup>, após envelhecimento;

A<sub>1608(E)</sub> = absorção em 1608cm<sup>-1</sup>, após envelhecimento;

A<sub>1637(NE)</sub> = absorção em 1637cm<sup>-1</sup>, antes do envelhecimento; e

A<sub>1608(NE)</sub> = absorção em 1608cm<sup>-1</sup>, antes do envelhecimento.

Para a identificação das bandas no espectro de IR foram consideradas a região entre 1635cm<sup>-1</sup> e 1640cm<sup>-1</sup> para a banda de 1637cm<sup>-1</sup> e a região entre 1608cm<sup>-1</sup> e 1610cm<sup>-1</sup> para a banda de 1608cm<sup>-1</sup>.

## 3.7.3.3 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) foi realizada em analisador térmico Shimadzu, série TA-50, modelo TGA-50, dispondo de um par termoelétrico de cromel-alumel. A calibração do termopar foi realizada com alumel ( $T_m = 163^{\circ}C$ ), Níquel ( $T_m = 354^{\circ}C$ ) e Perkalloy ( $T_m = 596^{\circ}C$ ). As amostras foram submetidas, sob nitrogênio, a um ciclo de aquecimento com a temperatura variando de  $30^{\circ}C$  a  $700^{\circ}C$  na velocidade de  $20^{\circ}C/min$ .

Foram determinadas, para cada uma das resinas, antes e após envelhecimento, as temperaturas de início de perda de massa e de decomposição máxima, obtida pelo "pico" de máxima intensidade na primeira derivada da curva termogravimétrica (DTG), bem como a perda de massa em porcentagem.

#### 3.7.3.4 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

A calorimetria diferencial de varredura (DSC) foi realizada em um equipamento Shimadzu, série TA-50, modelo DSC-50, calibrado com Índio, tendo um sistema computadorizado de análise de acordo com a norma ASTM D3417 [NORMA ASTM D3417, 1999]. As amostras foram submetidas, sob um fluxo de nitrogênio, a um duplo ciclo de aquecimento/resfriamento de 30°C a 300°C na taxa de 10°C/min.

Foi determinada, para cada uma das resinas, antes e após envelhecimento, a temperatura de transição vítrea de acordo com a norma ASTM D3418 [NORMA ASTM D3418, 2003].

## 3.7.3.5 CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ALTA EFICIÊNCIA (HPLC)

A análise por HPLC foi realizada em um equipamento (cromatógrafo) marca Varian equipado com um detector por absorbância no ultravioleta e no visível (UV-VIS), modelo 9050, com comprimento de onda variável na faixa de 200nm a 500nm, e uma coluna de sílica de fase reversa tipo C-18, modelo 1215-9012, diâmetro de 4,6mm, altura de 150mm e partículas com tamanho médio de 5µm, integrados a uma bomba de alto vácuo, modelo 9012 e a um sistema computarizado de aquisição de dados "Star Workstation", versão 4.51.

As amostras da HPLC foram obtidas pela dissolução de cada adesivo, antes e após envelhecimento, por imersão, durante 3 dias, em 5,0ml de tetrahidrofurano (THF) grau HPLC [VÄKIPARTA et al., 2006].

A análise do material extraído foi realizada nas seguintes condições:

- a) fase móvel: solução 20:80, de água destilada (fase A) e metanol grau HPLC (fase B) (v/v);
- b) velocidade de injeção (fluxo): 1,0mL/min;
- c) detecção: em UV no comprimento de onda de 227nm; e
- d) injeção: 20µl em "loop", na temperatura ambiente, com eluição isocrática.

A análise dos cromatogramas obtidos foi realizada comparando-se as áreas dos "picos", corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras, e o tempo de eluição dos componentes de cada adesivo "como recebido", isto é, não envelhecido, com as intensidades e o tempo de eluição destes mesmos "picos" nos materiais envelhecidos, ou seja, após imersão em saliva artificial e na solução ácida [PARAÍZO et al., 2004; VÄKIPARTA et al., 2006].

#### 3.7.3.6 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

O ensaio de microdureza Vickers dos filmes "testemunho" das resinas foi realizado, na temperatura ambiente, em um microdurômetro Buehler, modelo Micromet 2003, segundo a norma ASTM E384 [NORMA ASTM E384, 1999]. Foi empregada uma carga de 50g aplicada por 15 segundos, tendo sido realizadas, na superfície dos filmes, 05 (cinco) impressões. Foi determinado, antes e após envelhecimento, um valor médio de dureza para os adesivos ortodônticos, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**.

#### 3.7.3.7 ENSAIO DE ATRITO

#### Preparo dos corpos de prova (conjuntos dente-bráquete-fio)

A fabricação de corpos de prova (conjuntos dente-bráquete-fio) para o ensaio de atrito foi realizada segundo as seguintes etapas:

- a) Confecção de discos de acrílico: discos de acrílico com 12mm de diâmetro e
   3mm de espessura foram fabricados por usinagem mecânica.
- b) Limpeza dos componentes: os conjuntos dente-bráquete de cada subgrupo de avaliação, preparados conforme descrito no Item 3.5, e os discos de acrílico, acima descritos, foram imersos em álcool etílico absoluto (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH), por 05 (cinco) minutos, para a remoção de quaisquer impurezas ou películas de gordura existentes nos materiais (Figura 3.9a). Após a retirada do banho, os materiais foram depositados sobre folhas de papel toalha até a sua secagem total (Figura 3.9b). Todos os materiais, a partir deste momento, passaram a ser manipulados com luvas de látex.

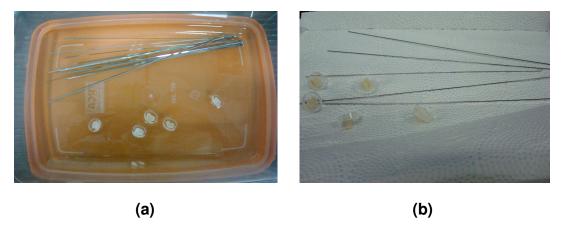


FIG. 3.9 – Limpeza dos conjuntos dente-bráquete e dos discos de acrílico: (a) imersão em álcool etílico absoluto; (b) secagem sobre folhas de papel absorvente

- c) Colagem do conjunto dente-bráquete no disco de acrílico: cada conjunto dente-bráquete, separados por subgrupo de avaliação, foi colado em um disco de acrílico utilizando-se o adesivo Super-Bonder<sup>®</sup> gel (Henkel Ltda, Brasil). O conjunto dente-bráquete foi posicionado no disco de acrílico de tal maneira que o bráquete ficasse localizado no seu centro.
- d) Preparo do fio ortodôntico para a montagem do conjunto dente-bráquetefio: o fio ortodôntico foi cortado em pedaços com 150mm de comprimento, os quais foram montados nos conjuntos dente-bráquete colados nos discos de acrílico, procurando-se simular um aparelho ortodôntico.

Desta maneira foram preparados, para o ensaio de atrito, 60 (sessenta) corpos de prova (conjuntos dente-bráquete-fio), não envelhecidos e envelhecidos, formando 6 (seis) sub-grupos de 10 (dez) corpos de prova, cada um deles constituído por um conjunto dente-bráquete polimérico, um fio ortodôntico com 150mm de comprimento e um disco de acrílico.

#### Execução do ensaio de atrito

O ensaio de atrito foi realizado, na temperatura ambiente, em um dispositivo de ensaio especialmente desenvolvido, que está mostrado, esquematicamente, na **Figura 3.10**. O dispositivo de ensaio foi projetado para a obtenção de um deslize do fio ortodôntico sobre a canaleta do bráquete, de tal maneira que fosse gerado um atrito entre os mesmos. No experimento, três tipos de forças atuam sobre o dente

em repouso: a aplicada no ensaio (carga), a referente ao peso de 200g, que representa a força normal aplicada pelo fio na canaleta do bráquete, e a resultante do atrito estático entre o bráquete e o fio.

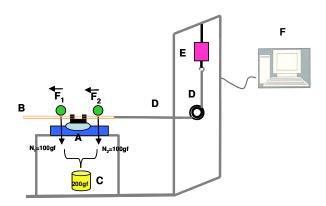


FIG. 3.10 – Desenho esquemático do dispositivo para o ensaio de atrito: (A) conjunto dente-bráquete colado no disco de acrílico; (B) fio ortodôntico; (C) peso de 200g; (D) fio de tração; (E) célula de carga e (F) microcomputador

Foram ensaiados 10 (dez) corpos de prova (conjunto dente-bráquete-fio) de cada subgrupo, totalizando 60 (sessenta) experimentos. O comportamento sob atrito do conjunto dente-bráquete-fio, antes e após envelhecimento, foi caracterizado pela determinação de um coeficiente de atrito entre o fio e o bráquete e pela avaliação da variação na rugosidade superficial da canaleta do bráquete.

Foi determinado um valor médio para o coeficiente de atrito em cada condição, utilizando-se o seguinte procedimento:

- a) determina-se, a partir do gráfico força x deformação obtido no ensaio, a força de atrito estática. Esta força é igual ao valor da força que está sendo aplicada no momento em que se inicia o movimento do conjunto e é identificada pelo "pico" observado no gráfico;
- b) calcula-se o coeficiente de atrito estático ( $\mu_e$ ) entre as superfícies bráquete/fio, através da relação:  $\mathbf{F}_{at(e)} = \mu_e \, \mathbf{N}$ , onde  $\mathbf{N}$  é a força normal que o fio aplica sobre a canaleta do bráquete representada pelo peso de 200gf;
- c) determina-se, a partir dos coeficientes de atrito dos corpos de prova, obtidos em cada ensaio, um valor médio do coeficiente de atrito para cada subgrupo, antes e após envelhecimento.

Foi avaliada a rugosidade da canaleta dos bráquetes, procurando-se determinar as possíveis alterações produzidas na mesma pelos agentes ambientais e pelo ensaio de atrito, utilizando-se 2 (dois) métodos:

- a) por processo mecânico, empregando-se um rugosímetro digital (*surface roughness tester*) marca Mitutoyo, modelo SJ-201. Foram realizadas, para cada condição das amostras, medições em 5 (cinco) diferentes locais da superfície interna da canaleta dos bráquetes, tendo sido determinado, antes e após o ensaio de atrito, um valor médio de rugosidade; e
- b) por exame microscópico, utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura marca JEOL, modelo JSM 5800LV. A avaliação da rugosidade da canaleta dos bráquetes, para cada condição das amostras, foi realizada pela observação direta da sua superfície interna, antes e após o ensaio de atrito. A canaleta dos bráquetes, antes do exame microscópico, foi recoberta com ouro em uma câmara de vácuo.

### 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Este capítulo tem como objetivo apresentar os resultados obtidos nos ensaios de caracterização e discutir os dados obtidos no ensaio de atrito em função das alterações moleculares produzidas no bráquete polimérico e nos adesivos ortodônticos, **Fill Magic Ortodôntico** (nacional) e **Transbond XT** (importado), em função das condições de envelhecimento, imersão em saliva artificial e na solução ácida.

## 4.1 AVALIAÇÃO DO FIO ORTODÔNTICO DE AÇO INOXIDÁVEL

## 4.1.1 ESPECTROSCOPIA DE DISPERSÃO DE ENERGIA (EDS)

A **Figura 4.1** mostra o espectro MEV-EDS do fio indicando a presença de Ferro, Silício, Cromo e Níquel, o que confirma tratar-se de um aço inoxidável da série 300, isto é, um aço austenítico.

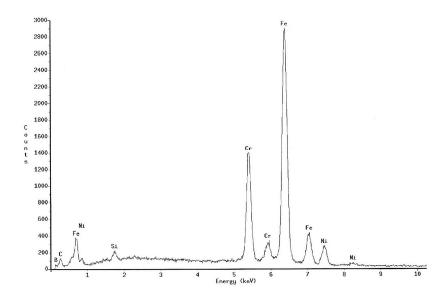


FIG. 4.1 – Espectro EDS do fio ortodôntico com seção retangular de 0,017"x 0,025" da Dental Morelli Ltda

### 4.1.2 ENSAIOS MECÂNICOS

A **Figura 4.2** mostra a curva tensão x alongamento obtida no ensaio de tração do fio ortodôntico de aço inoxidável com seção retangular de 0,017" x 0,025" (0,432mm x 0,635mm) da Dental Morelli Ltda.

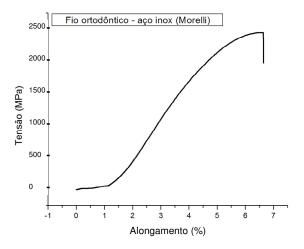


FIG. 4.2 - Curva tensão x alongamento do fio ortodôntico de aço inoxidável com seção retangular de 0,017"x 0,025" da Dental Morelli Ltda

Os resultados individuais determinados no ensaio de microdureza vickers (carga de 200g) do corpo de prova retirado do fio ortodôntico de aço inoxidável com seção retangular de 0,017"x 0,025" da Dental Morelli Ltda estão apresentados no **APÊNDICE 1**.

Os resultados dos ensaios mecânicos do fio ortodôntico de aço inoxidável, resistência à tração, alongamento e microdureza Vickers (média), estão mostrados na **Tabela 4.1**, que apresenta, também, valores característicos de fios ortodônticos comerciais análogos produzidos por outras empresas [TOTTEN et al., 2007], bem como dados de engenharia de um aço inoxidável AISI 304, trabalhado a frio [CALLISTER JR., 2002].

TAB. 4.1 – Valores das propriedades mecânicas de fios ortodônticos de aço inoxidável

Propriedades	Fio Morelli	Fio comercial	Dados de engenharia
Resistência à tração (MPa)	2412,59	2058 ±9	860
Alongamento (%)	6,50	-	10
Microdureza Vickers (200g)	515,40	546±7	-

Observa-se que o fio ortodôntico de aço inoxidável fabricado pela empresa Dental Morelli Ltda apresenta alta resistência à tração, baixo alongamento e elevada dureza, condições características de fios de aço inoxidável utilizados no tratamento ortodôntico e que são independentes do fabricante ou da marca do fio. Verifica-se que o fio utilizado neste trabalho, em comparação aos fios ortodônticos comerciais análogos, apresenta maior resistência à tração (~+ 14%) e menor dureza (~- 6%), mas em uma faixa de propriedades compatíveis com o seu emprego [BASTOS et al., 2007].

# 4.1.3 AVALIAÇÃO DO ACABAMENTO SUPERFICIAL

As **Figuras 4.3** a **4.5** apresentam microfotografias típicas, por MEV, da superfície das faces do fio ortodôntico de aço inoxidável com seção retangular de 0,017"x 0,025" da Dental Morelli Ltda.

No exame sob pequenos aumentos (**Figura 4.3**) observa-se que o fio ortodôntico apresenta um bom acabamento superficial com um polimento fosco.

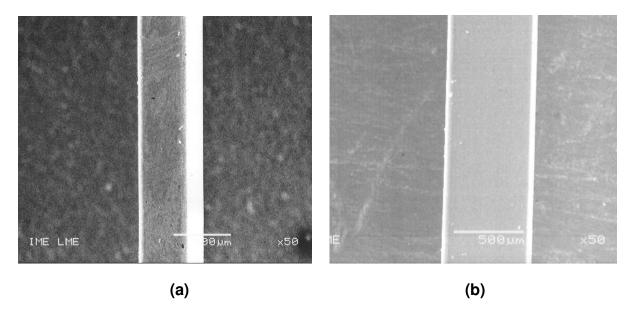


FIG. 4.3 - Microfotografias, por MEV, da superfície das faces do fio ortodôntico de aço inoxidável, com seção retangular de 0,017"x 0,025", sob pequeno aumento: (a) face de 0,017"; (b) face de 0,025"

Todavia, sob um maior aumento (**Figura 4.4**), é possível identificar a existência de ranhuras alinhadas e de uma região superficial mais clara.

Verifica-se, ainda, quando o exame do material é realizado com aumentos superiores (**Figura 4.5**), que as faces do fio apresentam a ocorrência de uma série de defeitos superficiais, vazios e riscos.

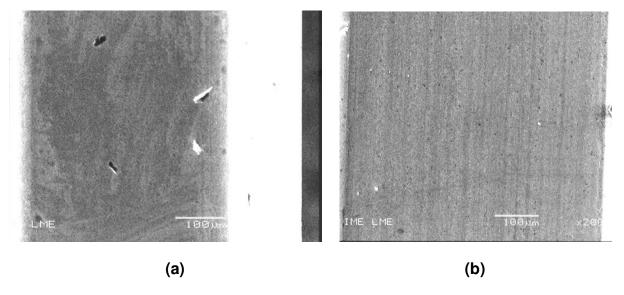


FIG. 4.4 - Microfotografias por MEV, em maior aumento, da superfície das faces do fio ortodôntico de aço inoxidável, com seção retangular de 0,017"x 0,025", sob pequeno aumento: (a) face de 0,017"; (b) face de 0,025"

A análise microscópica do fio ortodôntico de aço inoxidável fabricado pela Morelli indica que, possivelmente, as dimensões finais do fio foram ajustadas por meio de um processo de calibração a frio que produziu uma deformação superficial. Adicionalmente pode-se concluir que o acabamento superficial do fio tem baixa qualidade, o que pode reduzir a resistência à corrosão do aço inoxidável.

Em conseqüência, pode-se considerar que o fio ortodôntico de aço inoxidável fabricado pela Morelli, embora apresente propriedades mecânicas compatíveis com a fabricação de componentes de aparelhos ortodônticos, deve apresentar um acabamento superficial de melhor qualidade, pois a existência dos defeitos superficiais detectados pode comprometer o desempenho do aparelho ortodôntico.

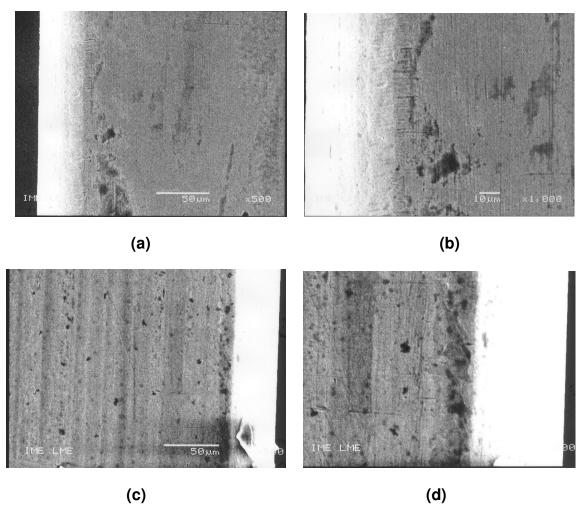


FIG. 4.5 - Microfotografias por MEV, em maiores aumentos, da superfície das faces do fio ortodôntico de aço inoxidável, com seção retangular de 0,017"x 0,025", sob pequeno aumento: (a) face de 0,017"; (b) detalhe de (a); (c) face de 0,025"; (d) detalhe de (c)

## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DO BRÁQUETE COMPÓSITO DE POLICARBONATO

### 4.2.1 DETERMINAÇÃO DA QUANTIDADE DO MATERIAL DE REFORÇO

A **Tabela 4.2** mostra os resultados obtidos na pesagem dos bráquetes compósitos, antes e após a dissolução da matriz de policarbonato em clorofórmio, apresentando a massa das amostras e a quantidade percentual do material de reforço (fibra de vidro).

TAB. 4.2 - Dados da pesagem dos bráquetes compósitos, antes e após dissolução em clorofórmio

Condição da pesagem	Peso da amostra (g)	Material de reforço (%)
Amostra com o filtro, após a dissolução	0,6214	[(0,6214 - 0,5817) /
Filtro	0,5817	$0,1282 \times 100 = 30,97$
Amostra, antes da dissolução	0,1282	5,1202j x 100 = 50,51

Verifica-se que o resultado obtido na determinação do percentual do material de reforço (30,97%) está de acordo, sob um ponto de vista prático, com a especificação do fabricante (30% de fibra de vidro) [MORELLI, 2007].

# 4.2.2 ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (FTIR)

Na espectroscopia no infravermelho (FTIR) as transformações ocorridas na matriz de policarbonato do bráquete compósito, resultantes do envelhecimento por imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, foram avaliadas determinando-se o índice de oxidação (IO).

A **Figura 4.6** apresenta, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, espectros de infravermelho, por transmissão, do policarbonato, onde estão identificadas as bandas características do material (**1771 cm**<sup>-1</sup> e **758 cm**<sup>-1</sup>).

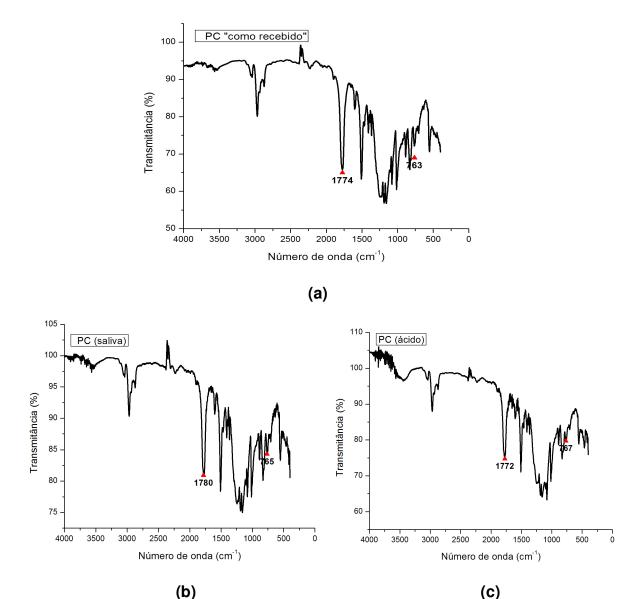


FIG. 4.6 - Espectros de infravermelho (FTIR), por transmissão, da matriz de policarbonato do bráquete, antes e após envelhecimento: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução ácida

Para a determinação do índice de oxidação (IO) as áreas dos "picos" das bandas do PC, em transmitância (T), foram convertidas para valores em absorbância (A), considerando-se a relação:

$$A = log (1/T)$$
 EQ. 4.1

(c)

A **Tabela 4.3** apresenta os valores da intensidade das bandas características do policarbonato (PC), determinadas pela integração das áreas dos respectivos "picos", para cada condição do material. A Tabela 4.3 mostra, também, os valores do IO do policarbonato nas condições empregadas neste estudo (Itens 3.4 e 3.5), calculados de acordo com a EQ. 3.2 (Item 3.7.2.2).

TAB. 4.3 - Intensidade (área) dos "picos", em absorbância, de bandas características e índice de oxidação do PC do bráquete compósito, antes ("como recebido") e após imersão em saliva artificial e na solução ácida

Condição	Intensidad	e do "pico"	Índice de oxidação		
	1771 cm <sup>-1</sup>	758 cm <sup>-1</sup>	(IO)		
"Como recebido"	49,59	2,48	19,99		
Após imersão em saliva					
artificial	58,53	2,85	20,53		
Após imersão na					
solução ácida	61,39	2,68	22,90		

Observa-se que a imersão dos bráquetes compósitos nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, produziu pequenas modificações no aspecto geral dos espectros de IR da matriz de policarbonato.

Verifica-se que o IO do PC, após a imersão, por 20 dias, nos agentes ambientais utilizados, apresentou um leve aumento, cerca de 3% para a saliva artificial e de, aproximadamente, 15% para a solução ácida. Estas variações indicam que a imersão do PC nos agentes ambientais produziu uma pequena degradação oxidativa no mesmo, maior para a imersão na solução ácida. Esta degradação do PC tem sido atribuída à liberação de bisfenol A (BPA) [SUZUKI et al., 2000; WATANABE, 2004].

# 4.2.3 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

A **Figura 4.7** mostra as curvas de decomposição térmica (TG) e da derivada da curva de decomposição térmica (DTG), obtidas na análise termogravimétrica (TGA) de amostras retiradas da matriz de policarbonato (PC) do bráquete, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida.

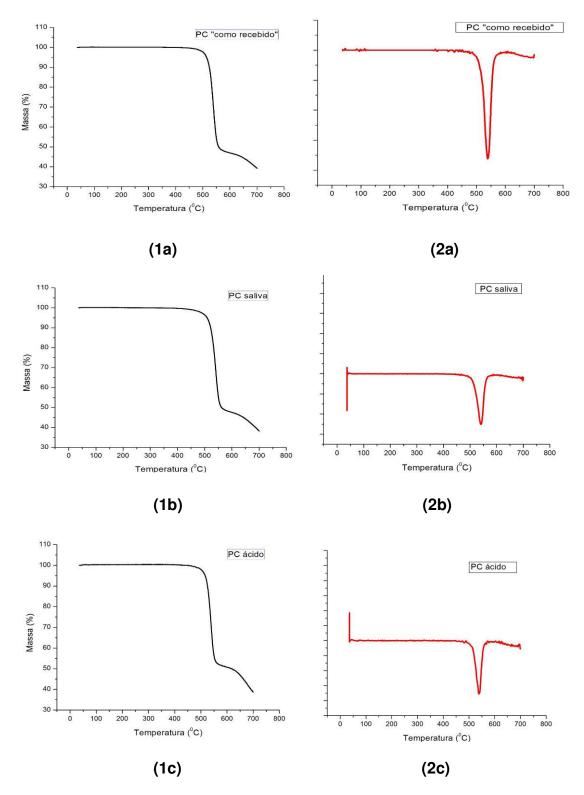


FIG. 4.7 - Curvas obtidas na análise termogravimétrica (TGA) de amostras da matriz de PC do bráquete compósito, (1) de decomposição térmica (TG) e (2) da derivada da curva de decomposição térmica (DTG), nas seguintes condições: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução ácida

A **Tabela 4.4** apresenta as temperaturas de início de perda de massa e de decomposição máxima e a perda de massa de amostras da matriz de PC do bráquete, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida. A temperatura de decomposição máxima, onde a taxa de decomposição do polímero é maximizada, corresponde ao "pico" de máxima intensidade na primeira derivada da curva TG.

TAB. 4.4 - Temperaturas de início da perda de massa e de decomposição máxima e perda de massa de amostras de PC do bráquete compósito, antes ("como recebido") e após imersão em saliva artificial e na solução ácida

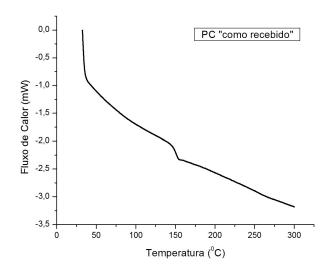
Condição	Temperati	Perda de	
	início de perda decomposição		massa (%)
	de massa	máxima	
"como recebido"	520	537	60
Após imersão em			
saliva artificial	517	537	61
Após imersão na			
solução ácida	518	536	61

Observa-se que as curvas termogravimétricas mostradas na **Figura 4.7** apresentam um único ponto de inflexão indicando que o processo de decomposição térmica do PC ocorre em um único estágio.

Verifica-se que os valores apresentados na **Tabela 4.4** estão de acordo com a literatura [DELPECH et al., 2002; JANG, WILKIE, 2005] e que a imersão dos bráquetes de PC, por 20 dias, nos agentes ambientais utilizados, saliva artificial e solução ácida, não alterou, praticamente, a estabilidade térmica do polímero.

#### 4.2.4 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

A **Figura 4.8** apresenta os termogramas obtidos na calorimetria diferencial de varredura (DSC) de amostras da matriz de policarbonato (PC) do bráquete, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais (saliva artificial e solução ácida).



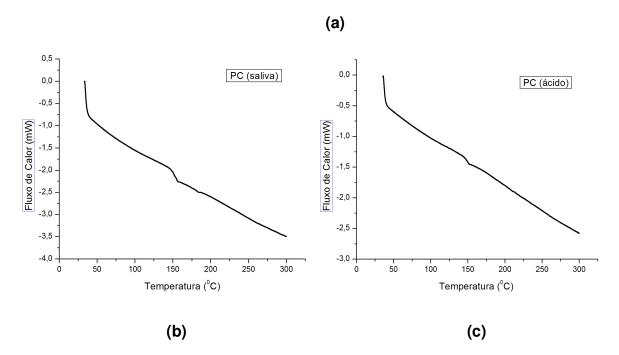


FIG. 4.8 - Curvas de calorimetria diferencial de varredura (DSC) de amostras da matriz de PC do bráquete compósito, nas seguintes condições: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução ácida

A **Tabela 4.5** apresenta a temperatura de transição vítrea  $(T_g)$  das amostras de PC do bráquete compósito, para cada condição do material, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida.

TAB. 4.5 - Temperatura de transição vítrea (T<sub>g</sub>) de amostras de PC do bráquete compósito, antes ("como recebido") e após imersão em saliva artificial e na solução ácida

Condição	Temperatura de transição vítrea (ºC)
"Como recebido"	146
Após imersão em saliva artificial	146
Após imersão na solução ácida	144

Verifica-se que o policarbonato (PC), independentemente da condição estudada, não apresenta, como um material amorfo, transições que possam ser associadas à fusão ou à cristalização do polímero. Observa-se, todavia, a ocorrência de um "pico" endotérmico referente à temperatura de transição vítrea (T<sub>g</sub>), que, para todas as condições de envelhecimento *in vitro*, apresenta valores próximos aos encontrados na literatura [CANEVAROLO JR., 2004; DELPECH et al., 2002; SIDERIDOU et al., 2002].

A imersão do PC nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, produziu uma pequena redução no valor da T<sub>g</sub>, de 145,9°C no material "como recebido" para 145,84°C após imersão na saliva artificial e 143,6°C após imersão na solução ácida. Esta variação mostra que o PC, embora sem uma modificação significativa na sua estrutura molecular do PC, apresenta uma tendência de degradação após o envelhecimento *in vitro*, confirmando o observado no FTIR.

#### 4.2.5 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

Os resultados individuais determinados no ensaio de microdureza Vickers (carga de 200g) de amostras de PC do bráquete compósito, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, estão mostrados, antes e após o ensaio de atrito, no **APÊNDICE 2**.

A **Tabela 4.6** apresenta a média dos resultados obtidos no ensaio de microdureza Vickers, com carga de 200g, retiradas, antes e após o ensaio de atrito, das amostras de PC do bráquete compósito, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais.

TAB. 4.6 - Valores médios de microdureza Vickers (carga de 200g), antes e após o ensaio de atrito, obtidos em amostras de PC do bráquete compósito, antes ("como recebido") e após imersão em saliva artificial e na solução ácida

Condição	Microdureza Vickers (100g)			
	Antes do ensaio de atrito	Após o ensaio de atrito		
"Como recebido"	17,82	26,58		
Após imersão em				
saliva artificial	14,52	24,26		
Após imersão na				
solução ácida	14,12	20,42		

Observa-se que a imersão do PC nos agentes ambientais produziu uma redução na dureza do bráquete compósito, levemente maior para a imersão na solução ácida. Estes dados mostram que o PC após a sua imersão nos agentes ambientais estudados, nas condições analisadas no presente trabalho, apresenta uma pequena degradação resultante do envelhecimento *in vitro*, confirmando os resultados encontrados no FTIR e no DSC.

Verifica-se, todavia, que após o ensaio de atrito, independentemente da condição do material, ocorreu um aumento nos valores de microdureza do policarbonato. Este aumento de dureza pode ser atribuído a uma deformação superficial na canaleta do bráquete provocada pelo ensaio de atrito ou pela incorporação ao PC de fragmentos de desgaste duros originados durante o atrito, provenientes tanto do material do bráquete como do material do fio ortodôntico [GROSGOGEAT et al., 2006].

# 4.3 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES "TESTEMUNHO" E DOS CONJUNTOS FIO-BRÁQUETE-DENTE

# 4.3.1 DETERMINAÇÃO DO GRAU DE RETICULAÇÃO

A percentagem de gel dos filmes "testemunho" das resinas, considerada como o grau de reticulação dos adesivos ortodônticos, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, está mostrada na **Tabela 4.7**, antes e após imersão nos agentes ambientais (saliva artificial e solução ácida).

TAB. 4.7 - Grau de reticulação das resinas Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, antes e após imersão na saliva artificial e em solução ácida

Resina	Fill Magic Ortodôntico	Transbond XT	
Condição	Grau de reticulação (%)		
"Como recebido"	92	97	
Após imersão em saliva artificial	100	98	
Após imersão na solução ácida	98	99	

Observa-se que a imersão nos agentes ambientais influenciou o grau de reticulação dos adesivos ortodônticos. Verifica-se que, na condição "como recebido", a resina importada (**Transbond XT**) apresentou um maior grau de reticulação quando comparada com a resina nacional (**Fill Magic Ortodôntico**). Esta maior reticulação pode ser atribuída a uma variação na composição de cada adesivo, pois foram empregadas as mesmas condições de fotopolimerização para as duas resinas. Nas amostras envelhecidas pode-se supor que a parte solúvel, não reticulada, das resinas adesivas foi dissolvida pelos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, ao longo dos 20 dias de imersão, tendo permanecido apenas a parte gel, insolúvel, o que acarretou o aumento do grau de reticulação das resinas após envelhecimento [JAFFER et al., 2002; FINER et al., 2004; KHALICHI et al., 2004; LIN et al., 2005].

A capacidade de extração de componentes não reagidos das resinas por soluções que simulam as condições existentes na cavidade bucal é benéfica no que tange a prevenção na agressão da polpa dentária e de outros tecidos orais [FERRACANE, CONDON, 1990]. A extração destes componentes minimiza, também, a permanência de monômeros residuais no material adesivo, os quais podem reduzir propriedades mecânicas do material, tal como a rigidez [CANEVAROLO JR., 2004]. Entretanto, no contexto de biocompatibilidade, estes materiais orgânicos sintéticos liberados na cavidade oral geram vários níveis de toxicidade. Por exemplo, produtos de degradação de resinas compostas que

contêm ácido metacrílico (MMA) podem ser oxidados, produzindo formaldeído como subproduto, o qual pode apresentar efeitos tóxicos sobre a célula hospedeira; produtos da degradação do Bis-GMA são potencialmente estrogênicos e elementos de TEGDMA eluídos em saliva artificial podem estimular a taxa de crescimento de bactérias como *Lactobacillus acidophilus* e *Streptococcus sobrinus* [JAFFER et al., 2002; FINER et al., 2004; LIN et al., 2005]. O ácido metacrílico (MMA) e o trietileno glicol (TEG) eluídos em saliva também estimulam, dependendo do pH do meio, o crescimento de importantes bactérias orais, tais como *Streptococcus salivarius, Streptococcus mutans NG8 e Streptococcus mutans JH 1005*, onde as duas últimas são os principais agentes etiológicos da cárie [KHALICHI et al., 2004].

Finalmente, pode-se considerar que o envelhecimento *in vitro* não ocasionou cisão das cadeias moleculares das resinas, que se apresentaram completamente reticuladas após sua imersão *in vitro* em saliva artificial e na solução ácida, nas condições estudadas.

### 4.3.2 ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (FTIR)

Na espectroscopia no infravermelho (FTIR) as transformações ocorridas em cada material, **Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT**, resultantes da polimerização e do envelhecimento por imersão nos agentes ambientais, foram avaliadas determinando-se, respectivamente, o grau de conversão (GC) e o índice de degradação (ID).

A **Figura 4.9** apresenta os espectros de infravermelho por transmissão dos adesivos **Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT**, obtidos de amostras dos filmes "testemunho" antes da polimerização, onde estão assinaladas as bandas características das resinas (**1608 cm**<sup>-1</sup> e **1637 cm**<sup>-1</sup>).

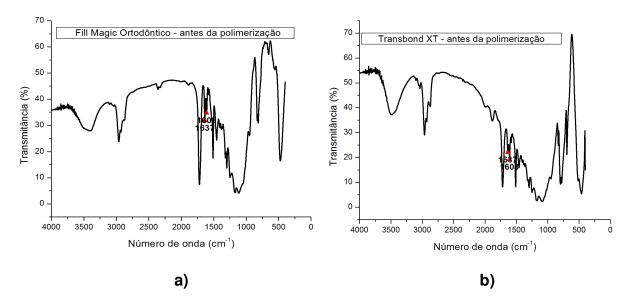


FIG. 4.9 – Espectros de infravermelho, por transmitância, de amostras dos filmes "testemunho" dos adesivos, antes da polimerização ("como recebido"), onde estão identificadas as bandas características: (a) Fill Magic Ortodôntico; (b) Transbond XT

Espectros de infravermelho típicos dos adesivos **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, obtidos em amostras retiradas dos filmes "testemunho" e em amostras raspadas da camada interfacial do conjunto bráquete-dente, antes e após a imersão em saliva artificial e na solução ácida, estão mostrados no **APÊNDICE 3**. A comparação entre os espectros permite detectar alterações na intensidade das bandas características das resinas, indicando que a sua imersão nos agentes ambientais produziu modificações estruturais nos adesivos.

As áreas dos "picos" das bandas das resinas, em transmitância (T), foram convertidas, para a determinação dos valores do grau de conversão (GC) e do índice de degradação (ID), para valores em absorbância (A), considerando-se a seguinte relação:

$$A = log 1/T$$
 EQ. 4.1

#### Grau de conversão (GC)

A **Tabela 4.8** apresenta os valores referentes às bandas características das resinas **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, em transmitância e em absorbância, antes e após polimerização.

TAB. 4.8 - Valores da intensidade de bandas características das resinas Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, antes e após polimerização, em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface do conjunto bráquete-dente

Bandas características (cm <sup>-1</sup> ):		1637	1608	1637	1608
			Área d	os "picos"	
Espectros em:		Trans	Transmitância Absorbância		
Adesivo:	Adesivo:		Fill Magic	Ortodôntico	)
Antes da polime	rização	236,19	146,47	1,72	1,02
Após	Filme	22,31	71,97	0,43	1,33
polimerização (antes do envelhecimento)	Raspada	55,35	50,24	1,46	1,47
Adesivo:		Transbond XT			
Antes da polime	rização	162,52	149,61	1,03	0,87
Após	Filme	36,47	95,18	0,67	1,75
polimerização (antes do envelhecimento)	Raspada	31,24	72,62	1,14	2,29

A **Tabela 4.9** mostra os valores do grau de conversão (GC), calculados de acordo com a EQ. 3.4 (Item 3.7.3.1), para as resinas **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT** polimerizadas nas condições empregadas neste estudo (Itens 3.4 e 3.5).

Verifica-se, por comparação entre os resultados mostrados na **Tabela 4.9**, que a resina adesiva importada (Transbond XT) apresenta, em relação à resina nacional (Fill Magic Ortodôntico), um maior grau de conversão, nas condições de polimerização empregadas neste estudo.

TAB. 4.9 - Valores do grau de conversão (GC) das resinas Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT polimerizadas, em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface do conjunto bráquete-dente

Adesivo	Tipo de amostra	Grau de conversão (GC) (%)
Fill Mania Outadântica	Filme	23
Fill Magic Ortodôntico	Raspada	41
TuesdandVT	Filme	66
Transbond XT	Raspada	59

Observa-se, para o adesivo **Fill Magic Ortodôntico**, que o valor do grau de conversão (GC) da amostra extraída do filme de resina é menor do que o apresentado pela amostra raspada da camada interfacial do conjunto bráquetedente. A variação observada no GC, em função do tipo de amostra, filme ou raspada, mostra que o procedimento de "cura" influenciou a polimerização deste material.

No adesivo **Transbond XT** ocorreu o inverso, a amostra raspada apresentou, em relação à amostra retirada do filme de resina, um menor valor de GC. Todavia, verifica-se que os valores obtidos para o GC foram bastante próximos, o que permite supor, de um ponto vista prático considerando a precisão do equipamento de ensaio, que a polimerização da resina foi pouco influenciada pelo modo de extração das amostras, bem como pela metodologia empregada na fotopolimerização.

A comparação entre os resultados da **Tabela 4.9** mostra, independentemente do valor obtido, que o adesivo importado (**Transbond XT**) apresenta, em relação ao nacional (**Fill Magic Ortodôntico**), uma superior capacidade de conversão das duplas ligações nas condições de polimerização empregadas neste estudo. Verificase, ainda, que os valores de GC, nas condições estudadas, são compatíveis com outros estudos da literatura, a qual apresenta, dependendo da composição do adesivo, do tipo de reforço, do modo de polimerização, da realização ou não de póstratamentos etc., resultados que variam de valores relativamente baixos, na faixa de 20~25%, até outros bastante altos, em torno de 60~65% [VÄKIPARTA et al., 2006]. Esta diferença no GC tem sido imputada, quando se analisa os resultados apresentados, a duas razões básicas: (i) composição da matriz e (ii) tipo do material de reforço [SIDERIDOU et al., 2002; MENDES et al., 2005].

As matrizes, nos dois adesivos, são constituídas, basicamente, pelos monômeros Bis-GMA e TEGDMA [VIGODENT, 2007; 3M UNITEK, 2007]. Todavia, o adesivo **Transbond XT**, conforme se verifica na literatura [CACCIAFESTA et al., 2004], apresenta na sua composição um outro tipo de monômero, o dimetacrilato de glicidila ethoxylated bis-fenólico (Bis-EMA). Este monômero possui uma estrutura similar à do Bis-GMA, mas sem os dois grupos hidroxilas pendentes, o que reduz a sua viscosidade, que é cerca de 1000 vezes menor do que a do Bis-GMA, além de apresentar uma menor temperatura de transição vítrea ( $T_g = -46^{\circ}$ C), em relação,

também, ao Bis-GMA ( $T_g = -7.7^{\circ}$ C). Em face destas diferenças, a adição de Bis-EMA deve facilitar a reatividade do material, aumentando, para as mesmas condições de fotopolimerização, o grau de conversão do adesivo **Transbond XT**, conforme constatado no trabalho.

A eficiência da polimerização depende, também, do material de reforço e é sabido que o GC aumenta com a quantidade de silício na carga [KIM, JANG, 1996]. Tendo em vista que os adesivos estudados são constituídos de diferentes materiais de reforço, vidro de flúor silicato (FSG) no **Fill Magic Ortodôntico** [VIGODENT, 2007] e hexafluoreto de fósforo e quartzo no **Transbond XT** [3M UNITEK, 2007], pode-se supor, ainda, que o adesivo **Transbond XT** apresenta um maior GC, por possuir carga mais rica em silício, confirmando as suposições acima.

#### Índice de degradação (ID)

A **Tabela 4.10** apresenta os valores referentes às bandas características das resinas **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, em transmitância e em absorbância, antes e após envelhecimento por imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida.

TAB. 4.10 - Valores da intensidade de bandas características das resinas Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, antes e após exposição aos agentes ambientais, em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface do conjunto bráquete-dente

Bandas características (cm <sup>-1</sup> ):		1637	1608	1637	1608	
			Área dos "picos"			
Es	spectros em:		Transm	nitância	Absort	oância
	Adesivo:		Fill	Magic O	rtodônti	co
Antes do	Film	е	22,31	71,97	0,43	1,33
envelhecimento	Raspa	da	55,35	50,24	1,46	1,47
	lmersão em	Filme	11,37	45,12	0,72	2,50
Após	saliva	Raspada	38,65	63,02	1,31	1,99
envelhecimento	Imersão na	Filme	11,07	68,69	0,33	1,55
por:	solução ácida	Raspada	5,99	34,92	0,61	2,58
	Adesivo:		Transbond XT			
Antes do	Film	е	36,47	95,18	0,67	1,75
envelhecimento	Raspa	da	31,24	72,62	1,14	2,29
	lmersão em	Filme	7,86	46,72	0,74	3,37
Após	saliva	Raspada	19,82	61,46	0,46	1,31
envelhecimento	lmersão na	Filme	26,74	87,86	0,36	2,07
por:	solução ácida	Raspada	10,05	70,95	0,63	3,35

A **Tabela 4.11** mostra os valores do índice de degradação (ID), calculados de acordo com a EQ. 3.5 (Item 3.7.3.1), para as resinas **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT** envelhecidas nas condições empregadas neste estudo (Itens 3.6).

TAB. 4.11 - Valores do índice de degradação (ID) das resinas Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT polimerizadas, em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface do conjunto bráquete-dente

Adesivo	Tipo de	Envelhecimento	Índice de
	amostra	por imersão em	degradação (ID) (%)
		Saliva	90
Fill Magic	Filme	Solução ácida	66
Ortodôntico		Saliva	66
	Raspada	Solução ácida	24
		Saliva	58
Transbond XT	Filme	Solução ácida	46
		Saliva	71
	Raspada	Solução ácida	38

Verifica-se que a imersão das resinas **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT** nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, produziu alterações no seu comportamento, indicando que o envelhecimento *in vitro* foi capaz de degradar os adesivos ortodônticos.

Os resultados da **Tabela 4.11** permitem afirmar, pela comparação dos valores de ID, que, independentemente do tipo de amostra, as resinas foram mais susceptíveis à degradação por imersão na solução ácida do que em saliva artificial. A resistência à degradação a solventes em um compósito depende da qualidade da interface matriz-reforço; quanto mais fraca a região interfacial, mais fácil será a penetração das moléculas dos solventes e maior será a degradação apresentada pelo material. Compósitos reforçados por partículas de sílica ou de quartzo imersos em água permanecem praticamente inertes, mas a sua imersão em soluções aquosas salinas ou ácidas pode produzir uma grande dissolução do material [PARAIZO et al., 2004; FERRACANE, 2006].

Observa-se, também, que as amostras raspadas, independentemente do tipo de resina, nacional (**Fill Magic Ortodôntico**) ou importada (**Transbond XT**), apresentaram, de uma maneira geral, uma menor resistência aos agentes ambientais (menor ID), quando comparadas às amostras extraídas dos filmes "testemunho". Esta variação na resistência à degradação após a imersão nos agentes ambientais pode ter sido influenciada pelo modo de extração das amostras, pois o processo mecânico utilizado na extração das amostras raspadas pode ter ocasionado degradação adicional detectada no ensaio FTIR.

# 4.3.3 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

Nas **Figuras 4.10** e **4.11** estão mostradas as curvas de decomposição térmica (TG) e da derivada da curva de decomposição térmica (DTG), obtidas na análise termogravimétrica (TGA) de amostras retiradas dos filmes "testemunho" ou raspadas da interface dente-bráquete, das resinas **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, após polimerização ("como recebido").

As curvas termogravimétricas individuais referentes às amostras das resinas Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, após exposição aos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, estão mostradas no APÊNDICE 4.

A **Tabela 4.12** apresenta os valores referentes às temperaturas de início de perda de massa e de decomposição máxima e à perda de massa das resinas **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT** após polimerização ("como recebido"), em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface do conjunto dente-bráquete.

A análise das curvas termogravimétricas mostradas nas **Figuras 4.10** e **4.11** indica que, em ambos os adesivos, o processo de decomposição térmica é complexo e heterogêneo. Verifica-se, ainda, que a decomposição apresenta diversas reações parciais e vários estágios de decomposição como seria de se esperar em um polímero reticulado. A decomposição, que ocorre em mais de um estágio nos dois adesivos, começa, aproximadamente, a 250°C e apresenta, na faixa de temperaturas entre 350°C e 550°C, um decaimento bem definido. Em conseqüência, a temperatura de decomposição máxima, onde a taxa de decomposição do polímero é maximizada, foi determinada pelo "pico" de máxima intensidade na primeira derivada da curva TG nesta faixa de temperaturas.

Tendo em vista que as curvas TGA, para os dois adesivos, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, mostram aspectos semelhantes, pode-se supor que os dois materiais apresentam os mesmos componentes orgânicos.

Verifica-se, também, que o adesivo **Fill Magic Ortodôntico** tem, aproximadamente, 50% de fase inorgânica, enquanto que o **Transbond XT** apresenta uma maior quantidade de material inorgânico, cerca de 80%.

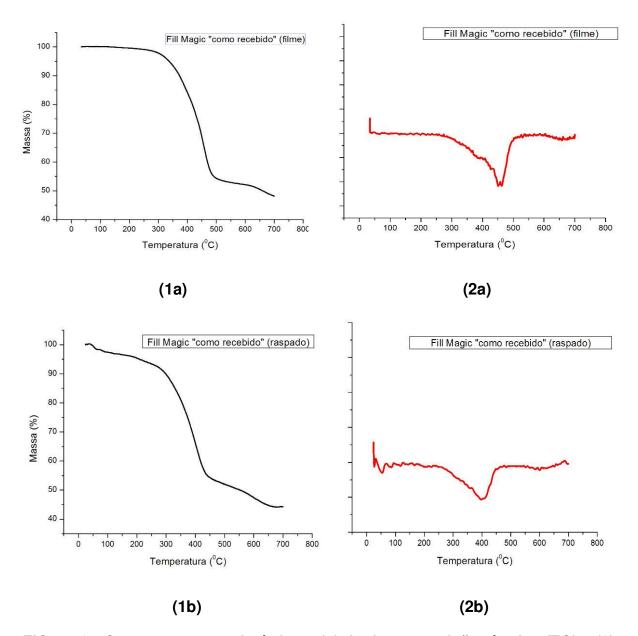


FIG. 4.10 - Curvas termogravimétricas, (1) de decomposição térmica (TG) e (2) derivada da curva de decomposição térmica (DTG), do adesivo Fill Magic Ortodôntico, após polimerização ("como recebido") em amostras: (a) retiradas dos filmes "testemunho"; (b) raspadas da interface dente-bráquete

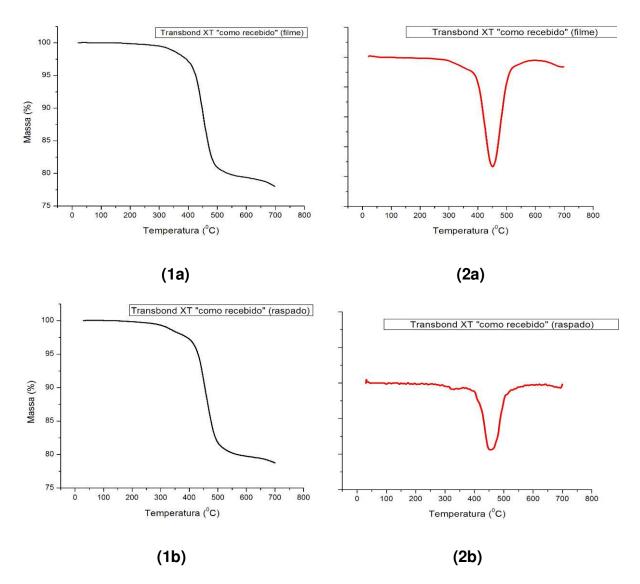


FIG. 4.11 - Curvas termogravimétricas, (1) de decomposição térmica (TG) e (2) derivada da curva de decomposição térmica (DTG), do adesivo Transbond XT, após polimerização ("como recebido") em amostras: (a) retiradas dos filmes "testemunho"; (b) raspadas da interface dente-bráquete

Verifica-se, por comparação entre os resultados mostrados nas **Figuras 4.10** e **4.11** e na **Tabela 4.12**, que a resina adesiva importada (**Transbond XT**) apresenta, conforme indicado pelas maiores temperaturas de início de degradação e de decomposição máxima, uma superior estabilidade térmica em relação à da resina nacional (**Fill Magic Ortodôntico**), nas condições de polimerização empregadas neste estudo.

TAB. 4.12 - Valores das temperaturas de início de perda de massa e de decomposição máxima e perda de massa dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT após polimerização ("como recebido"), em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface do conjunto dente-bráquete

Propriedade	Amostra	Adesivo	Valor
	Filme Fill Magic Ortodôntico		378
Temperatura de início de	1 111116	Transbond XT	415
degradação (°C)	Raspada	Fill Magic Ortodôntico	313
	Haspada	Transbond XT	412
Temperatura de	Filme	Fill Magic Ortodôntico	456
decomposição máxima (°C)	ı iiiie	Transbond XT	456
(faixa de temperaturas entre	Raspada Fill Magic Ortodôntico		398
350°C e 550°C)	Haspaua	Transbond XT	457
	Filme Fill Magic Ortodôntico		51
Perda de massa (%)	ı iiiie	Transbond XT	21
	Raspada	Fill Magic Ortodôntico	44
	Πασμανα	Transbond XT	22

Observa-se, ainda, que o valor da temperatura de início de degradação da amostra extraída do filme do adesivo Fill Magic Ortodôntico é maior do que a apresentada pela amostra raspada da camada interfacial do conjunto bráquetedente. No adesivo Transbond XT, para os dois tipos de amostra, verifica-se que a temperatura de início de degradação permanece, praticamente, constante, indicando que o modo de extração das amostras não teve influência nos resultados obtidos. A redução da temperatura de início de degradação nas amostras raspadas, em especial as do Fill Magic Ortodôntico, pode ter sido conseqüência do esforço de raspagem que, ao produzir uma degradação mecânica adicional na resina, acelera o seu processo de degradação.

A percentagem de material inorgânico da resina **Fill Magic Ortodôntico** determinada no TGA, é compatível com a existente em vários outros tipos de compósitos odontológicos comerciais produzidos no exterior [ORÉFICE et al., 2003; CALHEIROS et al., 2004; OBICI et al., 2005]. Todavia, verifica-se que este valor é inferior ao mostrado em trabalho da literatura pesquisada e referente à outra

amostra de resina **Fill Magic** [MENDES et al., 2005a]. Uma maior ou menor quantidade da fase inorgânica é função do fim a que se destina a resina odontológica, pois é sabido que a composição da mesma depende do seu emprego. Assim pode-se supor que a resina **Fill Magic** estudada naquele trabalho seja destinada, especialmente, a restaurações dentárias, onde se requer melhores propriedades mecânicas para a obtenção de um trabalho odontológico com maior vida útil. Em contrapartida, o adesivo ortodôntico, além de uma baixa viscosidade para facilitar a sua penetração nas retenções mecânicas existentes na base dos bráquetes, deve ter uma adequada resistência ao cisalhamento interfacial para se evitar a ocorrência de descolagens ao longo do tratamento ortodôntico, porém, não tão elevada que possa ocasionar a remoção parcial do esmalte dentário quando, ao fim do tratamento, descola-se o bráquete do dente.

Em relação ao adesivo **Transbond XT** pode-se afirmar, também, que a quantidade de material inorgânico, embora maior do que a do **Fill Magic Ortodôntico**, está de acordo com a encontrada em materiais similares fabricados fora do Brasil [CACCIAFESTA, 2004; MENDES et al., 2005b; MENDES et al., 2005c; SIDERIDOU, 2007].

As **Tabelas 4.13** e **4.14** apresentam os valores referentes às temperaturas de início de perda de massa e de decomposição máxima e à perda de massa das resinas **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface do conjunto dente-bráquete, após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida.

Verifica-se, de acordo com os resultados mostrados nas **Tabelas 4.12** e **4.13**, que as amostras, em filme e raspadas, dos dois adesivos, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, após a imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, apresentaram, conforme indicado pelos valores das temperaturas de início de degradação e de decomposição máxima, bem como pela perda de massa, mínimas variações na estabilidade térmica.

TAB. 4.13 - Valores das temperaturas de início de perda de massa e de decomposição máxima e perda de massa dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT após imersão em saliva artificial, em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface do conjunto dente-bráquete

Propriedade	Amostra	Adesivo	Valor
	Filme Fill Magic Ortodôntico		391
Temperatura de início de	1 111116	Transbond XT	415
degradação (°C)	Raspada	Fill Magic Ortodôntico	294
	Haspada	Transbond XT	292
Temperatura de	Filme	Fill Magic Ortodôntico	458
decomposição máxima (°C)	ı iiiie	Transbond XT	459
(faixa de temperaturas entre	Raspada	Fill Magic Ortodôntico	
350°C e 550°C)	Haspaua	Transbond XT	389
	Filme Fill Magic Ortodôntico		50
Perda de massa (%)	ı iiiie	Transbond XT	21
	Raspada	Fill Magic Ortodôntico	52
	ιιαομανα	Transbond XT	26

TAB. 4.14 - Valores das temperaturas de início de perda de massa e de decomposição máxima e perda de massa dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT após imersão na solução ácida, em amostras extraídas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface do conjunto dente-bráquete

Propriedade	Amostra	Adesivo	Valor
	Filme Fill Magic Ortodôntico Transbond XT		392
Temperatura de início de			412
degradação (°C)	Raspada	Fill Magic Ortodôntico	295
	Haspada	Transbond XT	292
Temperatura de	Filme	Fill Magic Ortodôntico	459
decomposição máxima (°C)	ı iiiie	Transbond XT	457
(faixa de temperaturas entre	Raspada	Fill Magic Ortodôntico	385
350°C e 550°C)	Haspaua	Transbond XT	402
	Filme Fill Magic Ortodôntico		50
Perda de massa (%)	ı iiiie	Transbond XT	22
	Raspada	Fill Magic Ortodôntico	52
	Πασμανα	Transbond XT	27

Verifica-se que o adesivo **Transbond XT** apresenta, após imersão na saliva artificial, uma estabilidade térmica levemente maior do que a do **Fill Magic Ortodôntico**. Observa-se, também, que os valores das temperaturas de início de degradação e de decomposição máxima das amostras extraídas de filmes dos adesivos **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT** são maiores do que os apresentados pelas amostras raspadas da camada interfacial do conjunto bráquetedente, enfatizando a possibilidade de uma degradação mecânica resultante da raspagem das resinas.

Pode-se considerar que as resinas adesivas **Transbond XT** e **Fill Magic Ortodôntico** apresentaram, após imersão em solução ácida, uma estabilidade térmica similar, pois os valores obtidos para as temperaturas de início de degradação e de decomposição máxima são bastante próximos, conforme mostrado na **Tabela 4.14**. Adicionalmente, verifica-se que as amostras extraídas de filmes apresentaram, quando comparadas com as amostras raspadas da camada interfacial do conjunto bráquete-dente, maiores temperaturas de degradação,

confirmando a hipótese de que o esforço mecânico de raspagem, ao provocar uma degradação adicional nas resinas, seria o responsável pelo aumento da degradação.

As amostras extraídas de filmes dos adesivos apresentaram, após os envelhecimentos "*in vitro*", boa estabilidade térmica, enquanto que a estabilidade térmica das amostras raspadas foi influenciada pela ação dos agentes ambientais. Desta forma, pode-se supor que os adesivos estudados, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, possuem interfaces matriz-reforço de alta resistência resultante da forte adesão química entre as fases [PARAIZO et al., 2004; FERRACANE, 2006].

Pode-se, ainda, supor que o alto grau de reticulação apresentado pelas resinas, mesmo após o envelhecimento "in vitro", tenha influenciado favoravelmente a estabilidade térmica das mesmas, pois um polímero com alta densidade de ligações cruzadas oferece mais obstáculo para a penetração e a difusão das moléculas de solventes na massa polimérica, dificultando a sua degradação [CANEVAROLO JR., 2004; FERRACANE, 2006].

### 4.3.4 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

Nas **Figuras 4.12** e **4.13** estão mostradas as curvas obtidas na análise de calorimetria diferencial de varredura (DSC), de amostras retiradas dos filmes "testemunho" e raspadas da interface dente-bráquete, das resinas **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, após polimerização ("como recebido").

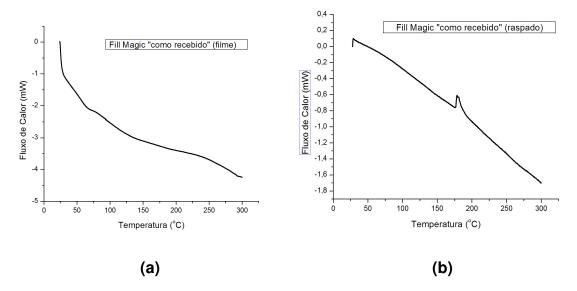


FIG. 4.12 – Curvas calorimétricas obtidas, por DSC, em amostras do adesivo Fill Magic Ortodôntico, após polimerização ("como recebido") em amostras: (a) retiradas dos filmes "testemunho"; (b) raspadas da interface dente-bráquete

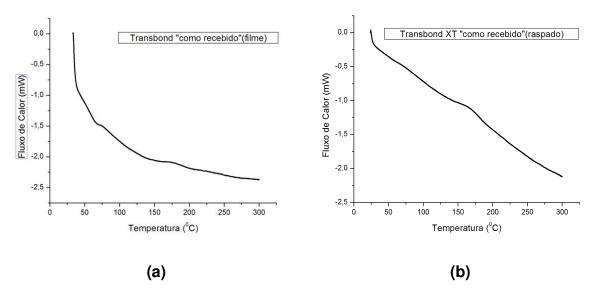


FIG. 4.13 – Curvas calorimétricas obtidas, por DSC, em amostras do adesivo Transbond XT, após polimerização ("como recebido") em amostras: (a) retiradas dos filmes "testemunho"; (b) raspadas da interface dente-bráquete

As curvas obtidas nos ensaios de calorimetria diferencial de varredura (DSC) referentes às amostras dos adesivos **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, após exposição aos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, estão mostradas nas **Figuras 4.14** e **4.15**.

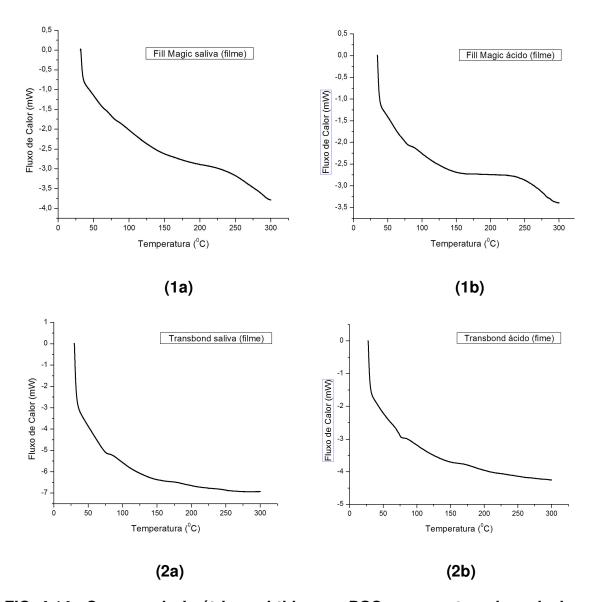


FIG. 4.14 - Curvas calorimétricas obtidas por DSC em amostras dos adesivos (1) Fill Magic Ortodôntico e (2) Transbond XT retiradas de filmes "testemunho", nas seguintes condições: (a) após imersão em saliva artificial; (b) após imersão na solução ácida

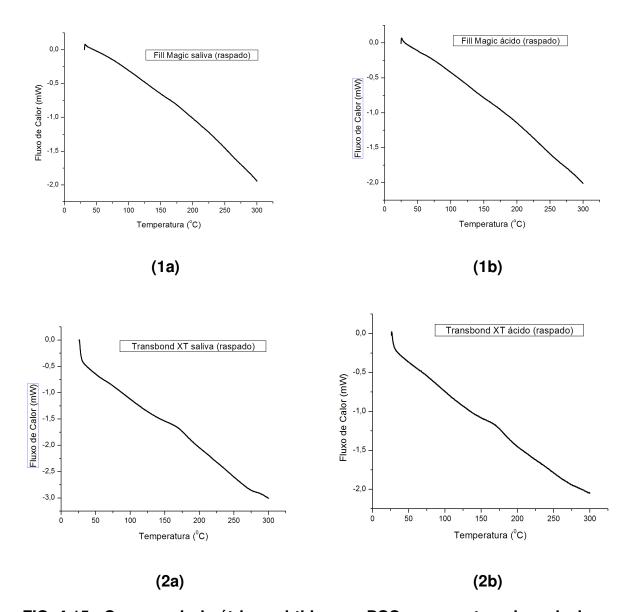


FIG. 4.15 - Curvas calorimétricas obtidas por DSC em amostras dos adesivos (1) Fill Magic Ortodôntico e (2) Transbond XT raspadas da interface dentebráquete, nas seguintes condições: (a) após imersão em saliva artificial; (b) após imersão na solução ácida

Observa-se que os adesivos **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT** apresentam, em valores práticos, comportamentos semelhantes no DSC, mas que variam com o modo de extração das amostras, retiradas dos filmes ou raspadas da interface dente-bráquete, sugerindo, conforme já comentado na análise termogravimétrica (TGA), que as resinas apresentam fases orgânicas similares.

Verifica-se, nas curvas calorimétricas de ambos adesivos, a não ocorrência de picos de transição que possam ser referidos à fusão ou à cristalização das resinas, permitindo concluir que as resinas apresentam-se amorfos após a polimerização.

Não foi possível determinar para qualquer uma das condições, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, uma temperatura de transição vítrea (T<sub>g</sub>) para os adesivos **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, o que está de acordo com o alto grau de reticulação das resinas, conforme já verificado neste trabalho [CANEVAROLO JR., 2004; SIDERIDOU, 2002].

Observa-se, ainda, a ocorrência de um "pico" ou "ombro" exotérmico, no entorno de 180°C, nas curvas calorimétricas das amostras raspadas de ambos os adesivos, Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, e que, aparentemente, não é observada nas amostras retiradas dos filmes "testemunho". Esta transição no aspecto das curvas, que usualmente não é visto na análise por DSC destes materiais, pode ser devida à liberação, pelo aquecimento, das tensões residuais acumuladas nos compósitos e resultantes dos esforços mecânicos aplicados no processo de raspagem das amostras [MOTHÉ, AZEVEDO, 2002]. Esta hipótese está de acordo com a suposição aventada no ensaio de TGA de que o esforço de raspagem introduz tensões mecânicas nas resinas, que aceleraram o processo de degradação.

Observa-se, também, nas curvas calorimétricas das amostras retiradas dos filmes "testemunho" de ambos os materiais, a existência, entre  $60^{\circ}$ C e  $80^{\circ}$ C, de uma reação endotérmica ("ombro") que pode ser resultante da ocorrência de uma reticulação adicional nas resinas [BAUSCH et al., 1981]. Esta descontinuidade nas curvas poderia, também, ser atribuída à temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) de um polímero, sem reticulação e resultante da polimerização de algum dos monômeros residuais, pois a  $T_g$  de polímeros a base de dimetacrilatos, tais como o Bis-GMA e o TEGDMA, ocorre nesta faixa de temperaturas (SIDERIDOU et al., 2002).

# 4.3.5 CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ALTA EFICIÊNCIA (HPLC)

Na cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) procurou-se separar os comonômeros presentes na composição química de cada adesivo, **Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT**, após a fotopolimerização, bem como quantificar os monômeros residuais que foram eluidos dos adesivos ortodônticos, a base de Bis-GMA e TEGDMA, após a imersão, por 20 dias, em saliva artificial e na solução ácida, na temperatura de 37°C.

Foi determinado o número de componentes de cada adesivo (análise qualitativa) e foi realizada uma análise comparando-se o material polimerizado ("como recebido"), considerado como "padrão", com os materiais envelhecidos por imersão nos agentes ambientais *in vitro*, saliva artificial (meio neutro) e solução ácida (meio ácido).

Não foi possível realizar uma análise quantitativa dos adesivos face:

- a) a identificação precisa dos monômeros exigir disponibilidade de "padrões" que permitam a obtenção isolada do cromatograma de cada material. Estes padrões são de acesso restrito e neste trabalho não puderam ser utilizados, pois a empresa VIGODENT S/A Indústria e Comércio, fabricante do Fill Magic Ortodôntico, não forneceu, embora tenham sido solicitadas, amostras das matérias primas empregadas na fabricação do adesivo;
- b) o grau de degradação destes materiais compósitos depende da composição química dos monômeros e oligômeros presentes, do grau de reticulação, do grau de conversão e das condições ambientais [PEUTZFELDT, 1997]. Verifica-se que os dados apresentados nos estudos publicados são, muitas vezes, contraditórios, apresentando uma grande discrepância entre si, pois os métodos de caracterização e avaliação utilizados não são padronizados, além de se observar uma grande variação na composição dos materiais analisados. Existem, inclusive, contestações a resultados publicados em periódicos internacionais [PULGAR et al., 1999; IMAI, 2000].

Os cromatogramas individuais obtidos por HPLC em amostras retiradas de filmes "testemunho" dos adesivos **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, após polimerização ("como recebido") e após exposição aos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, estão mostrados no **APÊNDICE 5**.

Na **Figura 4.16** estão mostrados sobrepostos os cromatogramas obtidos por HPLC em amostras retiradas de filmes "testemunho" após polimerização ("como recebido") destes dois materiais, onde se pode observar que a resina **Transbond XT** apresenta, para diferentes tempos de eluição, 8 (oito) "picos" bem definidos, enquanto que no **Fill Magic Ortodôntico** podem ser observados, nesta mesma faixa de tempos de eluição, apenas 7 (sete) "picos" com boa definição.

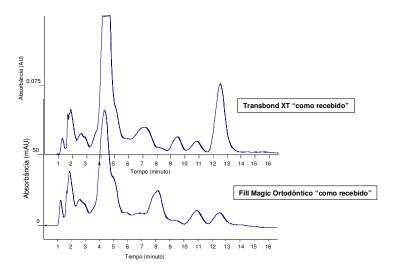


FIG. 4.16 - Sobreposição dos cromatogramas obtidos por HPLC em amostras retiradas de filmes "testemunho" dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, após polimerização ("como recebido")

Cada "pico" correspondente a um componente da resina e a área do "pico" pode ser relacionada com a quantidade do monômero residual extraído, no HPLC, pelo tetrahidrofurano (THF) [VÄKIPARTA et al., 2006].

A análise dos cromatogramas permite supor que os dois adesivos, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, têm, a menos dos componentes encontrados na faixa intermediária de tempos de eluição, composições similares, enfatizando a hipótese apresentada anteriormente na análise termogravimétrica (TGA) e na calorimetria diferencial de varredura (DSC). Pode-se, ainda, supor, conforme sugerido no FTIR, que o componente adicional encontrado no **Transbond XT** é, possivelmente, o Bis-EMA.

Na **Tabela 4.15** estão mostrados, para amostras extraídas dos filmes "testemunho", os tempos de eluição de cada "pico e as áreas dos "picos" de eluição corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras, para cada

adesivo, **Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT**, após polimerização ("como recebido").

TAB. 4.15 - Tempos de eluição e áreas dos "picos" de eluição corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT após polimerização ("como recebido"), em amostras extraídas dos filmes "testemunho"

Após polimerização ("como recebido")						
Fi	II Magic Ortodô	ntico		Transbond XT		
"Pico"	Tempo (min)	Área (UA)	"Pico"	Tempo (min)	Área (UA)	
1	1,197	511,8	1	1,230	121,6	
2	1,822	1779,5	2	1,821	530,7	
3	2,560	1365,2	3	2,553	311,6	
4	4,323	8539,7	4	4,383	4938,2	
5	8,122	2131,3	5	7,116	274,5	
		2101,0	6	9,431	315,0	
6	10,896	981,2	7	10,824	246,3	
7	12,531	899,1	8	12,508	1801,6	

A **Figura 4.17** mostra, por meio de gráficos de barras, as áreas dos "picos" de eluição corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras, para os dois adesivos, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, após polimerização ("como recebido").

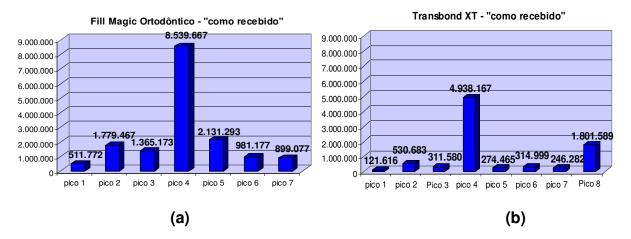


FIG. 4.17 - Áreas dos "picos" de eluição corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras, após polimerização ("como recebido") nos adesivos: (a) Fill Magic Ortodôntico; (b) Transbond XT

Uma comparação entre os resultados obtidos, cromatogramas, tempos de eluição e áreas dos "picos", e dados constantes da literatura [ELIADES et al., 1995; KOMURCUOGLU et al., 2005; MOHARAMZADEH et al., 2007], permite supor que o "pico" 7 do **Fill Magic Ortodôntico** e o "pico" 8 do **Transbond XT** estão referenciados ao Bis-GMA, enquanto que o "pico" 4, em ambos os adesivos, está correlacionado ao TEGDMA.

A análise das áreas dos "picos" em tempos de eluição aproximadamente iguais permite afirmar, com apenas uma exceção, que a quantidade de monômeros extraídos (residuais) no adesivo **Fill Magic Ortodôntico**, após polimerização, é maior do que no adesivo **Transbond XT**. A exceção está relacionada com o "pico" atribuído ao Bis-GMA, pois o "pico" 8 do **Transbond XT** mostra, em relação ao "pico" 7 do **Fill Magic Ortodôntico**, uma maior quantidade de material extraído.

Os tempos de eluição e as áreas dos "picos" de eluição corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras, determinados em amostras polimerizadas extraídas dos filmes "testemunho" dos adesivos **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, estão mostrados nas **Tabelas 4.16** e **4.17**, respectivamente, após imersão em saliva artificial e na solução ácida.

TAB. 4.16 - Tempos de eluição e áreas dos "picos" de eluição corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras, determinados em amostras polimerizadas extraídas dos filmes "testemunho" dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, após imersão em saliva artificial

Após imersão em saliva artificial					
Fi	II Magic Ortodô	ntico		Transbond X	ſΤ
"Pico"	Tempo (min)	Área (UA)	"Pico"	Tempo (min)	Área (UA)
1	1,164	445,3	1	1,242	73,6
2	1,787	1355,8	2	1,846	831,3
3	2,519	1187,9	3	2,907	158,6
4	4,167	5951,3	4	4,470	2589,2
5	7,733	1981,0	5	7,170	136,9
	7,733	1301,0	6	9,623	167,2
6	10,496	881,7	7	11,111	121,6
7	12,069	910,2	8	12,823	968,2

TAB. 4.17 - Tempos de eluição e áreas dos "picos" de eluição corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras, determinados em amostras polimerizadas extraídas dos filmes "testemunho" dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, após imersão na solução ácida

Após imersão na solução ácida					
Fi	II Magic Ortodô	ntico		Transbond X	T
"Pico"	Tempo (min)	Área (UA)	"Pico" Tempo (min) Área		
1	1,430	1403,0	1	1,232	105,2
2	1,874	1252,0	2	1,835	397,2
3	3,014	463,0	3	2,894	93,8
4	4,508	2753,0	4	4,405	1593,5
5	7,511	92,0	5	7,337	79,8
	7,511	32,0	6	9,524	133,2
6	11,199	516,1	7	10,958	120,2
7	12,851	418,2	8	12,637	779,3

A **Figura 4.18** mostra, por meio de gráficos de barras, as áreas dos "picos" de eluição corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras,

determinados em amostras polimerizadas de cada um dos adesivos, extraídas de filmes "testemunho" após imersão em saliva artificial e na solução ácida.

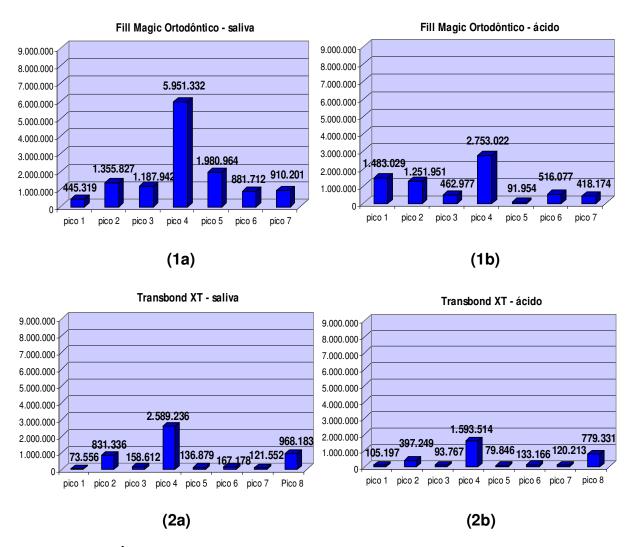


FIG. 4.18 - Áreas dos "picos" de eluição, corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras, determinadas em amostras polimerizadas dos adesivos (1) Fill Magic Ortodôntico e (2) Transbond XT retiradas de filmes "testemunho", nas seguintes condições: (a) após imersão em saliva artificial; (b) após imersão na solução ácida

A Figura 4.19 apresenta, em função do tempo de eluição, a variação dos valores das áreas dos "picos", corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras, determinados a partir dos cromatogramas obtidos por HPLC, para cada um dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Trasnbond XT, antes ("como recebido") e após imersão em saliva artificial e na solução ácida.

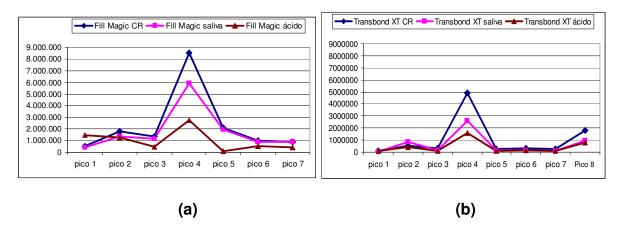


FIG. 4.19 – Variação, em função do tempo de eluição, das áreas dos "picos", corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras, "CR" e após imersão em saliva artificial e na solução ácida dos adesivos: (a) Fill Magic Ortodôntico; (b) Trasnbond XT

As **Tabelas 4.18** e **4.19** mostram a razão entre as áreas dos "picos" corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras após a imersão em saliva artificial e na solução ácida e as áreas dos "picos" do material "como recebido", em função do tempo de eluição, para, respectivamente, os adesivos **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**.

TAB. 4.18 - Razão entre as áreas dos "picos", corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras, após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, e as áreas dos "picos" do material "como recebido", do adesivo Fill Magic Ortodôntico, em função do tempo de eluição

Fill Magic Ortodôntico					
"Pico"	"Como recebido" (1)	Saliva (2)	Relação 2/1	Solução ácida (3)	Relação 3/1
1	511,8	445,3	0,87	1403,0	2,74
2	1779,5	1355,8	0,76	1252,0	0,70
3	1365,2	1187,9	0,87	463,0	0,34
4	8539,7	5951,3	0,70	2753,0	0,32
5	2131,3	1981,0	0,93	92,0	0,04
6	981,2	881,7	0,90	516,1	0,52
7	899,1	910,2	1,01	418,2	0,46

TAB. 4.19 - Razão entre as áreas dos "picos", corrigidas em relação à diferença entre as concentrações das amostras, após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, e as áreas dos "picos" do material "como recebido", do adesivo Trasnbond XT, em função do tempo de eluição

	Trasnbond XT					
"Pico"	"Como recebido" (1)	Saliva (2)	Relação 2/1	Solução ácida (3)	Relação 3/1	
1	121,6	73,6	0,60	105,2	0,86	
2	530,7	831,3	1,57	397,2	0,75	
3	311,6	158,6	0,51	93,8	0,30	
4	4938,2	2589,2	0,52	1593,5	0,32	
5	274,5	136,9	0,50	79,8	0,29	
6	315,0	167,2	0,53	133,2	0,42	
7	246,3	121,6	0,49	120,2	0,49	
8	1801,6	968,2	0,54	779,3	0,43	

Observa-se, quando se compara as áreas de eluição após a imersão dos adesivos polimerizados nos agentes ambientais, que, para os mesmos tempos de eluição, o adesivo Fill Magic Ortodôntico apresenta, em relação ao Transbond XT, uma maior quantidade de monômeros extraídos, independentemente do tipo de envelhecimento a que foram submetidos, imersão em saliva artificial ou na solução ácida. Em face destes resultados, pode-se afirmar, de uma maneira geral, que a resina Fill Magic Ortodôntico deve ser mais susceptível à degradação do que a Transbond XT.

A maior capacidade de liberação de substâncias não reagidas pelo adesivo **Fill Magic Ortodôntico** em relação ao **Transbond XT** pode ser atribuída ao seu menor grau de conversão (GC), pois o GC das matrizes poliméricas influencia o processo de eluição dos monômeros residuais existentes nas resinas compósitas; quanto maior o GC do compósito, menor é a quantidade de monômeros residuais extraídos pelo THF [SIDERIDOU et al., 2003; PARAIZO et al., 2004; VÄKIPARTA et al., 2006].

Comparando-se, ainda, as áreas de eluição dos "picos" referenciados ao Bis-GMA e ao TEGDMA após a imersão dos adesivos polimerizados nos agentes ambientais verifica-se que, entre os dois, o TEGDMA foi o monômero mais eluido, pois a sua menor molécula favorece a eluição.

Verifica-se, ainda, que, em ambos os adesivos, Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, a imersão em um meio neutro extraiu uma menor quantidade de substâncias dos compósitos do que a imersão em um meio ácido, pois as substâncias não reagidas de ambas as resinas foram mais eluídas na solução ácida do que na saliva artificial, confirmando resultados encontrados na literatura [PEUTZFEIDT, 1997; PARAIZO et al., 2004; MOHARAMZADEH et al., 2007]. Observa-se, também, que a absorção (*uptake*) do solvente pela matriz polimérica é função da diferença entre os seus parâmetros de solubilidade, sendo tanto maior quanto menor a diferença entre os parâmetros [CANEVAROLO JR., 2004; FERRACANE, 2006]. Assim, quando se compara o valor do parâmetro de solubilidade dos materiais envolvidos, verifica-se que o do ácido clorídrico está mais próximo ao das matrizes poliméricas do que o da saliva, o que, em conseqüência, deve facilitar a penetração e a difusão do ácido na matriz polimérica, proporcionando uma maior degradação dos adesivos.

De acordo com os resultados obtidos, sugere-se que a matriz polimérica da resina **Fill Magic Ortodôntico** apresenta uma estrutura mais linear, composta por metacrilatos mais hidrofílicos, facilitando sua interação com determinados solventes [FERRACANE, 2006; VÄKIPARTA et al., 2006]. Em conseqüência, a penetração de água ou do solvente pode iniciar um processo de degradação, o qual modifica a microestrutura da rede polimérica formando porosidades, por onde são liberados monômeros residuais, produtos de degradação e aditivos. Os monômeros residuais mais hidrofílicos, mais flexíveis, com menor quantidade de grupos polares são liberados mais facilmente. A alta densidade de ligações cruzadas, o alto grau de conversão da matriz e a menor solubilidade do solvente no polímero podem inibir este processo [SIDERIDOU et al., 2002; PARAÍZO et al., 2004; FERRACANE, 2006].

Observou-se, assim, que o menor grau de conversão apresentado pela resina **Fill Magic Ortodôntico** em relação à **Trasnbond XT**, conforme constatado na análise por FTIR, contribuiu para a eluição de monômeros residuais.

Foi constatado, por HPLC, que o envelhecimento *in vitro* das resinas **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, empregando soluções que simularam as condições existentes na cavidade bucal, produziu a liberação de uma quantidade significativa de monômeros residuais. Estes materiais liberados geram vários níveis de toxicidade na cavidade bucal, sendo importante, em razão disso, considerar a influência da degradação destes compósitos no ambiente oral. Em paralelo deve-se procurar desenvolver novos materiais com composições orgânicas modificadas que permitam a obtenção de melhores condições de polimerização para que se possa reduzir a liberação de monômeros residuais no ambiente oral.

#### 4.3.6 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

Os resultados individuais determinados no ensaio de microdureza Vickers (carga de 50g) dos filmes "testemunho" dos adesivos **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, após polimerização ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, estão mostrados no **APÊNDICE 6**.

A **Tabela 4.20** apresenta a média dos resultados obtidos no ensaio de microdureza Vickers com carga de 50g das amostras retiradas dos filmes "testemunho" dos adesivos **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, antes e após imersão nos agentes ambientais.

TAB. 4.20 - Valores de microdureza Vickers (carga de 50g) dos adesivos Fill Magic e Transbond XT, em amostras extraídas dos filmes "testemunho", após polimerização ("como recebido") e após imersão em saliva artificial e na solução ácida

Condição	Fill Magic Ortodôntico	Transbond XT
"Como recebido"	57	67
Após imersão em saliva artificial	38	44
Após imersão na solução ácida	41	54

Verifica-se, na **Tabela 4.20**, que os valores de microdureza variaram com o tipo de material adesivo e com a condição de envelhecimento. A resina adesiva **Transbond XT** apresentou os maiores valores de microdureza, antes e após

imersão nos agentes ambientais, indicando ser mais resistente do que a resina **Fill Magic Ortodôntico**, independentemente da condição de degradação. Observa-se, também, que a imersão nos agentes ambientais produziu uma redução no valor da dureza, que foi mais acentuada após a imersão em saliva artificial do que na solução ácida.

Verifica-se que existe uma relação direta entre os valores de dureza e a quantidade das partículas de reforço, bem como, com o grau de conversão. O adesivo **Transbond XT**, com uma maior percentagem de reforço (80%) é mais duro do que o **Fill Magic Ortodôntico**, com menor percentual (40%). Observa-se, em relação ao grau de conversão (GC), o mesmo tipo de variação, pois o GC do **Transbond XT** é superior ao do **Fill Magic Ortodôntico** [CHUNG, GREENER, 1990; ORÉFICE et al., 2003].

Verificou-se, na análise termogravimétrica (TGA), que não ocorreu perda de material de reforço (componente inorgânico) nos adesivos **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, após sua imersão nos agentes ambientais, saliva artificial ou solução ácida. Em conseqüência, pode-se considerar que a redução na dureza foi devida à degradação apresentada pelos adesivos compósitos e resultante de um processo de hidrólise [ALIPING-MCKENZIE et al., 2003; MEDEIROS et al., 2007; KOLDERUP, 2008].

A redução mais acentuada no valor da dureza após a imersão em saliva artificial, para ambos os adesivos, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, pode ser atribuída ao fato de que a imersão neste solvente (meio neutro) extraiu, conforme observado no HPLC, uma menor quantidade de substâncias dos compósitos do que a imersão na solução ácida (meio ácido). A maior quantidade de substâncias não reagidas nos adesivos torna-os mais flexíveis, facilitando, em conseqüência, o aprofundamento do penetrador, mostrando uma redução nas propriedades mecânicas dos compósitos, tal como a dureza [FERRACANE, 2006; MEDEIROS et al., 2007].

#### 4.3.7 ENSAIO DE ATRITO

Gráficos força x deslocamento típicos obtidos no ensaio de atrito, para cada condição estudada, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, e para cada adesivo empregado, Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, estão mostrados no APÊNDICE 7.

Os resultados individuais da força de atrito estática para cada subgrupo, bem como o valor médio, determinados a partir dos gráficos força x deslocamento obtidos no ensaio de atrito estão apresentados, também, no **APÊNDICE 7**.

# Determinação do coeficiente de atrito estático (µe)

As **Tabelas 4.21** e **4.22** apresentam para cada tipo de adesivo, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, os valores médios do coeficiente de atrito estático  $(\mu_e)$  obtidos a partir da média dos valores da força de atrito estática determinada no ensaio de atrito do conjunto dente-bráquete-fio, para cada condição estudada. Verifica-se que os valores determinados para o desvio padrão foram significativamente altos.

TAB. 4.21 - Valores médios da força de atrito estática e do coeficiente de atrito estático obtidos no ensaio de atrito do conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico colado com o adesivo Fill Magic Ortodôntico, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida

Adesivo	Fill Magic Ortodôntico					
	Força de at	rito estática (N)		nte de atrito tico (µ <sub>e</sub> )		
Condição	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão		
"Como recebido"	0,73	0,16	0,37	0,08		
Após imersão em saliva artificial	0,86	0,13	0,44	0,06		
Após imersão em solução ácida	1,05	1,95	0,53	0,27		

TAB. 4.22 - Valores médios da força de atrito estática e do coeficiente de atrito estático obtidos no ensaio de atrito do conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico colado com o adesivo Transbond XT, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida

Adesivo	Transbond XT				
	Força de at	rito estática (N)		nte de atrito stático	
Condição	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão	
"Como recebido"	0,87	0,14	0,44	0,07	
Após imersão em saliva artificial	0,78	0,18	0,39	0,09	
Após imersão em solução ácida	1,08	0,29	0,55	0,15	

Verifica-se que o coeficiente de atrito estático do conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico foi modificado pela imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, independentemente do tipo de adesivo empregado.

Observa-se, após a imersão em saliva artificial, um aumento no coeficiente de atrito estático do conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico colado com o adesivo Fill Magic Ortodôntico, enquanto que ocorre uma redução no seu valor para o conjunto colado com o Transbond XT. Após a imersão na solução ácida verifica-se um aumento no valor médio do coeficiente de atrito estático do conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico, independentemente do tipo de resina utilizada na colagem, Fill Magic Ortodôntico ou Transbond XT.

Na **Figura 4.20** está mostrado, sob a forma de um gráfico de barras, a variação, em ordem crescente, dos valores médios da força de atrito estática do conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico, em todas as condições estudadas, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, e para cada tipo de adesivo empregado, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**.

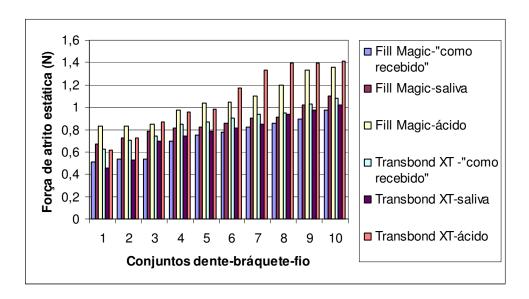


FIG. 4.20 – Valores médios da força de atrito estática obtidos no ensaio de atrito dos conjuntos dente-bráquete-fio, colados com as resinas Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida

Verifica-se, assim, que a imersão na solução ácida, independentemente do tipo de resina utilizada na colagem do bráquete ao dente, resultou em maiores valores de atrito interfacial bráquete-fio. Observa-se, ainda, que o conjunto colado com o adesivo **Fill Magic Ortodôntico**, na condição "como recebido", apresentou os menores valores de atrito.

A comparação dos resultados do material envelhecido, após imersão em saliva artificial e na solução ácida, com os do "como recebido" permite constatar que a imersão em saliva artificial reduziu o atrito interfacial no conjunto colado com o adesivo **Transbond XT**, enquanto que ocorreu o inverso no conjunto colado com o adesivo **Fill Magic Ortodôntico**, isto é, o atrito interfacial aumentou após a imersão.

O maior valor do coeficiente de atrito apresentado pelo conjunto dente-bráquetefio ortodôntico após imersão na solução ácida, quando comparado com os dos bráquetes "como recebido" e após imersão em saliva artificial, pode ser atribuído ao fato de que a imersão na solução ácida deve ter produzido maiores alterações na superfície da canaleta do bráquete e, conseqüentemente, uma maior rugosidade superficial [PRATTEN et al., 1990; MICHELBERGER, 2000]. A discrepância observada nos valores do coeficiente de atrito estático após a imersão em saliva artificial, aumento para o conjunto colado com **Fill Magic Ortodôntico** e redução para o colado com **Transbond XT**, pode ser atribuída ao fato de que a saliva artificial, um solvente praticamente neutro, não produziu grandes modificações na matriz de policarbonato, conforme mostrado no FTIR (**Item 4.2.2**). Esta consideração, aliada ao fato de que o desvio padrão foi alto nas duas condições, permite considerar, de um ponto de vista prático, que os valores determinados são da mesma ordem de grandeza e que a imersão em saliva artificial não modificou sensivelmente a força de atrito nas condições ensaiadas.

A variação observada nos resultados do ensaio de atrito, para todas as condições estudadas, sugere que os materiais empregados possam estar apresentando problemas na sua qualidade, conforme foi verificado na caracterização do fio ortodôntico utilizado (**Item 4.1.3**). Estes problemas podem reduzir a confiabilidade do ensaio de atrito, conforme indicado pelos altos valores do desvio padrão.

Em tratamentos ortodônticos que exijam, com freqüência, deslizamento do bráquete ao longo do fio e um controle rigoroso da ancoragem, está contra-indicada a utilização de materiais que possuem comportamentos imprevisíveis, no que se refere ao coeficiente de atrito estático, para que a perda de ancoragem, que é indesejável, seja evitada [PROFFIT, FIELDS, 2000]. Assim, a instabilidade verificada nos valores da força de atrito estática pode dificultar o planejamento da ancoragem na mecânica de deslize quando se utiliza este tipo de bráquete.

Observou-se, também, ao longo dos ensaios, que não ocorreu descolamento das interfaces dente-bráquete, podendo-se afirmar que ambas as resinas adesivas, **Fill Magic Ortodôntico** e **Transbond XT**, mesmo após as modificações físico-químicas resultantes do envelhecimento por imersão em saliva artificial e na solução ácida e considerando as solicitações mecânicas que ocorreram no ensaio de atrito, se mostraram eficazes para colagem dos bráquetes compósitos de matriz de policarbonato reforçada por fibra de vidro.

#### Avaliação da rugosidade superficial por processo mecânico

Os resultados individuais da rugosidade superficial das canaletas dos bráquetes determinados antes e após o ensaio de atrito, para as condições antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, estão apresentados no **APÊNDICE 8.** 

A **Tabela 4.23** apresenta as médias dos valores de rugosidade das superfícies das canaletas dos bráquetes compósitos, antes e após o ensaio de atrito, nas seguintes condições: "como recebido"; após imersão em saliva artificial e após imersão em solução ácida.

TAB. 4.23 - Valores médios da rugosidade superficial das canaletas dos bráquetes compósitos, obtidos antes e após o ensaio de atrito, nas seguintes condições: antes ("como recebido") e após imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida

	Antes d	o atrito	Após o atrito	
Condição	Rugosidade	Desvio padrão	Rugosidade	Desvio padrão
"Como recebido"	0,44	0,03	0,78	0,01
Após imersão em saliva artificial	0,80	0,06	0,92	0,04
Após imersão em solução ácida	1,26	0,04	1,54	0,05

Verifica-se que, de acordo com os resultados apresentados na **Tabela 4.23**, que a rugosidade da superfície das canaletas dos bráquetes aumentou após o envelhecimento por imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida. Observa-se, ainda, que a imersão na solução ácida influenciou grandemente o aumento da rugosidade. Verifica-se, também, que a canaleta do bráquete apresentou, após o ensaio de atrito, um aumento sensível na sua rugosidade. O baixo desvio padrão obtido nas medidas de rugosidade indica que o ensaio realizado com o rugosímetro digital apresenta, em relação ao ensaio de atrito, uma maior confiabilidade.

O aumento da rugosidade após a imersão nos agentes ambientais pode ser atribuído à degradação oxidativa apresentada pela matriz de policarbonato do bráquete conforme verificado ocorrer no FTIR (**Item 4.2.2**).

O aumento observado na rugosidade após o ensaio de atrito pode ser computado ao desgaste abrasivo que deve ter ocorrido na superfície interna do bráquete devido ao deslizamento do fio ortodôntico de aço inoxidável ao longo da canaleta do bráquete compósito, pois a matriz de PC do bráquete apresenta uma dureza muito inferior à do fio, respectivamente de ~18HV para ~515HV, conforme determinado nos ensaios de microdureza do bráquete (Item 4.2.5) e do fio ortodôntico (Item 4.1.2) [ZUFALL et al., 1998; GIOKA et al., 2004; GROSGOGEAT et al., 2006].

O aumento na rugosidade superficial dos bráquetes suporta os resultados obtidos no ensaio de atrito, pois se pode estabelecer uma relação entre a rugosidade superficial e o coeficiente de atrito estático, quanto maior a rugosidade superficial na canaleta do bráquete, maior o coeficiente de atrito estático entre as superfícies bráquete-fio [PRATTEN et al., 1990; BÁGGIO et al., 2007].

# Avaliação da rugosidade superficial por exame microscópico

As observações realizadas em um exame microscópico podem fornecer informações importantes sobre as condições de rugosidade e de degradação das superfícies examinadas. A análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) das superfícies internas dos bráquetes compósitos procurou determinar as alterações ocorridas nas canaletas dos bráquetes resultantes da imersão nos agentes ambientais e do ensaio de atrito. Assim, neste ensaio, procurou-se relacionar o aspecto microscópico da superfície interna do bráquete com os resultados obtidos no ensaio de atrito e na medida da rugosidade com o rugosímetro digital, pois, conforme já visto, a variação na rugosidade superficial influencia diretamente o atrito interfacial do conjunto bráquete-fio.

Microfotografias típicas, por microscopia eletrônica de varredura (MEV), das superfícies das canaletas dos bráquetes compósitos, antes e após envelhecimento por imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, e antes e após o ensaio de atrito, estão mostradas nas **Figuras 4.21** a **4.23**, onde são observados aspectos característicos da rugosidade superficial em materiais poliméricos, de acordo com os critérios clássicos para a sua identificação e avaliação.

O exame sob baixos aumentos permite verificar que o bráquete "como recebido", antes do ensaio de atrito, apresenta uma superfície interna razoavelmente lisa onde se observa uma leve ocorrência de fibras de reforço no plano da matriz (**Figura 4.21**, **1a**). Verifica-se, nas amostras envelhecidas, mas antes do ensaio de atrito (**Figura 4.21**, **1b** e **1c**), um melhor delineamento das fibras de reforço. Na observação das amostras não envelhecidas e envelhecidas, após o ensaio de atrito (**Figura 4.21**, **2a**, **2b** e **2c**), verifica-se uma visualização mais nítida das fibras, mostrando que elas ocorrem, aparentemente, com uma maior concentração. Estas observações sugerem que, possivelmente, ocorreu uma extração do material da matriz com o envelhecimento e com o ensaio de atrito, modificando, em relação ao material "como recebido", a rugosidade superficial da matriz de policarbonato dos bráquetes nestas condições.

As **Figuras 4.22** e **4.23** mostram, sob maiores aumentos, as superfícies das canaletas dos bráquetes compósitos, permitindo uma melhor identificação das modificações produzidas na sua rugosidade superficial e resultantes do envelhecimento por imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, e do ensaio de atrito.

Verifica-se que a imersão em saliva artificial não produziu, em relação ao material "como recebido", grandes alterações no aspecto da superfície das canaletas dos bráquetes (**Figuras 4.22**, **1a** e **1b** e **4.23**, **1a** e **1b**). Observa-se, nestas duas condições, que a matriz de policarbonato apresenta uma superfície plana com estrias e fibras de vidro do reforço distribuídas aleatoriamente na matriz.

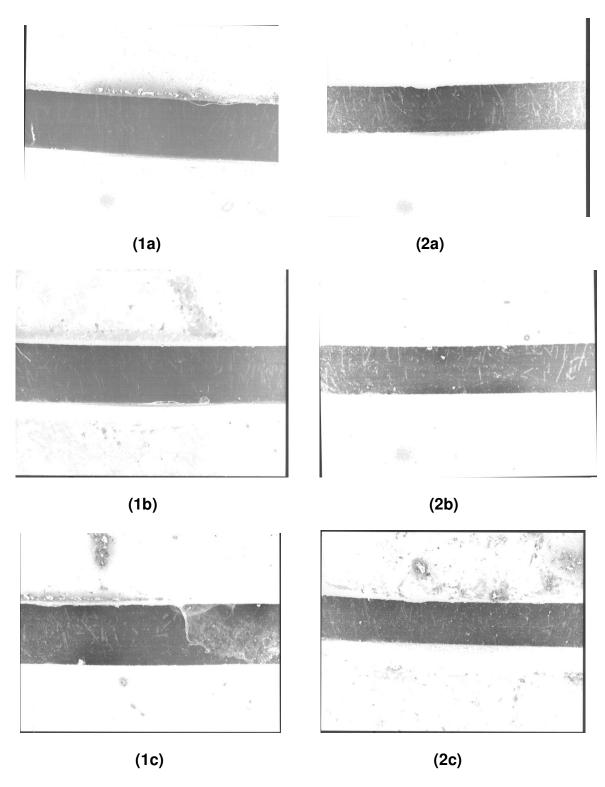


FIG. 4.21 – Microfotografias, por MEV, das superfícies das canaletas dos bráquetes compósitos, (1) antes e (2) após o ensaio de atrito, nas seguintes condições: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução ácida (aumento original: 50x)

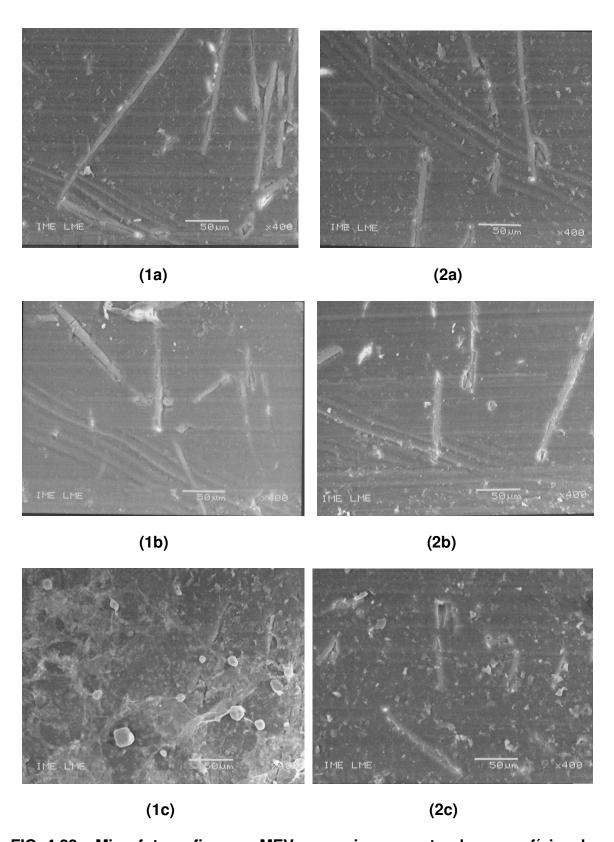


FIG. 4.22 – Microfotografias, por MEV, em maior aumento, das superfícies das canaletas dos bráquetes compósitos (1) antes e (2) após o ensaio de atrito, nas seguintes condições: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão em solução ácida (aumento original: 400x)

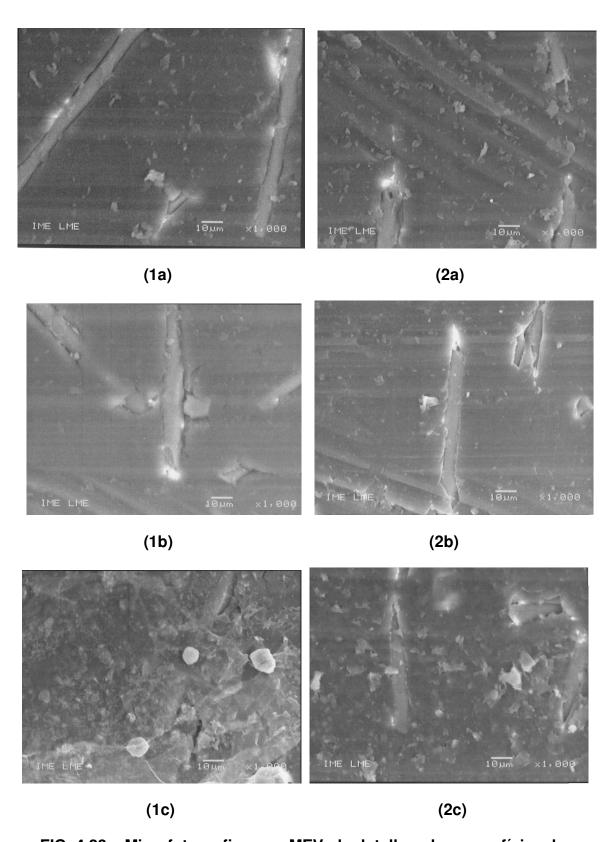


FIG. 4.23 – Microfotografias, por MEV, de detalhes das superfícies das canaletas dos bráquetes compósitos (1) antes e (2) após o ensaio de atrito, nas seguintes condições: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução ácida (aumento original: 1000x)

Verifica-se, ainda, a ocorrência de vazios na região entre a matriz de PC e o reforço de fibra de vidro mostrando que o compósito não apresenta uma boa adesão interfacial [RÊGO et al., 2007]. Observa-se, embora não tenham sido identificadas grandes modificações no aspecto superficial das canaletas, que no material envelhecido por imersão em saliva artificial ocorre uma melhor visualização do material de reforço e um aumento na largura dos vazios interfaciais (**Figuras 4.23**, **1a** e **1b**), indicando que, nesta condição, ocorreu uma degradação adicional na matriz de policarbonato, aumentado a concentração relativa do reforço.

A observação da superfície das canaletas dos bráquetes após a sua imersão na solução ácida mostra, em relação ao material "como recebido" e ao imerso em saliva artificial, um aspecto completamente diferente, pois apresenta uma superfície mais rugosa, trincas e pequenas partículas sacadas fora (*pull-out particles*) que se distribuem aleatoriamente na superfície do compósito (**Figuras 4.22**, **1c** e **4.23**, **1c**). A existência destes distintos aspectos topográficos indica que a imersão na solução ácida produziu uma maior degradação no compósito, resultante, provavelmente, do ataque químico produzido pela solução ácida que removeu partes da matriz de policarbonato.

A observação microscópica após o ensaio de atrito (Figuras 4.22, 2a, 2b e 2c e 4.23, 2a, 2b e 2c) identifica aspectos topográficos semelhantes àqueles observados no material antes do ensaio, mas mostra, também, que a rugosidade superficial das canaletas dos bráquetes foi modificada pela fricção produzida na matriz polimérica devido ao atrito do fio ortodôntico. Nota-se que a canaleta dos bráquetes após o ensaio de atrito apresenta, em relação ao material não ensaiado, variações nos aspectos topográficos, tais como, superfícies mais lisas, fibras de reforço mais proeminentes e menor quantidade de partículas distribuídas superficialmente.

Esta variação nos aspectos topográficos, maior para o material que foi imerso na solução ácida, confirma que o ensaio de atrito produziu um desgaste superficial na canaleta dos bráquetes. A maior proeminência das fibras de reforço em relação à matriz de policarbonato produz uma maior irregularidade superficial, confirmando os superiores valores de rugosidade apresentadas pelas amostras utilizadas no ensaio de atrito. Assim, pode-se supor que o material que foi imerso na solução ácida ofereceu a maior resistência ao atrito e que para as outras condições, "como

recebido" e após imersão em saliva artificial, os valores de resistência foram menores, mas próximos [MICHELBERGER et al., 2000; GROSGOGEAT et al., 2006].

As observações do exame microscópico por MEV estão de acordo com o determinado nos ensaios físico-químicos e suportam os resultados do ensaio de atrito e a determinação da rugosidade com o rugosímetro digital, confirmando a influência dos agentes ambientais e do ensaio de atrito na rugosidade da superfície das canaletas dos bráquetes compósitos de matriz de policarbonato reforçada por fibra de vidro.

Finalmente, pode-se afirmar que a rugosidade superficial dos dispositivos utilizados, bráquete e fio ortodôntico, afeta diretamente o tratamento ortodôntico, pois quanto maior for esta rugosidade maior será a resistência à fricção durante a mecânica de deslize. Um aumento na rugosidade exige, para que se possa realizar a movimentação dentária, um aumento no valor da força necessária para o deslizamento da canaleta do bráquete no arco [MENEZES et al., 2006].

## 5 CONCLUSÕES

A análise dos resultados obtidos nesta dissertação aliada com informações da literatura permite concluir que:

- → A resina adesiva **Transbond XT**, em relação à **Fill Magic Ortodôntico**, apresenta maior grau de reticulação, maior grau de conversão, maior dureza e maior estabilidade térmica.
- → Monômeros residuais e componentes degradados dos adesivos Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT foram extraídos pelos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida, principalmente por este último.
- → O envelhecimento por imersão em saliva artificial e na solução ácida produziu modificações estruturais nas resinas compósitas e na matriz de policarbonato do bráquete compósito.
- → O pH do meio de imersão influenciou a degradação das resinas compósitas, sendo que o meio ácido provocou maior degradação que o neutro (saliva artificial).
- → A obtenção de amostras por raspagem da interface dente-bráquete produziu uma degradação mecânica adicional nas resinas adesivas Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT.
- → A matriz de policarbonato dos bráquetes mostrou-se pouco sensível à imersão nos agentes ambientais, saliva artificial e solução ácida. Entretanto, estes agentes, em especial a solução ácida, provocaram um aumento na rugosidade superficial das canaletas dos bráquetes e no atrito interfacial bráquete-fio ortodôntico.
- → O deslizamento do fio sobre o bráquete aumentou a rugosidade da canaleta do bráquete, o que deve resultar em um maior atrito em mecânicas de deslize efetuadas no tratamento ortodôntico.
- → O alto grau de reticulação apresentado pelas resinas e a resistência interfacial bráquete-dente verificada no ensaio de atrito sugere que as condições de polimerização empregadas são adequadas para o procedimento de colagem do bráquete no dente.

- → As resinas poliméricas estudadas mostraram-se sensíveis à sua imersão nos agentes ambientais, mas mostraram ser eficazes para função a que se destinam.
- → A utilização do bráquete polimérico estudado não é adequado para serem empregados em tratamentos ortodônticos que exijam, com freqüência, o deslizamento do bráquete ao longo do fio e um controle rigoroso da ancoragem.

### 6 SUGESTÕES

- → Aumentar o tempo de exposição dos bráquetes compósitos aos agentes ambientais por, pelo menos, 06 (seis) meses e comparar os resultados de ensaios físico-químicos e mecânicos com valores referentes aos bráquetes metálicos.
- → Estudar outros métodos de polimerização complementar, a fim de minimizar a quantidade de monômeros residuais nas resinas ortodônticas.
- → Obter padrões dos monômeros das resinas para a obtenção de cromatogramas HPLC isolados, visando a identificação qualitativa dos componentes das resinas eluidos nos meios estudados.
- → Determinar o comportamento do conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico *in vivo*, comparando-o com os resultados obtidos no comportamento *in vitro*.

#### 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALIPING-MCKENZIE, O.M., LINDEN, R.W.A.; NICHOLNON, J.W. The effect of saliva on surface hardness and water sorption of glass-ionomers and "compomers". **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, v.14, n.10, p.869-873, 2003.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Norma ASTM D3417, Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differencial Scanning Calorymetry (DSC), Standard Test Methods for, Philadelphia, PA, 1999.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Norma ASTM D3418, Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differencial Scanning Calorymetry (DSC), Standard Test Methods for, Philadelphia, PA, 2003.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Norma ASTM E384, Microindentation hardness of Materials. Standard Test Methods for, 1999.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Norma ASTM E8, Tension Testing of Metallic Materials. Standard Test Methods for ,2000.
- ANUSAVICE, K.J. **Phillips Materiais Dentários**. 11<sup>a</sup> ed. Rio de Janeiro: Elsevier Editora Ltda, 2005.
- ARAÚJO, E.S.; KHOURY, H.J.; SILVEIRA, S.V. Effects of gamma-irradiation on some properties of durolon polycarbonate. **Radiation Physics and Chemistry**, v.53, p.79-84, 1998.
- BÁGGIO, P.E.; TELLES, C.S.; DOMICIANO, J.B. Avaliação do atrito produzido por bráquetes cerâmicos e de aço inoxidável, quando combinados com fios de aço inoxidável. **R Dental Press Ortodon Ortop Facial**, v.12, n.1, p.67-77, 2007.
- BASTOS, R.A.; FERREIRA, F.A.C.; CARVALHO, P.E.G.; KIMURA, A.S.; PANASSOLO, G.; GURGEL, J.A. Análise da relação carga/deflexão de fios ortodônticos de titânio-Nióbio e aço inoxidável. **Ortodontia SPO**, v.40, p.191-196, 2007.

- BAUSCH, J.R.; DELANGE, C. DAVIDSON, C.L. The influence of temperature on some physical properties of dental composites. **J. Oral Rehabil.**, v.8. p.309-317, 1981.
- BAZAKIDOU, E.; NANDA, R.S.; DUNCANSON, M.G.; SINHA, P. Evaluation of frictional resistance in esthetic brackets. **American J. Orthodontic Dentofacial Orthopedic**, v.112, n.2, p.138-144, 1997.
- BERGER, J.L. The influence of the SPEED bracket's self-ligating design on force levels in tooth movement: a comparative in vitro study. **American J. Orthodontic Dentofacial Orthopedic**, v.97, n.3, p.219-228, 1990.
- BHASCAR, S.N. **Histologia e Embriologia Oral de Orban**. 8ª Ed. São Paulo: Artes Médicas, 1978.
- BILLMEYER JR., F.W. **Textbook of Polymer Science.** Third Edition. New York: John Wiley & Sons, 1984.
- CACCIAFESTA, V.; SFONDRINI, M.F.; RICCIARDI, A.; SCRIBANTE, A.; KLERSY, C.; AURICCHIO, F. Evaluation of friction of stainless steel and esthetic self-ligating brackets in various bracket-archwire combinations. **American J. Orthodontic Dentofacial Orthopedic,** v.124, n.4, p.395-402, 2003.
- CACCIAFESTA, V.; SFONDRINI, M.F.; SCRIBANTE, A. Plasma arc versus halogen light-curing of adhesive-precoated orthodontic brackets: A 12-month clinical study of bond failures. **American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, v. 126, p.194-199, 2004.
- CALHEIROS, F.C.; BRAGA, R.R.; KAWANO, Y.; BALLESTER, R.Y. Relationship between contraction stress and degree of conversion in restorative composites. **Dental Materials**, v.20, p.939-946, 2004.
- CALLISTER JR., W.D. Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma introdução. 5ª Edição. Rio de Janeiro: Ed. LTC S.A., 2002.
- CALLISTER JR., W.D. **Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais**. 2ª Edição. Rio de Janeiro: Ed. LTC S.A., 2006.
- CANEVAROLO JR., S.V. Ciência dos Polímeros. São Paulo: Artliber Editora Ltda., 2004.

- CHEVITARESE, O.; RUELLAS, A. C. O. **Bráquetes ortodônticos Como utilizá- los.** São Paulo: Livraria Santos Editora, 2005.
- CHUNG, K.H.; GREENER, EH. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. **J Oral Rehabil.**, v.17, p.487-494, 1990.
- CRAIG, R. G.; POWERS, J. M. **Materiais dentários restauradores**. 11° Ed. São Paulo: Livraria Santos Editora, 2004.
- DELPECH, M.C.; COUTINHO, F.M.B.; HABIBE, M.E.S. Bisphenol A-based polycarbonates: characterization of commercial samples. **Polymer Testing**, v.21, p.155-161, 2002.
- DUMITRIU, S. Polymeric biomaterials. New York: Marcel Dekker, 1994.
- ELIADES, T.; ELIADES, G.; BRANTLEY, W.A.; JOHNSTON, W.M. Residual monomer leaching from chemically cured and visible light-cured orthodontic adhesives. **American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, v.108, p.316-321, 1995.
- ELIAS, C.N.; LOPES, H.P. **Materiais Dentários Ensaios Mecânicos**. São Paulo: Livraria Santos Editora, p.161, 2007.
- ELZUBAIR, A.; SUAREZ, J.C.M.; BONELLI, C.M.C.; MANO, E.B. Gel fraction measurements in gamma-irradiated ultra high molecular weight polyethylene. **Polymer Testing**, v.22, p.647, 2003.
- FEILZER, A.J. & DAUVILLIER, B.S. Effect of TEGDMA/BisGMA Ratio on Stress Development and Viscoelastic Properties of Experimental Two-paste Composites. **J. Dent. Res.**, v.82, n.10, p.824-828, 2003.
- FELDNER, J.C.; SARKAR, N.K.; SHERIDAN, J.J.; LANCASTER, D.M. In vitro torque deformation characteristics of orthodontic polycarbonate brackets. **Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.**, v.106, n.3, p.265-271, 1994.
- FERRACANE, J.L. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental. **Dental Materials**, v.22, p.211–222, 2006.

- FERRACANE, J.L.; CONDON, J.R. Rate of elution of leachable components from composite. **Dental Materials**, v. 6, n. 4, p.282-287, 1990.
- FINER, Y.; JAFFER, F.; SANTERRE, J.P. Mutual influence of cholesterol esterase and pseudocholinesterase on the biodegradation of dental composites. **Biomaterials**, v.25, p.1787–1793, 2004.
- FONSECA, A. **Curso de Mecânica Dinâmica**. Rio de Janeiro, RJ: Editora LTC S.A., v.3, p.23, 1975.
- GIOKA, C.; BOURAUEL, C.; ZINELIS, S.; ELIADES, T.; SILIKAS, N.; ELIADES, G. Titanium orthodontic brackets: structure, composition, hardness and ionic release. **Dent. Mater.**, v.20, p.693-700, 2004.
- GLEASON, W.B. **Bioabsorbable polymers.** [online]. 1998. Disponível: http://courses.ahc.umn.edu/medical-school/BMEn/5001/notes/bioabs.html [capturado em 01 de setembro de 2007].
- GORNI, A.A. Introdução aos Plásticos. [online]. Editor Técnico, **Revista Plástico Industrial**. 2003. Disponível: http://www.gorni.eng.br/intropol.html [Capturado em 14/05/07].
- GROSGOGEAT, B.; JABLONSKA, E.; VERNET, J.-M.; JAFFREZIC, N.; M. LISSAC, PONSONNET, L. Tribological response of sterilized and un-sterilized orthodontic wires. **Mater. Sci. Eng.**, v.26C, p.267-272, 2006.
- GURGEL, J. A.; RAMOS, A. L.; KERR, S.D. Fios Ortodônticos. R. Dental Press Ortodon. Ortop. Facial, v. 6, n. 4, p.103-114, 2001.
- HELMUS, M.N.; TWEDEN, K.S.; HARASAKI, H.; JONES, M.; BLEVITT, J.M.; CRAIG, W.S.; PIERSCHBACHER, M.: Accelerated healing of cardiovascular textiles promoted by an RGD peptide. **J. Heart Valve Dis.**, p.90-97, 1995.
- IMAI, Y. Comments on "Determination of bisphenol A and related aromatic compounds released from Bis-GMA based composites and sealants by high performance liquid chromatography. Environmental Health Perspectives, v.108, p.41-42, 2000.

- JAFFER, F.; FINER, Y.; SANTERRE, J.P. Interactions between resin monomers and commercial composite resins with human saliva derived esterases. **Biomaterials**, v.23, p. 1707–1719, 2002.
- JANG, B.N.; WILKIE, C.A. The thermal degradation of bisphenol A polycarbonate in air. **Thermochimica Acta**, v.426, n.1-2, p.73-84, 2005.
- KAPILA, S.; SACHDEVA, R. Mechanical properties and clinical applications of orthodontic wires. **Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.**, v.96, n.2, p.100-109, 1989.
- KARAMOUZOS, A.; ATHANASIOU, A.E.; PAPADOPOULOS, M.A. Clinical characteristics and properties of ceramic brackets: A comprehensive review. **Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.**, v.112, n.1, p.34-40, 1997.
- KHALICHI, P.; CVITKOVITCHA, D.G.; SANTERREA, J.P. Effect of composite resin biodegradation products on oral streptococcal growth. **Biomaterials**, v.25, 5467–5472, 2004.
- KHATRI, C.A.; ANTONUCCI, J.M.; STANSBURY, C.R.; SCHULTHEISZ, C.R. Synthesis, Characterization and Evaluation of Urethane Derivates of Bis-GMA. **Dental Materials**, v.19, n.7, p.584, 2003.
- KIM, S.; JANG, J. The measurement of degree of conversion for Bis-GMA/Silica composites by FT-IR spectroscopy. **Polymer Testing**, v.15, p.559-571, 1996.
- KOLDERUP, A.R. Micro-hardness of dental filling materials before and after exposure to low-pH beverages. [online]. 2008. Disponível: http://www.uib.no/ood/forskning/div-pres/Dentsply-Anne-linn-04. Capturado: [20-02-2008].
- KOMURCUOGLU, E.; OLMEZ, S.; VURAL, N. Evaluation of residual monomer elimination methods in three different fissure sealants in vitro. **Journal of Oral Rehabilitation**, v.32, p.116-121, 2005.
- KUSY, R.P.; WHITLEY, J.Q. Frictional resistances of metal-lined ceramic brackets versus conventional stainless steel brackets and development of 3-D friction maps. **Angle Orthodontic**, v.71, n.5, p.364-374, 2001.

- LARSEN-BASSE, J. **Solid Friction**. In: Friction, Lubrication, and Wear Technology ASM Hanbook, editado por P.J. Blau. Metals Park, Ohio: ASM International. 1992. Volume 18. p.25.
- LIN, B.A.; JAFFER, F.; DUFF, M. D.; TANG, Y.W.; SANTERRE. Identifying enzyme activities within human saliva which are relevant to dental resin composite biodegradation. **Biomaterials**, v.26, p.4259–4264, 2005.
- MANO, E.B.; DIAS, M.L.; BONELLI, C.M.C. The engineering materials and the recycled plastics. Latin American Applied Research, v. 25, n.3, p.169-176, 1995.
- MANO, E.B.; MENDES, L.C. Introdução a polímeros. 2ª Edição. São Paulo: Ed. Edgard Blücher Ltda, 1999.
- MARINHO, J.R.D. **Macromoléculas e Polímeros**. São Paulo: Ed. Manole Ltda., 2005.
- MARTINS, M.; MENDES, A.M.; ALMEIDA, M.A.O.; GOLDNER, M.T.A.; RAMOS, V.F.; GUIMARÃES, S.S. Estudo comparativo entre as diferentes cores de ligaduras elásticas. **R. Dental Press Ortodon. Ortop. Facial**, v. 11, n. 4, p. 81-90, 2006.
- MATINLINNA, J.P.; LASSILA, L.V.J.; KANGASNIEMI I. Shear bond strenght of Bis-GMA resin and methacrylated dendrimer resins on silanized titanium substrate. **Dental Materials**, v.21, n.3, p.287, 2005.
- MEDEIROS, I.S.; GOMES, M.N.; LOGUERCIO, A.D. Diametral tensile strength and vickers hardness of a composite after storage in different solutions. **Journal of Oral Science**, v.49, n.1, p.61-65, 2007.
- MELING, T.R.; ODEGAARD, J.; HOLTHE, K.; SEGNER, D. The effect of friction on the bending stiffness of orthodontic beams: A theoretical and in vitro study. **Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.**, v.112, n.1, p.41-40, 1997.
- MENDES, L.C.; TEDESCO, A.D.; MIRANDA, M.S. Determination of degree of conversion as a function of depth of a photo-initiated dental restoration composite. **Polymer Testing**, v.24, p.418-422, 2005.

- MENDES, L.C.; TEDESCO, A.D.; MIRANDA, M.S.; BENZI, M.R.; CHAGAS, B.S. Determination of degree of conversion as a function of depth of a photo-initiated dental restoration composite—II application to commercial *SureFil.* **Polymer Testing**, v.24, p.942-946, 2005.
- MENDES, L.C.; TEDESCO, A.D.; MIRANDA, M.S.; BENZI, M.R.; CHAGAS, B.S. Determination of degree of conversion as a function of depth of a photo-initiated dental restoration composite—III application to commercial Prodigy Condensable. **Polymer Testing**, v.24, n.8, p.963-968, 2005.
- MENEZES, L.M.; LIMA E.M.S.; RIZZATTO, S.M.D.; THIESEN, G.; REGO, M.V.N.N.; CUMERLATO, M.L.; ZARDO, P. Avaliação da superfície de bráquetes de titânio após a aplicação de fluoreto de sódio. **Revista Dental Press de Ortodontia e Ortopedia Facial**, v.11, n.3, p.93-103, 2006.
- MICHELBERGER, D.J.; EADLE, R.L.; FAULKER, M.G.; GLOVER, K.E.; PRASAD, N.G.; MAJOR, P.W. The friction and wear patterns of orthodontic brackets and archwires in the dry state. **Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.**, v.118, n.6, p.662-674, 2000.
- MOHARAMZADEH, K.; VAN NOORT, R.; BROOK, I.M.; SCUTT, A.M. HPLC analysis of components released from dental composites with different resin compositions using different extraction media. **J Mater Sci Mater Med**, v.18, p.133-137, 2007.
- MORELLI, R. Catálogo commercial Dental Morelli Itda. São Paulo, 2007.
- MOSZNER, N.; SALZ, U. New developments of polymeric dental composites. **Progress in Polymer Science**, v.26, p.535-576, 2001.
- MOTHÉ, C.G.; AZEVEDO, A.D. **Análise térmica de polímeros**. São Paulo: Editco Comercial Ltda., 2002.
- NARSAVAGE-HEALD, D.M. Poliaspartatos térmicos são uma alternativa biodegradável para substituir poliacrilatos e outros polímeros solúveis em água utilizados atualmente. 2007. Disponível: http://academic.scranton.edu/faculty/CANNM1/polymer/polymermoduleport.html [Capturado em 23/08/2007].

- NASSIF, A.C.S.; RAMOS, D.L.P.; TIERI, F.; MATSUMOYO, I.T.; FRANCHIM, G.H.; MARIN, G.; IMPARATO, J.C.P., organizador. **Banco de Dentes Humanos.** Curitiba: Editora Maio, cap.9, p.131-42, 2003.
- NISHIO, C.; MOTTA, A.F.J.; ELIAS, C.N.; MUCHA, J.N. In vitro evaluation of frictional forces between archwires and ceramic brackets. **Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop**, v.125, p.56-64, 2004.
- OBICI; A.C.; SINHORETI, M.A.C.; FROLLINI, E.; SOBRINHO, L.C.; CONSANI, S. Degree of conversion and knoop hardness of Z250 composite using different photo-activation methods. **Polymer Testing**, v.24, p.814-818, 2005.
- ORÉFICE, R.L.; DISCACCIATI, J.A.C.; NEVES, A.D.; MANSUR, H.S.; JANSEN, W.C. In situ evaluation of the polymerization kinetics and corresponding evolution of the mechanical properties of dental composites. **Polymer Testing**, v.22, p.77-81, 2003.
- ORÉFICE, R.L.; PEREIRA, M.M.; MANSUR, H.S. **Biomateriais: Fundamentos & Aplicações**. Rio de Janeiro: Editora Cultura Médica, p.484, 2006.
- PAKULL, R., GRIGO, U., FREITAG, D. Rapra Review Reports Current Developments in Materials Technology and Engineering, Report 42, Polycarbonates, Pergamon Press, 1991.
- PARAIZO, M.A.; MENDES, L.C.; GOMES, A.S.; MIRANDA, M.S.; AMARAL, A.C.F. Degradation of a dental filling material after high caries challenge. **Materials Research**, v.7, n.4, p.639-642, 2004.
- PEUTZFELDT, A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. **Eur. J. Oral Sci.**, v.105, p.97–116, 1997.
- PITMAN, G.L.; WARD, I.M.; DUCKETT, R.A. The effects of thermal pre-treatment and molecular weight on the impact behaviour of polycarbonate. **Journal of Materials Science**, v.13, p.2092-2104, 1978.
- POWERS, J.M.; BAYNE, S.C.. Friction and Wear of Dental Materials. In: Friction, Lubrication, and Wear Technology ASM Hanbook, editado por P.J. Blau. Metals Park, Ohio: ASM International. 1992. Volume 18. p.665.
- PULGAR, R.; SERRANO, M.F.O.; FERTRELL, A.N.; RIVAS, A.; PAZOS, P.; PEDRAZA, V.; NAVAJAS, J.M.; OLEA, N. Determination of bisphenol A and related aromatic compounds released from Bis-GMA based composites and

- sealants by high performance liquid chromatography. Environmental Health Perspectives, v.108, p.21-27, 2000.
- PRATTEN, D.H.; POPLI, K.; GERMANE, N.; GUNSOLLEY, J.C. Frictional resistance of ceramic and stainless steel orthodontic brackets. **Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.**, v.98, n.5, p.398-403, 1990.
- PROFFIT, W.R.; FIELDS, H.W.JR. **Ortodontia Contemporânea**. 3ª Edição. Rio de Janeiro: Editora Guanabara Koogan S.A., 2000.
- RATNER, B.D.; HOFFMAN, A.S.; SCHOEN, F.J.; LEMONS, J.E. **Biomaterials**Science An Introduction to Materials in Medicine. Califórnia: Editora Academic Press, p.58, 1996.
- RÊGO, L.C.N.; ELZUBAIR, A.; MIGUEZ SUAREZ, J.C., Resistência interfacial de um conjunto dente-bráquete polimérico: influência do ciclamento térmico, Anais do I ENEBI, Petrópolis (Itaipava), RJ, 2007 (Trabalho Enebi 090).
- RIX, D.; FOLEY, T.F.; MAMANDRAS, A. Comparison of bond strength of three adhesives: Composite resin, hybrid GIC, and glass-filled GIC. **Am. J. Orthodontic Dentofacial Orthopedic**, v.119, p.36-42, 2001.
- SEELY, F.B.; ENSIGN, N.E.; JONES, P.G. **Analytical Mechanics for Engineers.** New York: Editora John Wiley & Sons, INC, 1959.
- SIDERIDOU, I.D.; TSERKI, V.; PAPANASTASIOU, G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. **Biomaterials**, v.23, p.1819-1829, 2002.
- SIDERIDOU, I.D.; TSERKI, V.; PAPANASTASIOU, G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. **Biomaterials**, v.24, p.655-665, 2003.
- SIDERIDOU, I.D.; ACHILIAS, D.S. Elution study of unreacted Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, and Bis-EMA from light-cured dental resins composites using HPLC. **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, v.74, n.1, p.617-626, 2005.
- SIDERIDOU, I.D.; KARABELA, M.M.; BIKIARIS; D.N. Aging studies of light cured dimethacrylate-based dental resins and a resin composite in water or ethanol/water. **Dental Materials**, v.23, p. 1142-1149, 2007.

- SMITH, R.T.; SHIVAPUJA, P.K. The evaluation of dual cement resins in orthodontic bonding. **Am. J. Ortho. Dentofacial Orthop.**, v103, n.5, p.448-451, 1993.
- SÖDERHOLM, K.J.; MARIOTTI, A. Bis-GMA Based resins in dentistry: Are they safe? **J. Am. Dent. Assoc.**, v. 130, n. 2, p. 201-209, 1999.
- SUZUKI, K.; ISHIKAWA, K.; FURUTA, H.; NISHIMURA, F. Content and release of bisphenol A from polycarbonate dental products. **Dental Materials Journal**, v.19, p.389-95, 2000.
- THORSTENSON, G.; KUSY, R. Influence of stainless steel inserts on the resistance to sliding of esthetic brackets with second-order angulation in the dry and wet states. **Angle Orthodontic**, v.73, n.2, p. 167-75, 2003.
- THYLSTRUP, A.; FEJERSKOV, O. **Tratado de Cariologia.** Rio de Janeiro: Editora Cultura Médica Ltda., p.170, 1988.
- TIDY, D.C.; ORTH, D. Frictional forces in fixed appliances. **Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.**, v.96, n.3, p.249-254, 1989.
- TOTTEN, G.E.; FILHO, A.I.; GOUVÉA, C.A.R.; NETO, A.; CASTELETTI L.C. Development of rolling mill for rectangular orthodontic wires production. **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**, v.24, n.1, p.450-455, 2007.
- TSELEPIS, M.; BROCKHURST, P. WEST, V.C. The dynamic frictional resistance between orthodontic brackets and arch wires. **American J. Orthodontic Dentofacial Orthopedic**, v.106, n.2, p.131-138, 1994.
- USÜRMEZ, S.; BÜYÜKYILMAZ, T.; KARAMAN, A.I.; GÜNDIIZ, B. Degree of conversion of two lingual retainer adhesives cured with different light sources. **Europen Journal of Orthodontics**, v.27, p.173-179, 2005.
- VÄKIPARTA, M.; PUSKA, M.; VALLITTU, P.K. Residual monomers and degree of conversion of partially bioresorbable fiber-reinforced composite. **Acta Biomaterialia**, v.2, p.29-37, 2006.
- VAUGHAN, J.L.; DUNCANSON, Jr., M.G.; NANDA, R.S.; CURRIER, G.F. Relative kinetic frictional forces between sintered stainless steel brackets and orthodontic wires. **Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.**, v.107, n.1, p. 20-27, 1995.

- VENHOVEN, B. A. M. Polymerization contraction and conversion of light-curing Bis-GMA based methacrylate resins. **Biomaterials**, v.14, n.11, p.871-875, 1993.
- WATANABE, M. Degradation and formation of bisphenol A in polycarbonate used in destitry. **J. Med. Dent. Sci.**, v.51, p.1-6, 2004.
- WILLIAMS, D.F. **Definitions in Biomaterials**. Amsterdam: Elsevier, p.367, 1987.
- WILLIAMS, J.K.; ISAACSON, K.G.; COOK, P.A.; THOM, A.R. **Aparelhos Ortodônticos Fixos Princípios e Prática.** São Paulo: Livraria Santos Editora, 1997.
- ZUFALL, S.W.; KENNEDY, K.C.; KUSY, R.P. Frictional characteristics of composite orthodontic archwires against stainless steel and ceramic brackets in the passive and active configurations. **J. Mater. Sci.: Mater. Med.**, v.9, p.611-620, 1998.

### 8 APÊNDICES

# 8.1 APÊNDICE 1: VALORES OBTIDOS NO ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS (CARGA DE 200g) DO FIO ORTODÔNTICO DE AÇO INOXIDÁVEL

Microdureza Vickers (200g)								
Pontos de impressão 1 2 3 4 5 Média								
Fio ortodôntico Morelli	508,7	542,3	510,6	503,1	512,5	515,4		

8.2 APÊNDICE 2: VALORES OBTIDOS NO ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS (CARGA DE 100g) DA MATRIZ DE POLICARBONATO DO BRÁQUETE COMPÓSITO, ANTES E APÓS IMERSÃO NOS AGENTES AMBIENTAIS, SALIVA ARTIFICIAL E SOLUÇÃO ÁCIDA

Microdureza Vickers (100g)								
Pontos de impressão	1	2	3	4	5	Média		
Condição	Antes do ensaio do atrito				to			
"Como recebido"	15,7	15,8	18,3	20,1	19,2	17,82		
Após imersão em saliva artificial	14,4	14,6	15,7	13,8	14,1	14,52		
Após imersão em solução ácida	14,8	13,4	15,4	12,9	14,1	14,12		
Condição	Após o ensaio de atrito			)				
"Como recebido"	20,9	26,2	32,1	28,5	25,2	26,58		
Após imersão em saliva artificial	24,5	19,8	22,7	24,9	29,4	24,26		
Após imersão em solução ácida	17,7	21,5	20,3	21,9	20,7	20,42		

8.3 APÊNDICE 3: ESPECTROS, EM TRANSMITÂNCIA, OBTIDOS NO ENSAIO DE ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (FTIR) ORTODÔNTICO **ADESIVOS FILL MAGIC** Ε **TRANSBOND** XT **APÓS POLIMERIZAÇÃO** ("COMO RECEBIDO") E **IMERSÃO** NOS **AGENTES** AMBIENTAIS, SALIVA ARTIFICIAL E SOLUÇÃO ÁCIDA

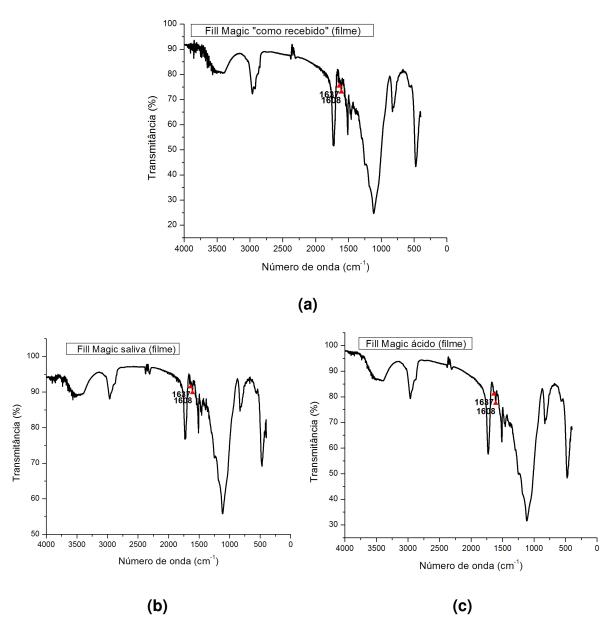
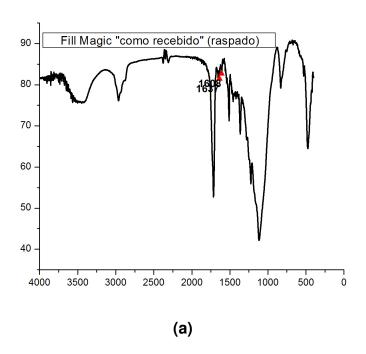


FIG. 8.3.1 – Espectros FTIR, em transmitância, de amostras obtidas, após polimerização, dos filmes "testemunho" do adesivo Fill Magic Ortodôntico, com identificação das bandas características: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução ácida



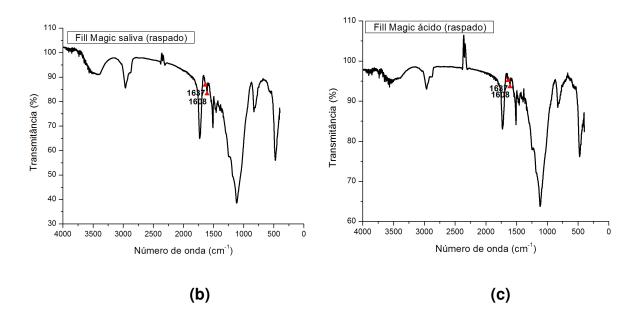
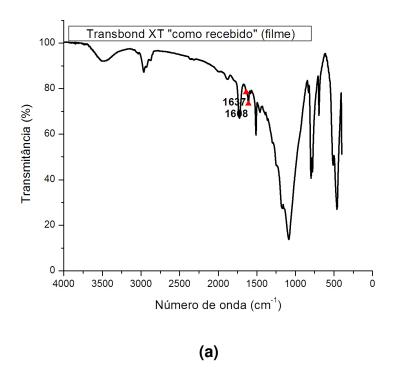


FIG. 8.3.2 – Espectros FTIR, em transmitância, de amostras obtidas, após polimerização, pela raspagem do adesivo Fill Magic Ortodôntico na camada interfacial do conjunto bráquete-dente, com identificação das bandas características: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução ácida



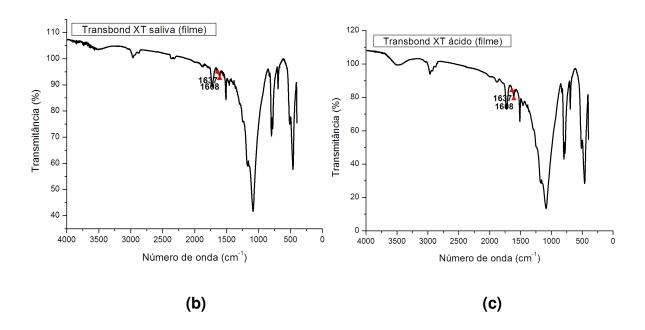
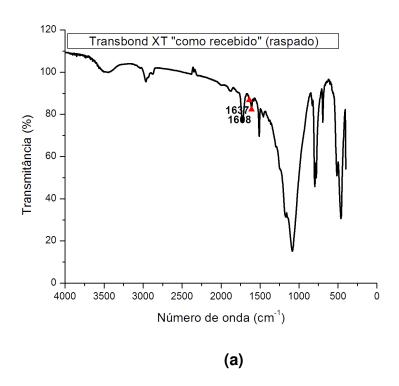


FIG. 8.3.3 – Espectros FTIR, em transmitância, de amostras obtidas, após polimerização, dos filmes "testemunho" do adesivo Transbond XT, com identificação das bandas características: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução ácida



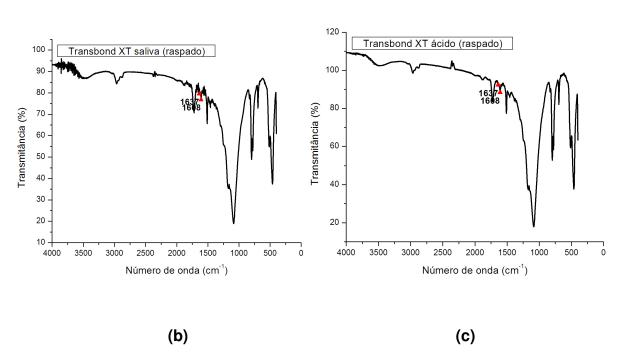


FIG. 8.3.4 – Espectros FTIR, em transmitância, de amostras obtidas, após polimerização, pela raspagem do adesivo Transbond XT na camada interfacial no conjunto bráquete-dente, com identificação das bandas características: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução ácida

8.4 APÊNDICE 4: CURVAS OBTIDAS NA ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) DOS ADESIVOS FILL MAGIC ORTODÔNTICO E TRANSBOND XT APÓS IMERSÃO NOS AGENTES AMBIENTAIS, SALIVA ARTIFICIAL E SOLUÇÃO ÁCIDA

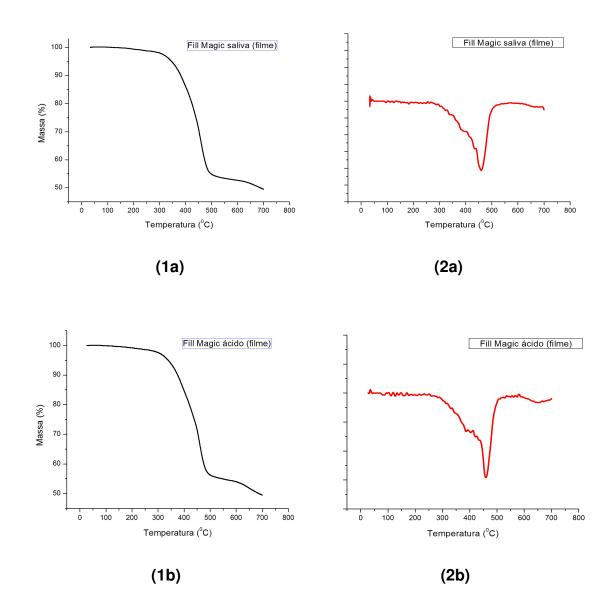


FIG. 8.4.1 – Curvas termogravimétricas, de decomposição térmica (1) e da derivada da curva de decomposição térmica (2), de amostras do adesivo Fill Magic Ortodôntico retiradas de filmes "testemunho", nas seguintes condições: (a) após imersão em saliva artificial; (b) após imersão na solução ácida

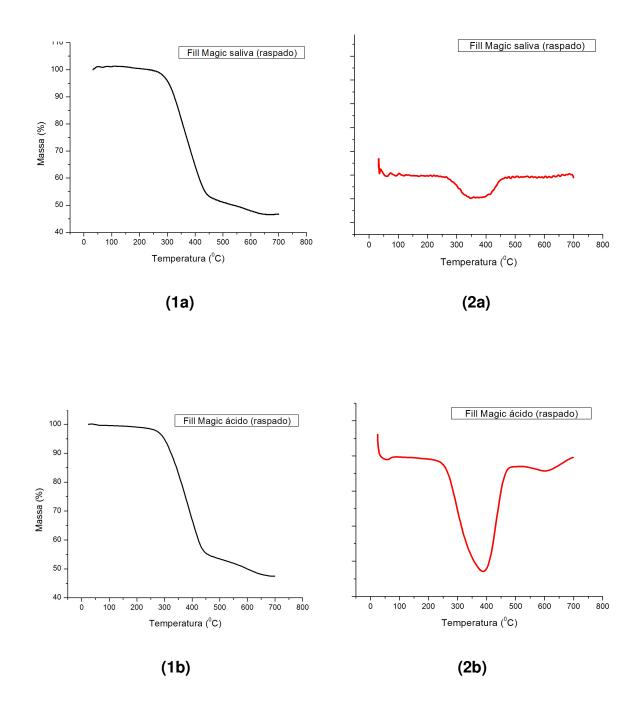


FIG. 8.4.2 – Curvas termogravimétricas, de decomposição térmica (1) e da derivada da curva de decomposição térmica (2), de amostras do adesivo Fill Magic Ortodôntico raspadas da interface dente-bráquete, nas seguintes condições: (a) após imersão em saliva artificial; (b) após imersão na solução ácida

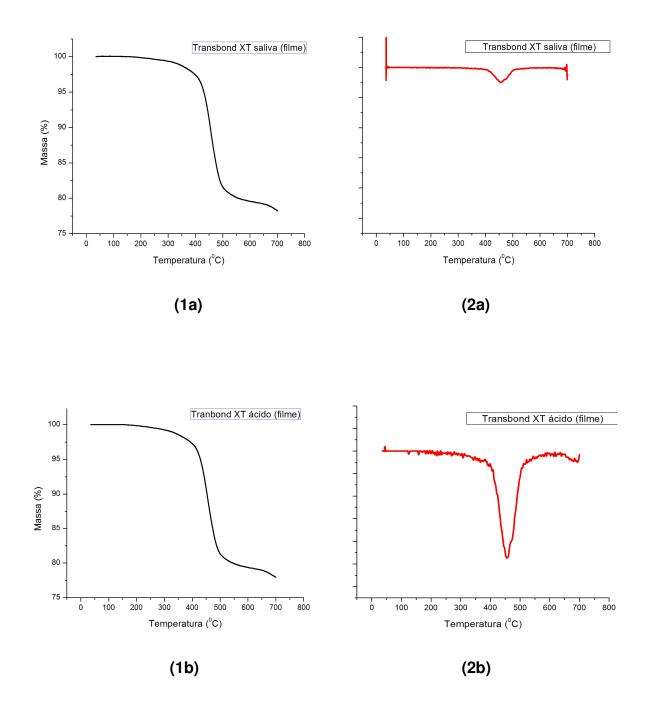


FIG. 8.4.3 – Curvas termogravimétricas, de decomposição térmica (1) e da derivada da curva de decomposição térmica (2), de amostras do adesivo Transbond XT retiradas dos filmes "testemunho", nas seguintes condições: (a) após imersão em saliva artificial; (b) após imersão na solução ácida

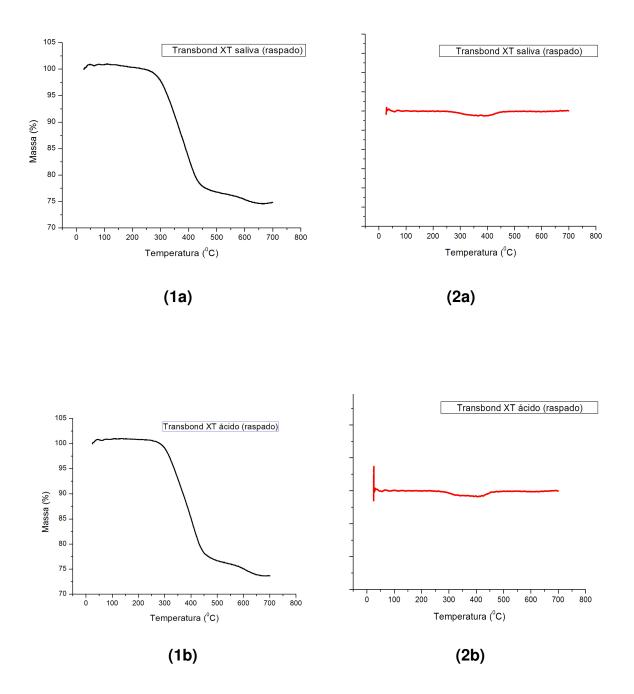


FIG. 8.4.4 - Curvas termogravimétricas, de decomposição térmica (1) e da derivada da curva de decomposição térmica (2), de amostras do adesivo Transbond XT raspadas da interface dente-bráquete, nas seguintes condições:

(a) após imersão em saliva artificial; (b) após imersão na solução ácida

8.5 APÊNDICE 5: CROMATOGRAMAS OBTIDOS NO ENSAIO DE CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ALTA EFICIÊNCIA (HPLC) DOS ADESIVOS FILL MAGIC ORTODÔNTICO E TRANSBOND XT APÓS POLIMERIZAÇÃO ("COMO RECEBIDO") E IMERSÃO NOS AGENTES AMBIENTAIS, SALIVA ARTIFICIAL E SOLUÇÃO ÁCIDA

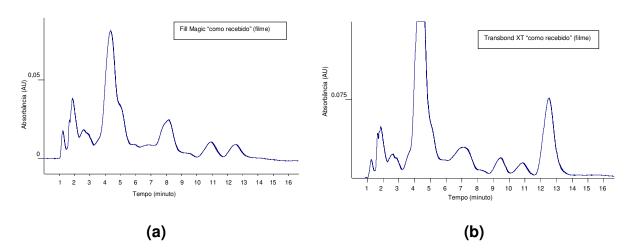


FIG. 8.5.1 - Cromatogramas obtidos por HPLC em amostras retiradas de filmes "testemunho", após polimerização ("como recebido"), dos adesivos: (a) Fill Magic Ortodôntico; (b) Transbond XT

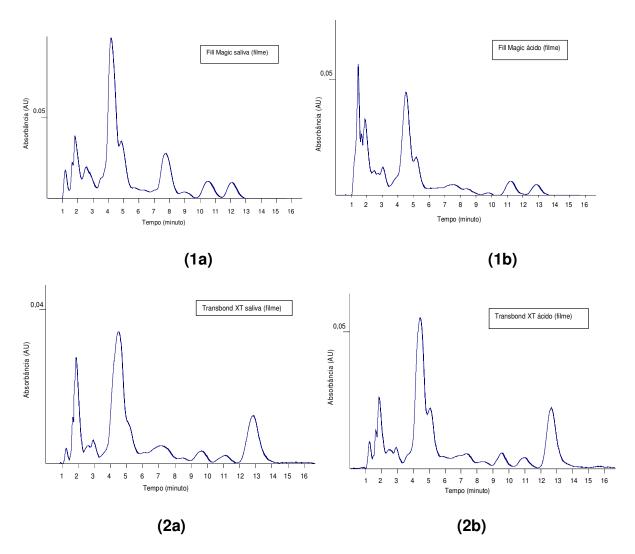


FIG. 8.5.2 - Cromatogramas obtidos por HPLC em amostras polimerizadas dos adesivos (1) Fill Magic Ortodôntico e (2) Transbond XT retiradas de filmes "testemunho", nas seguintes condições: (a) após imersão em saliva artificial; (b) após imersão na solução ácida

8.6 APÊNDICE 6: VALORES OBTIDOS NO ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS (CARGA DE 50g) DAS RESINAS FILL MAGIC ORTODÔNTICO E TRANSBOND XT, ANTES E APÓS IMERSÃO NOS AGENTES AMBIENTAIS, SALIVA ARTIFICIAL E SOLUÇÃO ÁCIDA

	Microdureza Vickers (50g)					
Pontos de impressão	1	2	3	4	5	Média
Condição	Fill Magic Ortodôntico					
"Como recebido"	67,0	45,3	54,6	51,2	64,5	56,52
Após imersão em saliva artificial	35,6	40,0	37,6	37,9	36,8	37,58
Após imersão em solução ácida	39,4	42,7	42,6	40,6	40,2	41,10
Condição	Transbond XT					
"Como recebido"	70,9	65,0	63,3	67,1	69,0	67,06
Após imersão em saliva artificial	41,0	42,7	45,0	47,8	43,4	43,98
Após imersão em solução ácida	51,6	52,3	61,2	53,4	50,7	53,84

8.7 APÊNDICE 7: GRÁFICOS FORÇA-DESLOCAMENTO E VALORES DA FORÇA DE ATRITO ESTÁTICA OBTIDOS NO ENSAIO DE ATRITO DO CONJUNTO DENTE-BRÁQUETE-FIO ORTODÔNTICO EM FUNÇÃO DO TIPO DE ADESIVO, FILL MAGIC ORTODÔNTICO E TRANSBOND XT, ANTES ("COMO RECEBIDO") E APÓS IMERSÃO NOS AGENTES AMBIENTAIS, SALIVA ARTIFICIAL E SOLUÇÃO ÁCIDA

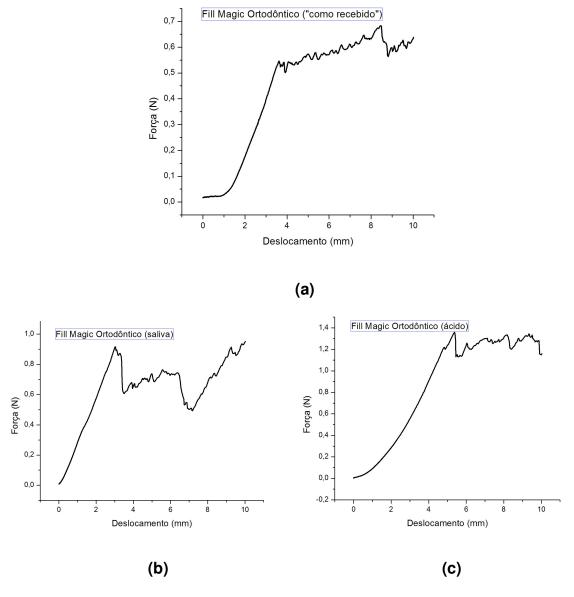


FIG. 8.7.1 – Gráficos força-deslocamento obtidos no ensaio de atrito do conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico colado com o adesivo Fill Magic Ortodôntico, nas seguintes condições: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução ácida

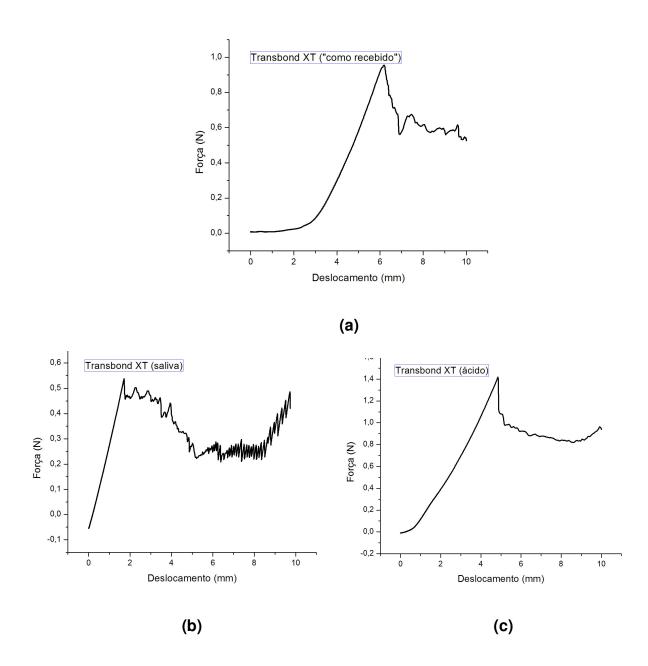


FIG. 8.7.2 – Gráficos força-deslocamento obtidos no ensaio de atrito do conjunto dente-bráquete-fio ortodôntico colado com o adesivo Transbond XT, nas seguintes condições: (a) "como recebido"; (b) após imersão em saliva artificial; (c) após imersão na solução ácida

	Força de atrito estática (N)							
Condição	"Como recebido"	Após imersão em	Após imersão na					
Tipo de adesivo	receptuo	saliva artificial	solução ácida					
	0,54	1,10	0,83					
	0,78	0,91	1,05					
	0,54	0,67	1,20					
	0,51	0,72	0,83					
	0,82	1,02	1,36					
Fill Magic Ortodôntico	0,89	0,79	0,97					
Ortodôntico	0,75	0,82	1,10					
	0,86	0,90	1,33					
	0,97	0,81	0,85					
	0,70	0,86	1,04					
Média	0,73	0,86	1,05					
Desvio padrão	0,16	0,13	0,19					
	0,95	0,97	1,41					
	1,08	0,46	0,62					
	0,94	1,02	0,72					
	0,87	0,53	1,39					
	1,03	0,81	1,33					
Transbond XT	0,74	0,85	0,96					
i ranspond X i	0,63	0,70	1,17					
	0,71	0,94	1,39					
	0,90	0,79	0,87					
	0,85	0,74	0,98					
Média	0,87	0,78	1,08					
Desvio padrão	0,14	0,18	0,29					

8.8 APÊNDICE 8: VALORES DA RUGOSIDADE SUPERFICIAL, ANTES E APÓS O ENSAIO DE ATRITO, DA CANALETA DOS BRÁQUETES, OBTIDOS NO ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DA RUGOSIDADE, EMPREGANDO-SE UM RUGOSÍMETRO DIGITAL, ANTES E APÓS IMERSÃO NOS AGENTES AMBIENTAIS, SALIVA ARTIFICIAL E SOLUÇÃO ÁCIDA

Rugosidade superficial das canaletas dos bráquetes								
							Desvio	
Medida	1ª	<b>2</b> ª	3ª	4ª	5ª	Média	padrão	
Condição	Antes do ensaio de atrito							
"Como recebido"	0,40	0,48	0,45	0,42	0,46	0,44	0,03	
Após imersão em saliva artificial	0,89	0,81	0,71	0,77	0,83	0,80	0,06	
Após imersão em solução ácida	1,30	1,30	1,20	1,23	1,29	1,26	0,04	
Condição	Após o ensaio de atrito							
"Como recebido"	0,76	0,79	0,80	0,77	0,79	0,78	0,01	
Após imersão em saliva artificial	0,88	0,90	1,0	0,90	0,94	0,92	0,04	
Após imersão em solução ácida	1,47	1,55	1,60	1,50	1,58	1,54	0,05	

## **Livros Grátis**

( <a href="http://www.livrosgratis.com.br">http://www.livrosgratis.com.br</a>)

### Milhares de Livros para Download:

<u>Baixar</u>	livros	de	Adm	inis	tra	ção

Baixar livros de Agronomia

Baixar livros de Arquitetura

Baixar livros de Artes

Baixar livros de Astronomia

Baixar livros de Biologia Geral

Baixar livros de Ciência da Computação

Baixar livros de Ciência da Informação

Baixar livros de Ciência Política

Baixar livros de Ciências da Saúde

Baixar livros de Comunicação

Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE

Baixar livros de Defesa civil

Baixar livros de Direito

Baixar livros de Direitos humanos

Baixar livros de Economia

Baixar livros de Economia Doméstica

Baixar livros de Educação

Baixar livros de Educação - Trânsito

Baixar livros de Educação Física

Baixar livros de Engenharia Aeroespacial

Baixar livros de Farmácia

Baixar livros de Filosofia

Baixar livros de Física

Baixar livros de Geociências

Baixar livros de Geografia

Baixar livros de História

Baixar livros de Línguas

Baixar livros de Literatura

Baixar livros de Literatura de Cordel

Baixar livros de Literatura Infantil

Baixar livros de Matemática

Baixar livros de Medicina

Baixar livros de Medicina Veterinária

Baixar livros de Meio Ambiente

Baixar livros de Meteorologia

Baixar Monografias e TCC

Baixar livros Multidisciplinar

Baixar livros de Música

Baixar livros de Psicologia

Baixar livros de Química

Baixar livros de Saúde Coletiva

Baixar livros de Serviço Social

Baixar livros de Sociologia

Baixar livros de Teologia

Baixar livros de Trabalho

Baixar livros de Turismo