LUCAS VINÍCIUS SANSANA PABIS

**Comportamento bimodular em osso cortical e
novo método para calcular o módulo de elasticidade (E) em resinas compostas**

São Paulo
2014

LUCAS VINÍCIUS SANSANA PABIS

**Comportamento bimodular em osso cortical e
novo método para calcular o módulo de elasticidade (E) em resinas compostas**

Versão Original

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obter o título de doutor pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Biomateriais e Biologia Oral.

Orientador: Prof. Dr. Raul Gonzalez Lima
Coorientador: Prof. Dr. Rafael Yagüe Ballester

São Paulo
2014

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Catálogo da Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Pabis, Lucas Vinícius Sansana.

Comportamento bimodular em osso cortical e novo método para calcular o módulo de elasticidade (E) em resinas compostas / Lucas Vinícius Sansana Pabis; orientador Raul Gonzalez Lima, coorientador Rafael Yagüe Ballester. -- São Paulo, 2014.

118 p. : fig., tab. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Área de concentração: Biomaterias e Biologia Oral. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão original.

1. Resinas compostas - Elasticidade. 2. Ossos e Ossos – Estrutura. 3. Osso cortical. I. Gonzalez Lima, Raul. II. Ballester, Rafael Yagüe. III. Título.

Pabis LVS. Comportamento bimodular em osso cortical e novo método para calcular o módulo de elasticidade (E) em resinas compostas. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Aprovado em: / /2015

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela oportunidade de realizar este trabalho. Obrigado por nos momentos mais difíceis me ajudar a entender a razão das coisas e me dar o prazer de me sentir envolvido por Tua graça. Agradeço imensamente por ter me ajudado a chegar até aqui.

Aos meus pais, José Oscar Pabis e Juliane de Fátima Sad Sansana Pabis, pelo apoio incondicional em todos os momentos da minha vida, sem o qual não conseguiria concluir mais esta etapa. O trabalho que apresento aqui hoje também é de vocês! Obrigado pelo respeito que sempre tiveram comigo e pelo exemplo de caráter, honestidade, empenho e perseverança que sempre me deram. Acima de tudo, muito obrigado pelo amor que sempre me dedicaram. Foi este sentimento que me deu força e segurança nos momentos mais importantes. Amo muito vocês!

À Marcela Charantola Rodrigues, minha namorada, por todo amor e carinho que me dedicou neste período. Obrigado por ter respeitado minhas limitações e ter confiado em mim em todos os momentos. Agradeço muito por você ter compartilhado comigo suas alegrias e me ensinado a crescer diante dos nossos problemas. Você é um grande exemplo de garra e determinação para mim. Espero que agora possamos trilhar (juntos) uma nova etapa, um pouco mais longa, que não tem prazo para acabar...

Aos meus grandes amigos, Felipe Ciriaco Fernandes e Leandro Hoshina pela amizade e pelo companheirismo. Vocês são muito especiais. Gostaria que vocês soubessem que a amizade de vocês sempre me ajudou a encarar as coisas de um modo mais feliz. É claro que não posso deixar de agradecer pela “épica” viagem que fizemos, acho que não vou viver nada parecido com aquilo.

Ao Fernando Maeda, grande companheiro de todos os momentos. Muito obrigado por ter me recebido tão bem quando entrei na Pós-Graduação. Fico muito feliz por termos uma amizade verdadeira e sincera.

À Karen Fukushima, pelo carinho e amizade. Muito obrigado pelas conversas, conselhos e por sempre proporcionar momentos tão agradáveis. Você é uma grande amiga!

Ao André De Vito. Muito obrigado pelas conversas que tivemos durante este período, elas sempre ajudaram e foram muito importantes para mim. Obrigado também pelo exemplo de dedicação e seriedade.

À Vivian Bradaschia, pela grande ajuda no laboratório de biologia oral. Muito obrigado por toda disposição em me ajudar no biotério e com todas aquelas soluções que eu precisava preparar. Obrigado também por sempre se interessar pelos meus trabalhos, foi muito bom poder contar um pouco deles para você. Obrigado também pela sua amizade e por me ajudar a entender mais sobre tecido ósseo!

Aos amigos da Pós-Graduação, com os quais compartilhei muitos momentos de minha vida: Ana Carolina Romero, Douglas de Souza, Daniele Carvalho, Flávia Ibuki, Carina Tanaka, Livia Natale, Yvette Salazar, Erick de Lima, Lucas Hian, Ranulfo Miranda, Flávio Umeda, Bruno Lopes, Tamara Tedesco, Renata Medeiros, Emerson Martins, Ricardo Sgura e Susana Salazar. Obrigado por sempre estarem por perto, tanto nos momentos felizes como nos momentos difíceis.

Aos amigos do Centro Cultural Universitário de Pinheiros, por terem me acolhido tão bem em sua casa. É muito bom poder conviver com vocês. As longas conversas e discussões que tivemos me ajudaram muito a amadurecer e a encarar a vida de um modo mais positivo. Tenho um grande carinho e respeito por todos. Vocês me deram muita força!

Aos colegas do departamento de Biomateriais, que sempre propiciaram um convívio muito agradável durante todo período da Pós-Graduação: Alexander Nishida, Andreas Koren, Ana Carolina Freitas, Priscilla Coppo, Bernar Benites, Cintia Fukuoka, Érika Cruz, Ezequias Rodrigues, Mariana Cavalcante, Fabrícia Araújo, Fernando Taddeo, Juliana Castro, Marina Roscoe, Maristela Bonfim, Pedro Albuquerque, Thayse Guimarães.

Aos colegas do departamento de engenharia mecânica: Ana Isabel, Thais, Olavo, Paulo, Thales, Eric e Fernando, por sempre terem me recebido tão bem em seu laboratório. Agradeço especialmente à Ana Isabel pela enorme boa vontade, disposição e paciência com que me ajudou com os modelos de elementos finitos. Agradeço também ao Olavo pela grande ajuda com o projeto do atuador.

Aos alunos de Iniciação Científica, Mateus e Guilherme, pela oportunidade de participar na orientação de vocês. Foi muito gratificante ver como vocês evoluíram durante este período. Muito obrigado por terem aceitado e acreditado nas opiniões que eu dava a respeito dos trabalhos que vocês estavam desenvolvendo e obrigado pela grande ajuda em todos os experimentos. Tenham certeza de que eu aprendi muito junto com vocês. Obrigado também pelas conversas e pelos momentos de descontração. Podem sempre contar comigo!

Ao Antônio Lascala, por ter me ajudado tanto em todos os projetos “malucos” que executei. Acho que não conseguiria fazer quase nenhum deles sem a sua ajuda. Obrigado!

Às secretárias Rosa Cristina, Elidamar e Edi. Muito obrigado pela disposição em me ajudar sempre que precisei. Agradeço também pelos momentos de descontração e por todo carinho que tiveram comigo durante todo o período da Pós-Graduação.

À Dona Fran, por manter nosso ambiente de trabalho limpo e organizado e por sempre me receber tão bem todos os dias!

A todos os professores do departamento: Profa. Dra. Josete Barbosa Cruz Meira, Prof. Dr. Igor Studart Medeiros, Prof. Dr. Paulo Francisco César, Prof. Dr. Paulo Eduardo Capel Cardoso, Prof. Dr. Walter Gomes Miranda Junior, Prof. Dr. Fernando Neves Nogueira, Prof. Dr. Leonardo Elloy Rodrigues Filho, Prof. Dr. Antonio Muench, Prof. Dr.

Roberto Ruggiero Braga, Prof. Victor Elias Arana Chavez, Profa. Dra. Alyne Simões Gonçalves, Prof. Dr. Carlos Eduardo Francci, Profa. Dra. Rosa Helena Miranda Grande; pelo ótimo convívio que tivemos durante este período. Obrigado pelas aulas, conselhos e conversas. Foi um imenso prazer compartilhar dos seus ensinamentos.

Ao Prof. Antonio Muench, muitíssimo obrigado por toda a disposição e paciência em me ajudar com os meus problemas estatísticos. Tenho grande respeito e admiração pelo senhor. Muito obrigado pelo exemplo de dedicação e amor à vida acadêmica.

À Profa. Josete Barbosa Cruz Meira, obrigado por estar sempre presente nas discussões do grupo. Suas ideias e opiniões sempre foram importantes para o desenvolvimento dos nossos estudos. Obrigado também por me ajudar com o Método de Elementos Finitos sempre que precisei. Agradeço também pelo respeito e carinho que sempre teve comigo.

Ao Prof. Victor Elias Arana - Chavez. Muito obrigado por ter aberto as portas do Laboratório de Biologia Oral para mim quando precisei. Agradeço por toda ajuda durante o meu doutorado, o senhor sempre esteve presente e foi fundamental para a execução de quase todos os projetos que eu desenvolvi. Sem o seu suporte e sua disposição em nos ajudar seria praticamente impossível.

À Flávia Pires Rodrigues, muito obrigado por sua amizade e por sempre estar por perto em momentos importantes. Você sempre estava lá para me ajudar quando precisei, fosse para me salvar numa aula prática de materiais; ou para me ajudar a conversar com o David Watts num congresso. Obrigado por ter acreditado que eu seria capaz e ter me incentivado a entrar na Iniciação Científica, e depois na Pós-Graduação.

À Tathy Aparecida Xavier. Nunca serei capaz de mostrar a gratidão e o carinho que tenho por você. Muitíssimo obrigado por todos os ensinamentos! Acho que não vou conseguir enxergar em outra pessoa tantas qualidades boas como vejo em você. Você sempre foi um grande exemplo de seriedade, competência, integridade e humildade. Acho que existem pessoas que nascem com um dom, e eu não tenho a menor dúvida que você tem o dom de pesquisar, aprender e ensinar. Foi um imenso prazer ser seu aluno de Iniciação Científica e depois, mais tarde, ser seu amigo na Pós-Graduação e conviver um pouco mais com você. Além disso, preciso dizer que todos os momentos que passamos juntos foram muito divertidos!

Ao meu orientador, Raul Gonzalez Lima, por ter aceitado me orientar neste trabalho. Sem o senhor, não seria possível concluir esta etapa. Muito obrigado por entender minhas limitações e ter compreendido minhas necessidades nos momentos mais difíceis. Agradeço também pelos inúmeros exemplos de inteligência, sabedoria e humildade. Trabalhar com o senhor foi uma experiência única e muito enriquecedora.

Ao meu coorientador, Rafael Yagüe Ballester, por ter aceitado me orientar na Iniciação Científica e depois ter aceitado a me orientar no meu Doutorado. Obrigado por

ter guiado meus passos, e ter me levado pela mão até que eu fosse capaz de prosseguir sozinho. Agradeço também por ter me deixado seguir o caminho com mais independência quando percebeu que eu conseguiria. Este processo fez toda diferença para o meu amadurecimento como pesquisador e como pessoa. Obrigado por ter confiado em mim e muitíssimo obrigado pelo carinho com que me tratou durante todo este tempo. Sentirei muita falta das conversas, dos almoços, do momento do chocolate, das longas discussões e até mesmo das correções de texto (nos últimos dias, por mais que eu já estivesse muito cansado, eu ficava triste ao pensar que, logo mais, não teríamos outros momentos como estes). O senhor sempre me impressionou com sua lógica apurada, com os questionamentos minuciosos e com os argumentos sempre precisos e claros. Mas, sempre me impressionou muito mais com as demonstrações diárias de integridade, honestidade, respeito, bondade e perseverança, que me inspiraram a tentar ser uma pessoa melhor. Espero que os laços que criamos permaneçam mesmo depois do término do doutorado.

Ao Supermercado Sakay, especialmente ao açougueiro Henrique, que me ajudou a conseguir os ossos que usei na minha pesquisa, sempre com muita simpatia e bom humor. Sem a sua ajuda teria sido muito mais difícil, muito obrigado!

À INP, pela confecção dos implantes. Agradeço especialmente à Adriana Scalissi por toda disposição em me ajudar.

À Faculdade de Odontologia da Universidade São Paulo (FOUSP), por ter sido uma segunda casa para mim, onde tive oportunidade de me desenvolver e aprender uma profissão.

À Universidade de São Paulo, pela oportunidade de vivenciar todos os encantos que seu universo oferece.

À Capes, pelo apoio financeiro.

*“A tarefa não é tanto ver aquilo que ninguém viu,
mas pensar o que ninguém ainda pensou
sobre aquilo que todo mundo vê.”*

(Arthur Schopenhauer)

RESUMO

Pabis L. Comportamento bimodular em osso cortical e novo método para calcular o módulo de elasticidade (E) em resinas compostas [tese] São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2014. Versão Original.

O objetivo principal foi investigar se o osso cortical apresenta comportamento bimodular, ou seja, se os valores de módulo de elasticidade (E) dependem do tipo de carregamento que o método utiliza. Para alcançá-lo foi preciso: (1) “calibrar” os diferentes métodos em um material conhecidamente unimodular, para afastar a possibilidade de erros ligados à execução de um método. (2) Depurar os métodos já calibrados para torná-los exequíveis em osso cortical. O que foi feito em espécimes de resina composta, que é um material unimodular e com E parecido com o do osso cortical. Foi investigado se o método de medida interfere no valor do E obtido neste material (pois, pelas informações da literatura, existia uma dúvida consistente). Finalmente, (3) foi avaliado se o método de medida, a região anatômica e o indivíduo interferem nos valores de E em espécimes de osso cortical. Adicionalmente, (4) verificou-se a possibilidade de se encontrar e validar uma correlação entre E e dureza Knoop (KH), para medir o E de resinas compostas indiretamente. Espécimes de latão ($n = 5$) tiveram o seu E calculado por quatro métodos estáticos diferentes (flexão em três pontos; tração; compressão e método de Marshall), que foram calibrados até que todos medissem o valor esperado; os valores de cada método foram comparados por análise de variância de medidas repetidas (o método foi o fator vinculado e o nível de significância foi de 5%). Espécimes ($n = 4$) de cinco marcas diferentes de resina composta, também foram submetidos aos quatro métodos, fazendo as adaptações pertinentes (depuração), e tiveram o seu E calculado. Estes valores foram submetidos à análise de variância de medidas repetidas (o método foi o fator vinculado e o nível de significância foi de 5 %). Espécimes ($n = 48$) obtidos em diferentes regiões (periósteo, endósteo e “transversal”) de fêmures de quatro bois diferentes tiveram seu E calculado através dos métodos devidamente depurados (flexão em três pontos, tração indireta e compressão). Os valores de E foram submetidos a análises de variâncias (nível de significância de 5 %) para avaliar a influência do método, da região e do indivíduo

(bois diferentes) sobre os valores de E. O método experimental de tração não foi utilizado para analisar o comportamento bimodular, porque durante os ensaios com osso cortical, ele apresentou valores com viés. Por isso, os valores de tração foram calculados de forma indireta (E_{ti}) através de uma equação e dos valores experimentais de flexão em três pontos (E_b) e compressão (E_c). Para validar o uso de valores de E_{ti} , eles foram comparados com os respectivos valores de tração experimental (E_t) calculados previamente nos espécimes de resinas compostas por análise de variância de medidas repetidas, e não foram achadas diferenças significantes ($p > 0,05$). Para encontrar e validar a correlação entre E e KH, os valores médios de E em cada espécime de resina (média do E obtido nos 4 métodos em cada espécime) foram submetidos ao teste de correlação de Pearson (nível de significância de 5%) com os respectivos valores experimentais de dureza Knoop (KH) e foi obtida uma equação de regressão linear. Para validar a equação foi confeccionado um segundo grupo de espécimes de resina (de marcas diferentes das utilizadas anteriormente) que teve seu E calculado pelo ensaio de flexão (E_b) e pela equação de regressão proposta previamente (E_r); verificou-se então se a correlação entre estes valores ($E_b \times E_r$) era significativa (nível de significância de 5 %), e se a nova reta de regressão apresentava coeficiente angular não diferente de 1, e coeficiente constante não diferente de zero (critérios de validação). A análise de variância não apontou diferença significativa ($p > 0,05$) entre os valores de E calculados para o metal pelos 4 métodos, e os valores obtidos não diferiram do E conhecido do latão (ao redor de 100 GPa). As depurações necessárias foram realizadas e com elas os diferentes métodos calcularam o E dos espécimes de resina composta de modo consistente: a análise de variância encontrou diferenças significantes ($p < 0,05$) entre marcas (cujos E médios cobriram a faixa entre 3 e 20 GPa) e não significantes entre os 4 métodos ($p > 0,05$). Nos espécimes de osso cortical o valor de E foi significativamente dependente ($p < 0,05$) do método de obtenção ($E_{ti} > E_b > E_c$). O E dos espécimes obtidos na região “transversal” foi menor que o E dos espécimes obtidos na região do endóstio ($p < 0,05$); no entanto, não houve diferença significativa ($p > 0,05$) entre o E dos espécimes obtidos nas regiões do endóstio e perióstio e entre o E dos espécimes obtidos nas regiões do perióstio e “transversal”. Ao considerar somente os valores obtidos no ensaio de compressão (E_c), um dos indivíduos apresentou valores de E maiores que os demais ($p < 0,05$). As médias de E (dos quatro métodos) em cada espécime de resina

apresentaram correlação significativa com os respectivos valores de KH ($p < 0,05$) e a equação de regressão linear: $E = 0,1602 KH$. Também foi significativa ($p < 0,05$) a correlação dos valores de E_b com os respectivos valores de E_r (calculados pela regressão $E = 0,1602 KH$); além disso, a reta de regressão linear desta nova correlação ($E_b = 1,0088E_r + 0,0475$) apresentou coeficiente angular não diferente de 1 e coeficiente constante não diferente de zero. Pode-se concluir que: (1) Quatro métodos de medir o E apresentaram resultados semelhantes em um material metálico. (2) Estes mesmos métodos foram depurados com sucesso para sua utilização em espécimes de osso cortical ao constatar que também não interferiram no valor do E obtido em espécimes semelhantes aos de osso, confeccionados com resinas compostas. (3) Os valores de E de osso cortical dependem do método de medida, o que demonstra seu comportamento bimodular. A região anatômica e o indivíduo também afetam os valores de E dos espécimes de osso cortical (o indivíduo só foi um fator significativo ao considerar somente os valores obtidos no ensaio de compressão). (4) Foi encontrada e validada uma correlação entre E e KH em resinas compostas, que permite calcular o E deste material através da regressão $E = 0,1602 KH$.

Palavras-Chave: Módulo de Elasticidade. Osso cortical. Bimodular. Resina Composta. Dureza Knoop.

ABSTRACT

Pabis L. Bimodular behavior in cortical bone and a novel method for measuring elastic modulus (E) of composite resins [thesis]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2014. Versão Original.

The main objective was to investigate whether the cortical bone has a bimodular behavior, that is, if the values of elastic modulus (E) depend on the load type used by the method. To achieve this, it was necessary: (1) "calibrate" the different methods in a material with well-known unimodular behavior, for excluding the possibility of systematic errors in the execution of the methods. (2) Depurate the calibrated methods to make them executable in cortical bone. This was made on specimens of composite resin, which is a unimodular material and has an E similar to that of cortical bone. It was also investigated if the method of measuring the E influences the obtained value in this material (because there was a consistent doubt in the literature). Finally (3), we assessed whether the E values in cortical bone are influenced by the measurement method, by the anatomical region and by the individual. Additionally, (4) it was verified if it would be possible suggesting and validating a correlation between E and Knoop hardness (KH), to indirectly measure the E of composite resins. Brass specimens ($n = 5$) had their E calculated by four different static methods (three point bending, tensile, compression and Marshall's method), which were calibrated until all the methods were capable of measuring the expected value; the E values of each method were compared by analysis of variance of repeated measures (the method was the linked factor and the significance level was 5%). Specimens ($n = 4$) of five different composite resins were also subjected to the four methods, making the relevant adjustments (deputation), and had their E calculated. These values were subjected to analysis of variance of repeated measures (the method was the linked factor and the significance level was 5%); Specimens ($n = 48$) obtained in different regions (periosteum, endosteum and "transverse") of bovine femurs from four different individual had their E calculated using the depurated methods (three point bending, indirect tensile and compression). The E values were subjected to analyzes of variance (significance level of 5%) to evaluate the influence of the method, of the region and of the individual (different

cattle) in the E values. The experimental tensile method was not used to analyze the bimodular behavior because during tests on cortical bone, this method showed values with bias. Therefore, the tensile values were indirectly calculated (E_{ti}) by a formula and by the experimental values of E calculated by three point bending (E_b) and compression (E_c). To validate the use of E_{ti} values, they were compared with the corresponding tensile experimental values (E_t) previously measured in the composite resins specimens by analysis of variance (repeated measures), and no significant difference was found ($p > 0.05$). For suggesting and validating the correlation between E and KH, the average values of E of each composite specimen (mean of E obtained considering the values of the four methods in each specimen) were submitted to the Pearson's correlation test (significance level of 5 %) with the corresponding experimental KH values and it was obtained the linear regression equation. To validate this equation, it was made a second group of composite resins specimens (with different brands of the previously used) in which the E was calculated by three point bending test (E_b) and by regression equation previously proposed (E_r); then it was checked whether the correlation between these values ($E_b \times E_r$) was significant (significance level of 5 %), and if the new regression line showed angular coefficient no different from one, and constant coefficient no different from zero (validation criteria). The analysis of variance showed no significant difference ($p > 0.05$) among the E values calculated for the metal specimens by the four methods; the obtained values did not differ from the known E of the brass (about 100 GPa). The necessary adjustments (depuration) were made and then the different methods calculated the E of the composite resin specimens consistently: the analysis of variance found significant difference ($p < 0.05$) between composite brands (whose E mean covered the range between 3 and 20 GPa) and no significant difference among the four methods ($p > 0.05$). In the specimens of cortical bone, the E values were significantly dependent ($p < 0.05$) of the obtainment method ($E_{ti} > E_b > E_c$). The E values of the "transversal" specimens were lower than the endosteum specimens ($p < 0.05$); but there was no significant difference ($p > 0.05$) between the E of endosteum specimens and periosteum specimens and between the E of periosteum specimens and "transversal" specimens. When considering just E values of the compression method, one cattle showed higher E values than the others ($p < 0.05$). The mean of the four methods for each specimen composite resin exhibited a significant correlation with the respective KH values ($p < 0.05$) and the linear

regression equation: $E = 0.1602 \text{ KH}$. It was also significant ($p < 0.05$) the correlation between E_b and the respective E_r values (calculated by the regression $E = 0.1602 \text{ KH}$); furthermore, the linear regression of this new correlation ($E_b = 1.0088E_r + 0.0475$) presented angular coefficient no different from 1, and constant coefficient no different from zero. It can be concluded that: (1) Four methods of E measuring showed similar results in a metallic material. (2) The same methods were successfully depurated for their execution in cortical bone specimens, since the measurement method did not affect the obtained E value in resin composites (that is a material with E value similar to cortical bone); (3) The E values of cortical bone depend on the measurement method, which demonstrates its bimodular behavior. The anatomical region and the individual also affect the E values of the cortical bone specimens (the individual was a significant factor only when considering just the E values obtained in the compression test). A correlation between E and KH that allows the E estimation by the regression $E = 0.1602 \text{ KH}$ was suggested and validated in composite resins.

Keywords: Elastic modulus. Cortical bone. Bimodular. Composite resin. Knoop hardness.

LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

μm	Micrometro
$\mu\text{strains}$	Microstrain
C	Carga
D	Deslocamento
d	Diâmetro
E	Módulo de elasticidade
E_b	Módulo de elasticidade obtido em flexão
E_c	Módulo de elasticidade obtido em compressão
E_r	Módulo de elasticidade obtido pelo método da regressão
E_t	Módulo de elasticidade obtido em tração
E_{ti}	Módulo de elasticidade obtido em tração de modo indireto
GPa	Gigapascal
I	Momento de inércia
KH	Dureza Knoop
KHN	<i>Knoop hardness number</i>
L	Distância entre os suportes
MEF	Método de Elementos Finitos
mm	Milímetro
mm/min	Milímetros por minuto
N	Newton
n	Número de espécimes (tamanho da amostra)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	18
1.1 PROJETO INICIAL	18
1.2 BIMODULARIDADE EM OSSO CORTICAL	23
2 REVISÃO DE LITERATURA	26
2.1 O MÓDULO DE ELASTICIDADE (E)	26
2.1.1 Ensaio de tração	29
2.1.2 Ensaio de compressão	30
2.1.3 Ensaio de flexão	31
2.1.4 Método de Marshall	33
2.1.5 Dureza Knoop (KH)	34
2.2 O COMPORTAMENTO BIMODULAR	35
2.3 O TECIDO ÓSSEO	39
2.3.1 Características gerais	39
2.3.2 Organização estrutural do tecido ósseo	41
2.3.2.1 Componentes predominantes	41
2.3.2.2 Fibrilas colágenas mineralizadas	43
2.3.2.3 Ósteons	46
2.3.2.4 Osso esponjoso e osso cortical	46
2.4 DIFERENÇAS NO MÓDULO DE ELASTICIDADE EM FUNÇÃO DO CARREGAMENTO	47
2.5 METAIS	55
2.6 RESINAS COMPOSTAS ODONTOLÓGICAS	55
3 OBJETIVO GERAL	58
3.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	58
4 MATERIAIS E MÉTODOS	59
4.1 METAL	60
4.1.1 Obtenção dos espécimes	60
4.1.2 Métodos utilizados	60
4.1.2.1 Flexão em três pontos	61
4.1.2.2 Tração uniaxial	61
4.1.2.3 Compressão	63
4.1.2.4 Método de Marshall	66
4.1.3 Análise estatística	67
4.2 RESINA COMPOSTA	67
4.2.1 Obtenção dos espécimes	68
4.2.2 Ensaios mecânicos utilizados	69
4.2.2.1 Flexão em três pontos	69
4.2.2.2 Tração	70
4.2.2.3 Compressão	72
4.2.2.4 Método de Marshall	74
4.2.2.5 Ensaio de Dureza Knoop	75
4.2.3 Análise Estatística	75
4.3 OSSO CORTICAL	76
4.3.1 Obtenção dos espécimes	77
4.3.2 Ensaios mecânicos utilizados	79

4.3.3 Análise Estatística.....	81
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	82
5.1 METAL	82
5.2 RESINA COMPOSTA.....	86
5.3 OSSO CORTICAL.....	95
6 CONCLUSÃO	108
REFERÊNCIAS.....	109
ANEXO A	118

1 INTRODUÇÃO

1.1 PROJETO INICIAL

O projeto inicial desta tese pretendia implantar cilindros de titânio (implantes) em metáfises de tíbias de ratos. Após a osseointegração, os implantes seriam estimulados mecanicamente através de uma carga aplicada no próprio implante com o objetivo de deformar o osso circundante e assim estimulá-lo biologicamente para torná-lo mais denso. A justificativa para este procedimento se encontra na teoria do “mecanostato de Frost”^{1, 2}, segundo a qual os fenômenos de neoformação óssea são estimulados localmente através de deformações na faixa entre 1500 μ strains e 3000 μ strains. A hipótese do estudo era que se poderia aumentar a densidade do tecido ósseo trabecular ao redor de implantes osseointegrados, antes de eles entrarem em função, através de sua correta estimulação biomecânica. Isto teria uma aplicação clínica futura visando diminuir as perdas de implantes decorrentes da baixa “qualidade” do osso³⁻⁵.

Como não se sabia a quantidade de deslocamento que era necessário aplicar à cabeça do implante para deformar o osso neste intervalo específico, foi realizada uma simulação computacional, através do Método de Elementos Finitos (MEF), de um cilindro de titânio incluído em um “bloco” de tecido ósseo (Figura 1.1).

Figura 1.1 - Geometria e malha do modelo de elementos finitos do projeto inicial da tese. Simula um implante de titânio (em cinza) incluído em um bloco de osso (osso cortical em laranja e osso trabecular em amarelo)

Com o modelo era possível simular as cargas que seriam aplicadas nos implantes, verificar quais eram os deslocamentos que elas causavam no implante (Figura 1.2) e estimar as deformações resultantes no osso circundante, especialmente na região apical do implante (Figura 1.3). Desta forma era possível verificar qual deslocamento causaria uma deformação do osso entre 1500 μ strains e 3000 μ strains. Durante esta etapa, foram identificados alguns problemas para a correta simulação do tecido ósseo, que passaram a ser investigados paralelamente ao projeto inicial e que serão abordados logo adiante.

Figura 1.2 - Deslocamentos no eixo Y (em metros) decorrentes da aplicação de uma carga de 0,5 N na cabeça do implante (seta)

Figura 1.3 - Deformações equivalentes (em strains) decorrentes da aplicação de uma carga de 0,5N na cabeça do implante (seta)

Através das simulações verificou-se que ao aplicar um deslocamento de $6\ \mu\text{m}$ na cabeça do implante (valor $6\text{e-}006$ - Figura 1.2), o osso próximo à região apical do implante se deformava entre $0,00211$ strains e $0,00282$ strains (região azul-claro - Figura 1.3), ou seja, dentro da faixa de deformação em que ocorreria o estímulo de neoformação óssea.

Conhecida a magnitude do deslocamento necessário, iniciou-se o projeto do dispositivo que iria aplicar as cargas no implante (atuador). O funcionamento do atuador baseava-se nas expansões e contrações de um cristal de quartzo

piezoelétrico, que seriam induzidas por uma diferença de potencial imposta ao cristal. Este sistema teria força suficiente para realizar o estímulo e permitiria a regulação da magnitude dos deslocamentos no implante com grande precisão, pois seria proporcional à voltagem aplicada.

Paralelamente à elaboração do projeto e construção do atuador, iniciou-se o desenvolvimento das outras peças necessárias para realização do experimento. Os suportes para que os implantes fossem fixados nas tíbias dos ratos foram usinados (Figura 1.4 – partes A e B); os implantes foram confeccionados (Figura 1.4 – parte C); e foi solicitada autorização à Comissão de Ética no Uso de Animais. Além disso, os problemas identificados durante as simulações através do MEF também começaram a ser estudados de modo mais aprofundado.

Figura 1.4 - Suporte usado para fixar os implantes nas tíbias em vista lateral (A) e em vista superior (B); implante (C)

A construção do atuador foi tecnicamente difícil. Como os deslocamentos realizados pelo dispositivo seriam muito pequenos (da ordem de $6\ \mu\text{m}$) e deveriam ser executados com grande precisão, o atuador praticamente não admitia folgas entre seus componentes, pois a magnitude do deslocamento poderia ser influenciada por estas folgas. Além do mais, como os ratos são animais pequenos, o atuador precisava ter dimensões reduzidas. Assim, alguns dos parâmetros idealizados para o projeto não eram factíveis do ponto de vista prático, pois os técnicos não conseguiam executá-los.

Estas dificuldades atrasaram muito o andamento da pesquisa. Embora tenha sido construído um atuador que atendia às necessidades do projeto, ainda faltava testá-lo, e seria necessário construir mais um atuador de reserva, pois não podíamos prever sua durabilidade. Nesta altura dos acontecimentos, foi previsto um risco razoável e preocupante de que não houvesse tempo suficiente, dentro do prazo estipulado para o doutorado, para a realização do experimento e processamento

histológico das amostras. Por este motivo, o projeto inicial teve de ser abandonado e substituído pelo aprofundamento no estudo de um dos problemas identificados previamente para correta simulação do tecido ósseo através do MEF, que já vinha sendo abordado paralelamente.

O MEF tem sido muito empregado em estudos sobre o comportamento biomecânico de tecido ósseo⁶⁻²⁰. Um parâmetro fundamental para sua utilização é o conhecimento do módulo de elasticidade (E) do material simulado. Sem valores de E não é possível realizar simulações pelo MEF. Além disso, os resultados das simulações são dependentes do E informado ao programa. Portanto, os valores de E devem ser os mais exatos possíveis. Frequentemente o valor de E não é obtido experimentalmente pelo pesquisador que constrói o modelo, mas é assumido um valor a partir de informações disponíveis na literatura. No entanto, é difícil encontrar quem tenha feito experimentalmente a medição mais apropriada para representar o modelo corretamente, e muitas vezes são atribuídos valores aproximados ou por estimativa. Por exemplo, no caso do osso cortical, os valores experimentais de E podem ser influenciados por alguns fatores:

- Tipo de carregamento através do qual o E foi obtido: alguns estudos mostram que valores de E de osso cortical variam dependendo do tipo de carregamento^a pelo qual são obtidos^{21-26, Mack^b (1964, apud 27, 28)}. Deste modo, o osso cortical apresentaria um determinado E quando solicitado em compressão (E_c) e um E diferente quando solicitado em tração (E_t), o que caracterizaria o osso cortical como um material bimodular. Portanto, se estes estudos estiverem corretos, seria um erro atribuir um valor de E obtido num ensaio de compressão numa simulação em que existam tensões de tração ou vice-versa;

^a Em vários trechos da tese é descrito: “o E depende do tipo de carregamento”, ou “o E é influenciado pelo método”. Estas descrições dão a entender que existe um único E , que é influenciado pelo método de obtenção. No entanto, no caso de materiais bimodulares não ocorre, na realidade, uma dependência ou influência do método. Nestes materiais os métodos, de fato, medem grandezas físicas diferentes (ou seja, o ensaio de tração mede o E_t , e o ensaio de compressão mede o E_c). Assim, embora estas descrições tenham sido utilizadas (com o objetivo de facilitar a leitura e a redação do texto), é importante perceber que o que está sendo investigado, no caso do osso cortical, é se, neste caso, E_t e E_c são grandezas físicas distintas ou não.

^b Mack RW. Bone - A natural two-phase material. San Francisco - Berkeley: University of California; 1964. 36 p.

- Espécie e região anatômica do osso no qual o E foi obtido: os valores experimentais de E mudam em função da espécie de animal no qual foi obtido^{29, 30}. Sabe-se também que o osso cortical apresenta variações regionais do E dentro da mesma peça anatômica³¹⁻³³, e por isso, as propriedades da diáfise de um osso longo não devem ser iguais às propriedades da metáfise do mesmo osso;
- Escala na qual o E foi obtido: os valores de E dependem da escala em que eles foram obtidos^{34, 35}. Por isso, valores obtidos em testes macroscópicos podem ser pouco úteis quando utilizados para representar regiões muito menores e valores obtidos através de nanoindentações não deveriam ser atribuídos sem a correta representação da microarquitetura do material.

Diante destes fatos, encontrar valores de E representativos para realizar uma simulação pelo MEF pode ser muito difícil. Ao realizar a simulação do projeto inicial da tese, por exemplo, sabendo da possibilidade de que o osso cortical apresente comportamento bimodular, seria necessário, primeiro, confirmar ou rejeitar esta característica. Assim, o presente estudo terá como foco principal a investigação deste suposto comportamento do osso cortical.

1.2 BIMODULARIDADE EM OSSO CORTICAL

Habitualmente os materiais apresentam o mesmo E tanto em tensões de tração como em tensões de compressão³⁶. No entanto, existem materiais com um E em tração e outro, diferente, sob compressão. A este tipo de comportamento dá-se o nome de bimodularidade ou comportamento bimodular³⁷. São exemplos de materiais bimodulares: alguns tipos de rochas^{38, 39}, certas espécies de madeiras^{40, 41} e tecidos biológicos moles como a cartilagem⁴². O concreto, certas cerâmicas e certos compósitos também são habitualmente citados como materiais bimodulares^{36, 43}.

No caso do osso cortical, a literatura apresenta uma inconsistência a respeito deste assunto. Enquanto alguns artigos relatam que o osso cortical apresentaria E_t

diferente do E_c ^{21-26, Mack^C (1964, apud 27, 28)} ou dão indícios^d sobre este comportamento^{29, 44}; outros relatam que o osso apresentaria sempre o mesmo E ^{28, 31, 45-47}, independentemente do carregamento. A maioria dos artigos⁴⁸⁻⁵⁹ calcula um único E em função de outras variáveis, tratando de um único valor, como se nem pudesse existir outro.

No contexto das simulações por MEF, esta inconsistência gera uma dúvida especialmente importante: seria necessário assumir um E específico para tração e um E diferente para compressão ao simular este material? A totalidade dos modelos de MEF encontrados na literatura assume o mesmo E em tensões de tração e em tensões de compressão⁶⁻²⁰. No entanto, se o osso cortical realmente fosse conhecido como um material bimodular, seria previsível que os resultados obtidos sem a simulação desta característica conduzissem a interpretações erradas sobre as tensões e deformações desenvolvidas neste tecido. O que nos leva a pensar que os pesquisadores, em geral, consideram que o osso cortical tenha apenas um único módulo. Diante da inconsistência na literatura sobre o comportamento do E do osso cortical frente a diferentes tipos de tensão, o presente estudo busca esclarecer se o osso cortical apresenta comportamento bimodular ou não. Posteriormente, seria necessário verificar a importância das diferenças de resultados entre modelos que representem ou não a bimodularidade ou, por outras palavras, avaliar qual seria a consequência negativa de simplificar o comportamento do osso através de modelos com apenas um módulo.

Uma das formas de investigar a bimodularidade em osso cortical seria realizar diferentes ensaios não destrutivos (por exemplo, compressão, tração e flexão em três pontos) nos mesmos espécimes de osso cortical e verificar se os resultados diferem significativamente ou não. Um cuidado imprescindível nesta abordagem seria garantir que a divergência dos valores de E medidos pelos diferentes métodos não fosse devida a que um dos métodos apresentasse algum tipo de erro experimental sistemático.

Para garantir que os métodos utilizados fossem capazes de fornecer o mesmo resultado caso o material tivesse apenas um módulo, teríamos que “calibrar” os métodos utilizados, ou seja, teríamos que calcular o E de um material unimodular

^C Mack RW. Bone - A natural two-phase material. San Francisco - Berkeley: University of California; 1964. 36 p.

^d Embora estes estudos não mostrem valores experimentais de E_t e E_c , eles levam a pensar que os valores sejam diferentes.

depurando possíveis problemas de execução (se necessário) até que os métodos fornecessem resultados semelhantes, pois assim seria lícito considerar que todos os métodos estariam sendo corretamente executados. A seguir, os espécimes de osso cortical seriam medidos com as mesmas técnicas e; se as diferenças entre métodos fossem constatadas, elas teriam ocorrido inequivocamente devido ao comportamento bimodular do tecido ósseo.

A maior parte das ligas metálicas são materiais isotrópicos, puramente elásticos e apresentam E bem conhecido, que normalmente é o mesmo independentemente do tipo de tensão em que sejam solicitados (são unimodulares). Por este motivo, para calibração dos métodos, foi escolhido um material metálico. No entanto, os metais apresentam E muito maior do que o osso cortical e por isso, as montagens experimentais utilizadas para medir o E de metais poderiam precisar alguns ajustes (depuração) antes da utilização em osso cortical. Estes ajustes seriam decididos ao tentar utilizar os métodos calibrados em um material mais parecido com o osso cortical.

As resinas compostas são materiais isotrópicos e apresentam E da mesma ordem de grandeza que o E de osso cortical, motivo pelo qual foram escolhidas para orientar eventuais depurações. Assim como no caso dos metais, esperava-se que as resinas compostas também deveriam ser unimodulares. No entanto, ao analisar a literatura, verifica-se uma grande discrepância entre valores de E em uma mesma resina quando avaliada por diferentes estudos e/ou por diferentes métodos (Tabela 2.5). Alguns artigos até afirmam que os valores de E obtidos em resina composta dependem do método utilizado para medi-lo^{60, 61}, o que parece não fazer sentido neste tipo de material. Assim, a realização dos testes em resina composta ganhou um objetivo adicional: o de esclarecer se o método de medida influencia os valores de E obtidos neste material. Aproveitou-se também para verificar a possibilidade de estimar valores de E indiretamente através de medidas de dureza Knoop, o que seria interessante tendo em vista a facilidade e praticidade de execução do teste de dureza.

Só depois da calibração em metal e da depuração dos métodos em resina composta, os espécimes de osso cortical tiveram o seu E calculado e comparado em função dos diferentes métodos para investigação do comportamento bimodular.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 O MÓDULO DE ELASTICIDADE (E)

O módulo de elasticidade (E), módulo de Young ou módulo elástico é uma propriedade mecânica intrínseca do material que descreve sua rigidez relativa. Ele é definido como a razão entre tensão e deformação que um material apresenta em seu regime elástico quando submetido a uma carga⁶² (equação 1):

$$E = \frac{\text{tensão}}{\text{deformação}} = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{P/A}{\Delta L/L_0} \quad (1)$$

P : força ou a carga aplicada;
 A : área de secção transversal;
 ΔL : variação de comprimento;
 L_0 : comprimento inicial.

Quanto maior o E menor será a deformação elástica diante da aplicação de uma determinada tensão. Em uma escala atômica, o E de um material resulta da força de suas ligações interatômicas, ou seja, o E é uma medida da resistência encontrada para separar os átomos; quanto maior a força necessária, maior o E. Normalmente, em baixos níveis de tensão, o E_t é igual ao E_c ⁶³.

Como o cálculo do E leva em consideração as dimensões do espécime testado (área de secção transversal e o comprimento inicial) é importante salientar que ele é uma propriedade intrínseca do material; diferentemente de outra propriedade, o “*stiffness*”, que se refere habitualmente à rigidez do espécime sem considerar suas dimensões. Assim, ao ensaiar espécimes do mesmo material que tenham dimensões diferentes, o E deve ser sempre igual, enquanto o stiffness deverá ser maior nos espécimes de dimensões maiores. A diferenciação entre estas duas propriedades é importante, para que elas não sejam confundidas devido a sua semelhança. As unidades de E são normalmente expressas em MPa (N/mm²) ou em GPa (GN/m²), que tem dimensões de tensão, pois se trata de uma tensão dividida

por uma deformação, que é adimensional. Já as unidades do “*stiffness*” são expressas em N/mm, porque se trata de uma carga que provoca um deslocamento (ou linear, ou uma flecha).

O E de um material pode ser calculado por métodos dinâmicos e estáticos. Os métodos dinâmicos normalmente calculam o E com base na velocidade com que uma onda sonora se propaga no material. Quando utilizados para medir o E de materiais que não apresentam um comportamento exclusivamente elástico (como por exemplo, as resinas compostas odontológicas, que apresentam um componente visco-elástico em sua estrutura), os métodos dinâmicos costumam calcular valores de E mais altos, pois utilizam velocidades de deformação mais altas⁶² e, portanto, não refletem exclusivamente o comportamento do componente elástico. Os métodos estáticos são tradicionalmente utilizados para calcular o E, através da mensuração da deformação do material diante de uma tensão conhecida. Como os métodos estáticos foram o foco do presente trabalho eles serão abordados detalhadamente a seguir.

Normalmente os métodos estáticos que calculam o E são ensaios mecânicos de tensão-deformação⁶³. Nestes ensaios a carga se altera lentamente ao longo do tempo e registra-se um gráfico da deformação que o material apresenta em função da tensão. O conhecimento deste gráfico é de extrema importância, pois a partir dele podem-se calcular diversas propriedades mecânicas dos materiais além do E, como por exemplo: a tenacidade, a resiliência, o limite de proporcionalidade, a resistência à tração, a resistência à compressão, entre outras.

Como já foi mencionado, o E é uma propriedade medida no regime elástico do material, portanto ele deve ser calculado na parte elástica do gráfico tensão-deformação. Para muitos materiais a região elástica é também uma região de proporcionalidade entre tensões e deformações, o que se reflete numa região linear da curva. Neste caso, a inclinação da parte linear (coeficiente angular da reta ou a tangente do ângulo alfa formado entre a reta e o eixo X) corresponde ao E (Figura 2.1). Também existem materiais que mesmo não apresentando uma parte linear no gráfico tensão-deformação também apresentam comportamento elástico, já que quando a carga é removida o espécime volta ao seu tamanho original.

Figura 2.1 - Curva tensão-deformação esquemática. O comportamento elástico pode ser evidenciado, uma vez que o material em questão recupera suas dimensões iniciais quando a tensão é removida (seta azul). A tangente do ângulo α , calculada pela divisão do $\Delta\sigma$ pelo $\Delta\epsilon$. O valor obtido é o coeficiente angular da reta, que é numericamente igual ao E

Nos casos de curvas elásticas mas não lineares não é possível calcular o E como foi descrito anteriormente. No entanto, existem também outras possibilidades de cálculo:

- módulo tangencial: é calculado através da inclinação da curva tensão-deformação numa tensão específica, ou seja, traça-se uma reta que tange a curva tensão-deformação não linear em uma determinada tensão e calcula-se a inclinação da reta traçada (reta em vermelho - Figura 2.2);
- módulo secante: O módulo secante é calculado com base na inclinação de uma reta traçada desde origem até algum ponto específico da curva tensão-deformação (reta em azul - Figura 2.2)^e.

Figura 2.2 - Exemplo esquemático de uma curva tensão-deformação não linear. Em vermelho verifica-se um exemplo de cálculo de módulo tangente na tensão σ_2 . Em azul verifica-se um exemplo de cálculo de módulo secante entre a origem e a tensão σ_1

^e Mais detalhes sobre o cálculo do módulo tangente e módulo secante podem ser encontrados em outros estudos^{60, 61}.

A curva tensão-deformação de um material é usualmente obtida através de carregamentos de tração e de compressão. Outro método muito utilizado para calcular o E é o ensaio de flexão em três pontos. Um método alternativo de se calcular o E através de indentações Knoop é o Método de Marshall.

2.1.1 Ensaio de tração

O espécime é deformado geralmente até sua fratura por uma carga de tração, que é aplicada de forma crescente e gradativa⁶³. A carga é aplicada uniaxialmente em relação ao longo eixo do espécime. Para execução deste ensaio, normalmente o espécime utilizado apresenta a região central com secção transversal reduzida^{30, 44, 63}, com o objetivo de que as tensões e as deformações se concentrem nesta região. Os espécimes também costumam apresentar extremidades anguladas, que favorecem sua fixação na máquina de ensaios (Figura 2.3). No entanto, diante da dificuldade em confeccionar espécimes com esta geometria, existem trabalhos^{21, 49} que executam os ensaios de tração em espécimes sem nenhuma redução da secção transversal.

Figura 2.3 - Espécime usado em um estudo⁴⁵ que executava ensaios de tração

Erros no alinhamento do espécime em relação à máquina ou em sua fixação podem levar ao aparecimento de cargas de dobramento durante o ensaio, que podem causar erros significativos nas medidas⁶⁴.

Normalmente, a carga necessária para alongar o espécime é registrada pela célula de carga da máquina e a deformação do espécime é calculada com o auxílio

de um extensômetro^{24, 31, 45, 54}. O extensômetro é usado para descontar as deformações fora da área de interesse^f.

No ensaio de tração uniaxial, em virtude do alongamento apresentado pelo espécime, surgem deformações compressivas no sentido transversal⁶³. Assim, à medida que o espécime estica ele também fica mais fino. A razão entre a deformação transversal e a deformação axial é conhecida como coeficiente de Poisson (ν). Teoricamente, o coeficiente de Poisson para materiais isotrópicos deve ser $1/4$ ⁶³.

2.1.2 Ensaio de compressão

Nos ensaios de compressão^{57, 58} os espécimes também são carregados de forma uniaxial e longitudinalmente em relação ao seu longo eixo; no entanto, neste caso, são aplicadas cargas compressivas. Teoricamente, os ensaios de compressão são mais fáceis de executar do que os ensaios de tração⁶⁵, pois como os espécimes não são fixados na máquina, eles não precisam de uma geometria que favoreça sua fixação, o que também possibilita que eles sejam mais curtos. No entanto, também são necessários alguns cuidados na confecção dos espécimes: suas bases devem ser paralelas entre si e paralelas em relação às bases que aplicam a carga para evitar que ocorra concentração de tensões no ponto de contato, o que conduziria a subestimar o E. Além disso, deve-se atentar para razão de aspecto entre a largura e o comprimento dos espécimes: espécimes com uma baixa razão de aspecto entre comprimento e largura (próxima de 1:1) podem apresentar um aumento do E devido ao atrito existente entre o espécime e as bases aplicadoras de carga⁶⁶, enquanto espécimes muito compridos e finos (razão de aspecto entre altura e largura maior do que 3:1) podem aparentar rigidez menor devido a efeitos de flambagem⁴⁵.

^f Quando a carga é aplicada, além da deformação do espécime também ocorrem deformações na própria máquina (deformação dos componentes internos e das garras que fixam o espécime); no entanto, a máquina não consegue diferenciar os dois tipos de deformações e apresenta como resultado a somatória de todas elas. Assim, a função do extensômetro é justamente medir as deformações apenas na área de interesse, desconsiderando as que ocorrem fora de sua região de avaliação.

Nestes ensaios também é importante desconsiderar as deformações sofridas pela máquina, o que pode ser feito com o auxílio de um extensômetro⁵⁵⁻⁵⁸ ou descontando as deformações através do cálculo da complacência da máquina de ensaios⁶¹.

2.1.3 Ensaio de flexão

O ensaio de flexão em três pontos é um método amplamente utilizado para calcular o E. Neste ensaio, o espécime repousa sobre dois apoios equidistantes da região central; e um cilindro superior centralizado, aplica carga na parte superior do espécime, empurrando-o para baixo e causando sua deflexão. O ensaio de flexão é mais simples de executar do que os ensaios de tração e compressão, pois praticamente não apresenta nenhuma dificuldade em relação à geometria ou fixação do espécime. Além disso, o E obtido através da flexão em três pontos é calculado levando em conta grandes deflexões do espécime (ao contrário dos outros ensaios, que normalmente apresentam deslocamentos pequenos) e o método é relativamente insensível a imprecisões na centralidade do carregamento²⁴.

O ensaio de flexão em três pontos pode ser empregado para calcular o E em espécimes de secção transversal cilíndrica⁵⁹, retangular⁶⁷⁻⁷⁰ ou mesmo em ossos tubulares inteiros^{71, 72} (o que é muito útil para medir o E de ossos pequenos⁶⁵). O valor de E é calculado através da equação (2):

$$E = \left(\frac{\Delta C}{\Delta D} \right) \times \left(\frac{L^3}{48I} \right) \quad (2)$$

E : módulo de elasticidade;

ΔC : intervalo de carga (N) utilizado nos cálculos;

ΔD : deslocamento medido pelo deflectômetro (mm) correspondente ao ΔC ;

L : distância entre os suportes (mm);

I : momento de inércia da secção transversal.

Em espécimes com secção transversal circular o I pode ser calculado através da equação (3):

$$I = \frac{\pi d^4}{64} \quad (3)$$

I : momento de inércia da secção transversal;
 d : é o diâmetro do cilindro (mm).

Em espécimes com secção transversal retangular o I pode ser calculado através da equação (4):

$$I = \frac{lh^3}{12} \quad (4)$$

I : momento de inércia da secção transversal;
 l : é largura do espécime (mm);
 h : é a altura do espécime (mm).

Também existe o ensaio de flexão em quatro pontos^{23, 47}, no qual o espécime é carregado por dois cilindros superiores. Embora este ensaio exija um espécime mais regular, que acomode os dois pontos de carregamento (o que causa dificuldades para utilizá-lo em ossos inteiros), ele apresenta a vantagem de gerar uma flexão pura no espécime entre os dois cilindros aplicadores de carga (sem tensões de cisalhamento)⁶⁴.

Os ensaios de flexão são considerados ensaios mistos, pois durante o ensaio o espécime apresenta, simultaneamente, tensões-deformações de tração na parte de baixo e tensões-deformações compressivas na parte cima⁶⁴. No plano equidistante das superfícies superior e inferior do espécime existe um eixo neutro, que não apresenta nem tensões-deformações de tração nem de compressão. As tensões e deformações de tração e de compressão variam linearmente à medida que se aumenta a distância do eixo neutro^{23, 65}.

2.1.4 Método de Marshall

O método de Marshall⁷³ é um método alternativo para calcular o E através de indentações Knoop. Ele foi estabelecido para materiais cerâmicos, mas já foi utilizado em outros materiais, como por exemplo, resinas compostas odontológicas⁷⁴ e dentina⁷⁵. O método baseia-se na recuperação elástica que o material apresenta na diagonal menor (da marca remanescente) após a realização da indentação. O E é calculado através da equação (5):

$$E = \left(\frac{0,45 \times KH}{0,140646 - \left(\frac{b'}{a'} \right)} \right) \times 0,0098 \quad (5)$$

E : módulo de elasticidade;

0,45 : coeficiente de correção dos cálculos⁷⁵;

KH : valor da dureza Knoop obtido no ensaio;

0,140646 : proporção real entre a as diagonais do indentador Knoop;

b' : comprimento da diagonal menor na marca deixada pela indentação;

a' : comprimento da diagonal maior na marca deixada pela indentação;

0,0098 : fator de conversão usado para obter o E em GPa.

Este método apresenta como uma característica específica o fato de não precisar de um espécime grande, o que é interessante quando a quantidade disponível para confeccioná-lo é limitada, como acontece com espécimes de dentina ou de osso cortical, por exemplo.

2.1.5 Dureza Knoop (KH)

Os ensaios de dureza medem a resistência de um material a uma deformação plástica localizada⁶³, como por exemplo, a resistência à penetração de um pequeno indentador. Quanto mais duro é o material submetido ao teste, menor é o tamanho da impressão remanescente após a remoção do indentador. No ensaio de dureza Knoop, utiliza-se um indentador de diamante com geometria piramidal (Figura 2.4) e a KH de um material é calculada pela equação (6):

$$KH = \frac{C}{A} = \frac{C}{F_p L^2} \quad (6)$$

KH : valor de dureza Knoop⁹;

C : carga utilizada na indentação (kgf);

A : área da indentação (mm²);

F : fator de correção relacionado ao formato do penetrador (igual a 0,070279);

L : comprimento da diagonal maior (mm);

Este ensaio já foi executado em diversos tipos de materiais, como por exemplo, cerâmicas^{76, 77}, resinas compostas^{78, 79}, e osso cortical⁸⁰⁻⁸² e apresenta algumas características muito interessantes, dentre as quais pode-se citar: a facilidade de execução, o baixo custo, o fato de ser um teste não destrutivo e a possibilidade de obter outras propriedades de modo indireto a partir de sua medida^{63, 79, 83}. O ensaio de dureza Knoop não é um método normalmente utilizado para calcular o E. No entanto, ele foi abordado nesta seção, porque o presente estudo investigou a correlação entre a KH e o E, e em seguida, usou a correlação encontrada para calcular o E de modo indireto (em resinas compostas).

⁹ Ao utilizar a equação (6), os valores de KH são obtidos na unidade de kgf/mm², que é comumente denominada como KHN ("Knoop hardness number").

Figura 2.4 - (A) Geometria do indentador Knoop; (B) marca remanescente no material após a indentação. Figura adaptada do estudo de Riches et al.⁸¹

2.2 O COMPORTAMENTO BIMODULAR

Foi mencionado que normalmente os materiais apresentam o mesmo E tanto em tensões de tração como em tensões de compressão. No entanto, esta é apenas uma visão simplificada do assunto, uma vez que estudos apontam que diversos materiais apresentam comportamento bimodular, ou seja, apresentam o E_t diferente do E_c ^{36, 37} (Figura 2.5). Alguns exemplos de materiais com este comportamento são: certas espécies de madeiras^{40, 41}, alguns tipos de rochas^{38, 39} e tecidos biológicos moles como a cartilagem⁴². O concreto, certas cerâmicas e certos compósitos também são citados como materiais bimodulares^{36, 43}.

Figura 2.5 – Curvas tensão-deformação esquemáticas de materiais com comportamento bimodular: (A) mostra um material com E_t maior que o E_c ; (B) mostra um material com E_c maior que o E_t

É importante não confundir a bimodularidade com a anisotropia. Enquanto a bimodularidade é a diferença no E devido ao sentido do carregamento (diferença entre solicitar o material em tração e compressão); a anisotropia é a diferença na propriedade devido a direção do carregamento (diferença entre solicitar o material longitudinalmente e transversalmente).

Alguns motivos podem explicar o comportamento bimodular de um material, por exemplo: uma corda (em seu longo eixo) deve apresentar rigidez maior sob tração do que sob compressão, devido à flambagem quando comprimida. Um compósito que inclua fibras orientadas poderá, analogamente, apresentar bimodularidade quando solicitado em tração e compressão na direção das fibras. Isto não impede que o material assim constituído apresente, simultaneamente, um comportamento anisotrópico; ou seja, que seu E na direção longitudinal seja maior do que na direção transversal. Certos materiais também podem apresentar comportamento bimodular em uma das direções e não na outra.

Os mecanismos possivelmente responsáveis pela bimodularidade são pouco conhecidos em certos materiais, principalmente naqueles que apresentam estrutura muito complexa e uma matriz rígida. Basicamente existem três mecanismos relatados⁴⁰, mas os três terminam levando em consideração a constituição do material por um elemento fibroso (macro ou microscópico), orientado ou não em alguma direção preferencial, que responde de modo diferenciado sob tração ou sob compressão:

- **Encurvamento das fibras:** as fibras de reforço de um material podem estar dispersas na matriz de modo a apresentar em encurvamento inicial em relação ao longo eixo do material. Quando o material é tracionado no seu longo eixo, as fibras se alinham, o encurvamento inicial tende a desaparecer e então as fibras de reforço aumentam a resistência do material à deformação. Em contrapartida, quando o material é comprimido as fibras não se alinham, o encurvamento inicial tende a aumentar e as fibras de reforço praticamente não ajudam o material a resistir à deformação imposta. Nestes casos, o E_t tende a ser maior que o E_c . Segundo Herrmann, Mason e Chan^h

^h Herrmann LR, Mason WE, Chan STK. Response of reinforcing wires to compressive states of stress. Journal of Composite Materials. 1967;1(3):212-26.

(1967, apud ⁴⁰), este mecanismo se manifesta de forma mais significativa quando a fibra está curvada em poucos graus. Além disso, parece implícito que para que este mecanismo ocorra, a matriz deve ser relativamente flexível em comparação com a fibra.

- **Estrutura molecular do material:** Os compósitos de aramida, por exemplo, apresentam resistência à tração maior do que resistência à compressão. A aramida é polímero que apresenta ligações covalentes muito fortes entre os monômeros no longo eixo da cadeia e se liga lateralmente a outras cadeias através de pontes de hidrogênio, que são ligações secundárias (muito mais fracas que as ligações covalentes). Enquanto as deformações de tração realizadas no longo eixo do polímero tendem a estender as cadeias poliméricas e solicitam principalmente ligações primárias; deformações compressivas geram tensões de tração na direção transversal, solicitando as ligações de hidrogênio entre as cadeias⁸⁴. É razoável que a solicitação de ligações fortes nos carregamentos de tração e de ligações fracas nos carregamentos de compressão conduza a um E_t maior do que o E_c ⁴⁰.
- **Micro-flambagem das fibras de reforço:** de modo isolado, as fibras de reforço normalmente apresentam E_t maior do que E_c , uma vez que elas tendem a flambar quando são comprimidas. Quando estas fibras estão “incluídas” em algum material o E_c aumenta, pois quando comprimidas, agora as fibras têm uma maior restrição à flambagem. No entanto, o material no qual as fibras de reforço estão presentes normalmente apresenta uma rigidez menor do que as fibras e não conseguem evitar totalmente sua flambagem. Assim, a micro-flambagem das fibras de reforço é outro mecanismo que pode fazer com que um material apresente E_c menor do que o E_t .

Considerando que os ensaios de flexão são ensaios mistos (página 32) e que a bimodularidade relaciona valores de E_t e E_c , é importante perceber que o comportamento bimodular tem uma consequência necessária sobre os valores de E obtido em ensaios de flexão (E_b): o valor de E_b deve refletir necessariamente, de modo global, a propriedade do material em tração e em compressão. Assim, quando o E_b é calculado em um material bimodular ele deve apresentar necessariamente um

valor intermediário aos valores obtidos em tração e compressão^{24, 26}. Nestes casos, o E_b não deve ser interpretado como uma propriedade de material, mas sim como um valor que relaciona o E_t e E_c .

Diante desta característica do E_b , existe a possibilidade de calculá-lo indiretamente, através de valores de E_t , E_c e da equação (7)²⁴, que os relaciona:

$$E_b = \frac{4E_t}{\left(1 + \sqrt{E_t/E_c}\right)^2} \quad (7)$$

E_b : módulo de elasticidade calculado em flexão em três pontos (em GPa);

E_t : módulo de elasticidade calculado em tração (em GPa);

E_c : módulo de elasticidade calculado em compressão (em GPa).

Outra consequência do comportamento bimodular nos ensaios de flexão é o deslocamento do eixo neutro de deformações. Diferentemente dos materiais unimodulares, nos quais o eixo neutro se localiza num plano equidistante das superfícies superior e inferior do espécime (ver na página 32); nos materiais bimodulares, o eixo neutro de deformações se localiza deslocado para o lado da região mais rígida do espécime, portanto se o eixo neutro se desloca para baixo significa que E_t é maior que o E_c ; se o eixo neutro se desloca para cima significa que o E_c é maior que o E_t ²³. Avaliar o deslocamento do eixo neutro pode ser muito útil para estudar a bimodularidade dos materiais, mas só pode ser feito por técnicas que consigam medir diferenças da deformação em regiões dentro do espécime.

2.3 O TECIDO ÓSSEO

2.3.1 Características gerais

É um tecido de natureza conjuntiva que apresenta como característica mais marcante a consistência dura, que ocorre devido à presença de cristais de apatita carbonatada dispersos em sua matriz extracelular. É constituído por duas fases: uma orgânica (20-25%) e outra inorgânica (75-80%)^{85, 86}. A fase orgânica é composta principalmente por colágeno do tipo I (85%) e também por outros componentes presentes em menor escala como, por exemplo, proteínas colágenas dos tipos IV e V (5%) e moléculas não-colágenas (10%). A fase inorgânica é composta principalmente por hidroxiapatita carbonatada (80%) e água (20%)⁸⁶. O tecido ósseo também apresenta em sua composição três tipos básicos de células⁸⁶: osteoblastos, responsáveis pela síntese e secreção de matriz orgânica; osteócitos, que são os osteoblastos que ficaram aprisionados na matriz, já mineralizada, secretada por eles; e osteoclastos, responsáveis pela reabsorção de osso mineralizado. Este tecido se organiza e constitui órgãos, os ossos, que em conjunto formam o esqueleto.

A formação do tecido ósseo ocorre através de um processo de ossificação intramembranosa ou de ossificação endocondral⁸⁶:

- Na ossificação intramembranosa, primeiramente, ocorre uma proliferação e agrupamento de células na presença de uma abundante rede capilar em certas regiões de tecido mesenquimal. Isto leva à formação de regiões condensadas de natureza conjuntiva com aspecto membranoso, chamadas membranas ósseas. Posteriormente, as células das membranas ósseas se diferenciam e passam a apresentar um formato mais arredondado e prolongamentos mais espessos, transformando-se assim em células osteogênicas ou pré-osteoblastos. Estas células continuam a se diferenciar e se convertem em osteoblastos (quando desenvolvem no seu citoplasma as organelas características de uma célula secretora de proteínas), que passam a

sintetizar e secretar as moléculas da matriz orgânica do futuro osso. São formados por este processo os ossos da calota craniana, da maxila, da mandíbula (com exceção do côndilo, e outros ossos pequenos como o nasal, o vômer, o palatino e o esfenoíde). A ossificação intramembranosa também contribui para o crescimento dos ossos curtos e para o aumento em espessura dos ossos longos.

- Na ossificação endocondral, o tecido ósseo se forma à medida que substitui gradualmente um modelo cartilaginoso que já existia. Neste caso as células mesenquimais proliferam, condensam-se e se diferenciam em condroblastos, que por sua vez formam um modelo de cartilagem hialina com o aspecto do futuro osso. Então, células mesenquimais adjacentes ao pericôndrio do tecido cartilaginoso formado diferenciam-se em osteoblastos e passam a sintetizar e secretar matriz orgânica óssea, que se mineraliza formando uma camada óssea ao redor do modelo cartilaginoso. Os condrócitos se hipertrofiam, a matriz cartilaginosa se calcifica e então os condrócitos entram num processo de morte celular seguido por uma série de processos complexos que levam a uma substituição de cartilagem por tecido ósseo. A ossificação endocondral é responsável pela formação dos ossos longos das extremidades, assim como das vértebras e das costelas. É importante ressaltar que os ossos formados por ossificação intramembranosa ou por ossificação endocondral não apresentam diferenças em sua estrutura ou composição final.

Os ossos podem ser classificados quanto o seu grau de maturidade em osso primário e osso secundário⁸⁶. O osso primário (*"woven bone"*) é o primeiro tecido ósseo formado; apresenta osteócitos em maior número do que o osso secundário, que se distribuem de forma irregular e encontram-se alojados em lacunas arredondadas; suas fibras colágenas não apresentam organização definida. Já no osso secundário, os osteócitos aparecem dispostos regularmente em lamelas paralelas ou dispostas concêntrica aos vasos que percorrem os canais vasculares, e ficam alojados em lacunas achatadas. As fibras colágenas também apresentam uma disposição concêntrica aos canais.

Tanto no osso primário como no secundário os osteócitos estão conectados entre si e com as células da superfície por meio de canalículos, nos quais, além dos seus prolongamentos citoplasmáticos, existe também um fluido muito semelhante ao plasma (que corresponde ao fluido dentinário da dentina).

Apesar de o tecido ósseo apresentar-se aparentemente como um tecido com pouca atividade, os ossos encontram-se constantemente em remodelação⁸⁶. Em diversas situações os ossos alteraram sua forma ou estrutura (por exemplo, de um osso primário para um osso secundário ou de um osso esponjoso para um osso compacto) ou precisam se adaptar às novas situações fisiológicas ou patológicas. Estes processos de remodelação ocorrem através de neoformação e reabsorção de osso.

2.3.2 Organização estrutural do tecido ósseo

O tecido ósseo apresenta diferentes níveis de organização estrutural dependendo da escala de análise^{35, 87, 88}. Pode-se citar os seguintes níveis: (1) componentes predominantes (cristais de hidroxiapatita carbonatada, água e fibrilas colágenas do tipo I); (2) fibrilas colágenas mineralizadas (padrão unidirecional; padrão de madeira compensada; desorganizado); (3) lamelas; (4) ósteons; (5) osso cortical e osso trabecular.

2.3.2.1 Componentes predominantes

Numa escala sub-nanoestrutural os componentes mais proeminentes são: os cristais de apatita carbonatada, as fibrilas colágenas do tipo I e a água. Também é possível verificar a existência das proteínas não colágenas numa menor proporção^{35, 88}.

Os cristais de apatita carbonatada apresentam forma de chapa⁸⁸ com aproximadamente 50 nm de comprimento, 25 nm de largura e 2 a 3 nm de

espessura³⁵. Eles se encontram em “gaps”, entre as moléculas de tropocolágeno, dentro das fibrilas colágenas e crescem com uma orientação aproximadamente paralela em relação ao longo eixo das mesmas³⁵. O componente mineral também está presente ao redor das fibrilas, nas regiões interfibrilares.

O colágeno do tipo I caracteriza-se por sua natureza fibrosa. Suas moléculas são formadas por três cadeias polipeptídicas que se agrupam na forma de tripla hélice apresentando aproximadamente 1,2 nm de diâmetro e 300 nm de comprimento⁸⁸. Nos agrupamentos de moléculas tripla hélice, que formam as fibrilas, as moléculas apresentam seus longos eixos paralelos entre si e suas porções terminais encontram-se separadas de outras moléculas por “gaps” de aproximadamente 35-40 nm (onde localizam-se os cristais de hidroxiapatita carbonatada citados anteriormente); as moléculas vizinhas apresentam um trespasse de aproximadamente 68 nm^{35, 88} (Figura 2.6). As fibrilas normalmente se associam formando grupos de fibrilas alinhadas, que são chamadas de fibras colágenas.

O terceiro componente majoritário que deve ser abordado nesta escala é água. A água está presente dentro e entre as fibras. Sua importância não deve ser ignorada, pois as propriedades mecânicas de osso hidratado e osso desidratado, por exemplo, são diferentes²⁶.

Figura 2.6 - Organização das moléculas de colágeno em uma fibrila. Na figura, pode-se visualizar os cristais de apatita carbonatada nos gaps entre as moléculas tripla-hélice, e o trespasse que existe entre moléculas adjacentes (figura adaptada e traduzida do estudo de Rho et al.³⁵)

2.3.2.2 Fibrilas colágenas mineralizadas

As fibrilas colágenas mineralizadas são o componente mais proeminente da estrutura óssea e pertencem à escala nanométrica. As moléculas de colágeno (descritas anteriormente) se organizam em fibrilas, que apresentam 80-120 nm de diâmetro⁸⁷. A nucleação dos cristais de apatita carbonatada se inicia nos "gaps" entre as moléculas de colágeno. Os cristais crescem e passam a ocupar também as zonas de trespasse, afastando as moléculas colágenas adjacentes e podendo eventualmente se juntar uns aos outros. Seus eixos longitudinais estão bem

alinhados em relação ao longo eixo das fibrilas. É importante perceber que este crescimento é, de certo modo, orientado pelo arcabouço orgânico⁸⁸. Acredita-se inclusive que as proteínas não colágenas possam regular o tamanho, a orientação e a rotina de deposição mineral³⁵.

As fibrilas colágenas mineralizadas apresentam uma forte tendência de se agruparem em fibras, que podem apresentar diferentes padrões de organização⁸⁸ (Figura 2.7):

- **Padrão unidirecional:** é o padrão mais simples de organização e é uma extensão de um único grupo de fibras, com todas elas alinhadas em relação aos seus longos eixos.
- **Padrão de madeira compensada:** este padrão é caracterizado por fibras paralelas presentes em camadas, mas com sua orientação mudando em cada camada. A estrutura mais simples deste padrão é com grupos de fibras paralelas orientadas ortogonalmente em camadas adjacentes (“*plywood-like*”). Também existem estudos que sugerem que a orientação das fibrilas mudaria gradualmente em cada camada com uma rotação progressiva (“*rotated plywood*”)⁸⁹.
- **Desorganizado:** as fibras colágenas também podem apresentar um padrão desorganizado. Neste caso as fibras praticamente não se apresentam em grupos, mas como fibrilas individuais sem uma orientação.

Figura 2.7 - Padrões de organização das fibras colágenas: (a) padrão unidirecional; (b) padrão de madeira compensada; (c) padrão desorganizado. Figura adaptada do estudo de Weiner e Wagner⁸⁸

Os diferentes padrões de organização das fibras colágenas podem ser observados numa escala sub-micrométrica, e compõem os diferentes tipos de osso, como por exemplo:

- **Ossos fibrolamelares ou plexiformes:** são compostos basicamente por fibras colágenas mineralizadas que apresentam o padrão unidirecional. As fibras que compõem o osso fibrolamelar apresentam espaços entre si, que são preenchidos, normalmente, com osso do tipo lamelar⁸⁸;
- **Ossos imaturos:** são compostos basicamente por fibras desorganizadas, que costumam não apresentar nenhum tipo de organização preferencial⁸⁷. No osso imaturo as fibras deixam regiões interfibrilares maiores que no osso lamelar, as quais são preenchidas por proteínas não colágenas;

- **Ossos lamelares:** é composto por uma série de camadas de fibras colágenas (3-7 μm de espessura cada uma), conhecidas como lamelas, que normalmente apresentam o padrão de madeira compensada. É o tipo de osso mais encontrado em mamíferos e normalmente substitui o osso imaturo e o osso fibrolamelar durante o processo de remodelação óssea⁸⁸. As lamelas normalmente apresentam uma disposição paralela ou concêntrica em relação aos vasos que percorrem os canais vasculares. Entre elas existem as áreas interlamelares, que são regiões ricas em proteínas não colágenas^{90, 91} e atuam como uma espécie de cola entre as lamelas⁹². Nestas regiões, as fibras colágenas orientam-se circunferencialmente em relação ao longo eixo do ósteon e apresentam-se em menor quantidade do que nas lamelas⁹⁰.

2.3.2.3 Ósteons

Quando as lamelas se agrupam em camadas concêntricas ao redor de um canal central, elas constituem ósteons ou sistema de Havers. Estas micro estruturas apresentam um formato aproximadamente cilíndrico (200-250 μm de diâmetro) com um canal central (30-40 μm de diâmetro) que pode se ramificar ou se mesclar com outros canais. Estes canais (canais de Havers) costumam apresentar um alinhamento entre eles e ocorrem predominantemente orientados no sentido do longo eixo dos ossos longos, ao contrário dos canais de Volkmann que se apresentam transversalmente⁸⁷.

2.3.2.4 Osso esponjoso e osso cortical

Em um osso maduro, normalmente pode-se diferenciar dois tipos de ossos macroscopicamente: o osso esponjoso e o osso compacto. Ambos apresentam estrutura básica constituída por lamelas, no entanto existem diferenças na sua

quantidade, disposição e existência de espaços entre os sistemas lamelares⁸⁶. No osso esponjoso as lamelas normalmente são paralelas entre si e formam finas trabéculas, entre as quais existem amplos espaços preenchidos por um tecido conjuntivo frouxo, vasos sanguíneos e tecido hematopoiético, que constitui uma parte da medula óssea. A circulação medular é responsável pela nutrição do osso esponjoso. Já no osso compacto, as lamelas se apresentam na forma de ósteons, formando uma estrutura mais espessa e densamente agrupada, na qual praticamente não existem grandes vazios como no osso esponjoso. Neste caso a nutrição do tecido ocorre através de capilares que percorrem os canais de Havers e de Volkmann. Como osso compacto se localiza especialmente na superfície ele também é chamado de osso cortical.

2.4 DIFERENÇAS NO MÓDULO DE ELASTICIDADE EM FUNÇÃO DO CARREGAMENTO

Poucos trabalhos permitem avaliar possíveis diferenças entre E_t e E_c em osso cortical^{21-26, 28, 31, 45-47, Mackⁱ (1964, apud^{27, 28})}. Ainda que o termo “bimodular” não seja citado em nenhum estudo, alguns deles^{21-26, Mackⁱ (1964, apud^{27, 28})} mostram que o osso apresenta E_t diferente do E_c ; em contrapartida, outros^{28, 31, 45-47} afirmam que os dois tipos de carregamento resultam em valores de E semelhantes. Existe ainda um terceiro grupo de trabalhos^{29, 44} nos quais, embora não seja possível fazer uma comparação direta entre o E_t e o E_c , dão indícios de que seus valores sejam diferentes. A grande maioria dos estudos que executam ou ensaio de tração⁴⁸⁻⁵⁴ ou de compressão⁵⁵⁻⁵⁸, calculam um único E , e nem consideram a possibilidade de que possa existir um outro valor dependendo do tipo de carregamento utilizado. Dentre os trabalhos que calculam o E através de flexão, apenas dois^{23, 24} mencionam a possibilidade de que existam valores diferentes de E para tração e compressão.

O estudo de Mackⁱ (1964, apud^{27, 28}), que calculou valores de E_t e E_c de tecido ósseo com a fase orgânica removida, mostrou diferenças em função do carregamento. Segundo ele, o E_t seria em média 2,6 vezes maior do que o E_c , (E_t

ⁱ Mack RW. Bone - A natural two-phase material. San Francisco - Berkeley: University of California; 1964. 36 p.

igual a 17,6 GPa; e E_c igual a 6,8 GPa). Um outro estudo²⁸ explica esta diferença levantando a possibilidade de que o pesquisador não tenha feito a necessária correção do deslocamento (considerando a deformação sofrida pela máquina), e acrescentando que a razão de aspecto entre o comprimento e a largura dos espécimes utilizados no estudo (4:1) poderia ter favorecido a flambagem do espécime durante o ensaio, o que falsearia o E obtido em compressão.

Na década de 70, foi publicado um livro²⁶ que relata valores de E calculados por vários autores sob tração, compressão e flexão em três pontos. Estes ensaios foram executados em espécimes obtidos a partir de fêmures de diferentes espécies de animais (cavalos, bois e humanos). Neste caso, os valores relatados de E_c foram obtidos em espécimes com razão entre comprimento e largura de 2:1. O efeito da hidratação do material sobre o E também foi avaliado. Os resultados relatados neste livro constam são apresentados a seguir (Tabela 2.1).

Tabela 2.1 - Valores de E calculados em ensaios de tração, compressão e flexão em três pontos²⁶

Espécie	Condição de hidratação	E (GPa)		
		E_c	E_b	E_t
Cavalos	úmido	9,2	13,7	25,0
	seco	13,5	14,7	33,0
Boi	úmido	8,5	16,7	24,5
	seco	10,6	22,6	25,3
Humano (25-39 anos)	úmido	10,4	15,7	17,3
	seco	12,7	18,1	20,2

Os valores de E_t foram em média 2,8 vezes maiores do que o valores de E_c , e os valores de E_b foram intermediários em relação ao E_t e E_c . Em todos os casos os valores obtidos com o material seco, foram maiores do que os valores obtidos em material umedecido. Não é relatado uso de extensômetro nem de nenhum tipo de desconto realizado para eliminar a complacência da máquina de ensaios, no entanto existe coerência entre valores de E_b , E_c e E_t .

Que o valor de E_b seja intermediário entre E_t e E_c também foi verificado em um outro estudo²⁴, que também calculou o E experimentalmente através dos três métodos em espécimes de osso cortical obtidos a partir de uma tíbia bovina. Neste

estudo os valores de E_t foram em média 3,4 vezes maiores do que os valores de E_c (Tabela 2.2). Relata-se utilização de extensômetro no ensaio de tração. Na compressão e flexão, o encurtamento e a deflexão do espécime foram obtidos pelo deslocamento do extensômetro interno da máquina. Além de o E_b ter sido calculado experimentalmente, ele também foi calculado de forma indireta através dos valores de E_t e E_c e da equação anteriormente citada (equação 7, página 38). É relatada boa concordância entre os valores de E_b obtidos experimentalmente e seus respectivos valores calculados indiretamente.

Tabela 2.2 - Valores de E espécimes obtidos em espécimes de tíbia bovina²⁴

Espécime	E (GPa)			
	E_c	E_b (experimental)	E_b (calculado)	E_t
1	8,2	13,8	13,4	24,0
2	6,6	12,6	11,1	22,3
3	8,1	17,1	13,6	27,3
4	6,0	14,2	10,7	24,1
5	6,4	12,9	10,7	21,6

Os autores deste estudo também aplicaram esta mesma equação nos valores (E_t e E_c) do livro citado anteriormente²⁶ para calcular o E_b de modo indireto. Neste caso, também relata-se boa concordância entre os valores experimentais e os calculados.

Uma série de estudos^{21, 22, 93} calculou o E em micro espécimes obtidos em ossos humanos e bovinos, com o objetivo de medir as propriedades mecânicas de um único ósteon isolado. O E foi medido através de diferentes tipos de carregamentos: tração²¹, compressão²² e flexão em três pontos⁹³. Estes estudos levaram em conta os diferentes padrões de orientação das fibras nas lamelas do ósteon e o grau de mineralização dos espécimes. Ao comparar espécimes similares (totalmente calcificados e com fibras colágenas orientadas longitudinalmente), verifica-se que o E_t (11,7 GPa) é maior do que o E_c (7,3 GPa). Curiosamente, os valores de E_b (2,3 GPa) de espécimes com as mesmas características foram menores do que os valores de E_c .

Também já foi avaliado²⁵ se o tipo de carregamento a que o osso está habitualmente exposto teria alguma influência sobre os valores de E_t e E_c . Para isso, foram confeccionados dois grupos de espécimes de regiões distintas do terceiro metacarpo de diferentes cavalos. Um grupo foi confeccionado a partir de uma região exposta a tensões de tração e o outro grupo de uma região exposta a tensões de compressão. Independentemente do tipo tensão a que o espécime estava habitualmente exposto, os valores de E_t foram em média 35% maiores do que os valores de E_c . Neste trabalho foi utilizado um extensômetro no ensaio de tração e relata-se a correção das deformações sofridas pela máquina durante o ensaio de compressão, através do cálculo da complacência da máquina.

Recentemente, possíveis diferenças entre E_t e E_c foram investigadas através do deslocamento do eixo neutro de deformações observado em um ensaio de flexão em quatro pontos²³. Este experimento foi executado em espécimes de osso cortical de cavalo (terceiro metacarpo). A utilização desta metodologia é bastante interessante, porque com ela é possível avaliar diferenças decorrentes do tipo de carregamento no mesmo espécime. Este estudo tomou ainda o cuidado de ensaiar os espécimes em diferentes posições^j, o que possibilitou descontar possíveis diferenças regionais do E dentro do próprio espécime e assim verificar a influência específica do tipo de carregamento. Isto é especialmente importante diante da possibilidade de que as diferenças no E aparecessem devido a variações regionais da propriedade, e não devido apenas à influência do tipo de carregamento visto que osso cortical não é um material uniforme. Concluiu-se que o E_t seria em média 6% maior do que o E_c ; no entanto, os resultados mostram uma variação desta diferença nos espécimes testados: em certos casos a diferença entre E_t e E_c foi insignificante e em outros o E_t foi 14% maior do que o E_c . Existe também um indício de que esta diferença poderia estar subestimada, pois um estudo realizado em madeira^k (1961, apud⁴⁰) que também investigou a diferença entre E_t e E_c através de ensaios de dobramento e ensaios uniaxiais, mostrou que a diferença apresentada nos ensaios de dobramento ($E_t/E_c=1,037$) era consideravelmente menor do que a diferença evidenciada nos ensaios de uniaxiais ($E_t/E_c=1,279$). A literatura a que

^j A parte do espécime que estava voltada para cima e que, portanto, foi submetida a compressão no primeiro ensaio de flexão, foi virada para baixo e submetida a tração no segundo ensaio. Ensaando os espécimes em posições diferentes o estudo consegue “descontar” as influências das variações regionais que ocorrem dentro do próprio espécime.

^k Walker JN. Interpretation and measurement of strains in wood. Indiana - Lafayette: Purdue University; 1961.

tivemos acesso, não explica o motivo pelo qual o dobramento subestimaria as diferenças.

Certos artigos, embora não investiguem especificamente a relação entre E_t e E_c , apresentam vestígios de que os valores obtidos em tração seriam maiores:

- Um deles²⁹ calculou o E_t e o E_b em osso cortical obtidos a partir de diversas espécies, e verificou que os espécimes de fêmur e tíbia de boi apresentaram E_t (31,3GPa) maior do que E_b (18,5GPa); os espécimes de fêmur de cavalo também apresentaram E_t (25,7 GPa) maior do que o E_b (21,2 GPa). Isto leva a pensar que a diferença entre E_t e E_c seria ainda maior.
- Walsh e Guzelsu, afirmam em um dos seus estudos⁴⁴, que avalia a interface entre a fase mineral e orgânica de osso cortical, que seus dados sugerem que o E_t é maior que o E_c .

Reilly et al.⁴⁵ estudaram a diferença entre E_t e E_c em uma amostra composta por espécimes de osso cortical obtidos a partir de ossos de boi e ossos de humanos. Basicamente, o estudo calculou o E de 24 grupos de espécimes de osso cortical. Dentro de cada grupo, alguns espécimes foram testados sob tração uniaxial e outros sob compressão. Os resultados de cada grupo são apresentados na página 52 (Tabela 2.3).

Este estudo é muito citado para corroborar a ideia de que o E_t seria igual ao E_c , uma vez que os autores afirmam que não existem diferenças estatísticas entre os valores obtidos em tração e compressão para cada peça anatômica de osso. No entanto, chama a atenção que apenas cinco dos grupos estudados apresentem médias que realmente levem a pensar que o E_t seja igual ao E_c (apenas em 5 grupos a diferença E_t-E_c é inferior a 5%). Embora os demais grupos tenham apresentado diferenças maiores entre E_t e E_c , o teste estatístico não revelou diferenças significantes, o que pode ter ocorrido devido ao alto coeficiente de variação e baixo “n” (média de 5 espécimes por grupo). Outro fato que também chama atenção é que ao analisar os grupos de forma global, inexplicavelmente, alguns apresentam $E_t > E_c$ e outros $E_t < E_c$.

Tabela 2.3 - Resultados obtidos por Reilly et al.⁴⁵. Para obter a coluna “Diferença entre E_t e E_c (%)” primeiramente o valor E_c foi subtraído do valor de E_t e em seguida, a diferença foi dividida pelo maior valor (E_t ou E_c) e multiplicada por 100 para obter a diferença em (%). Valores positivos significam que $E_t > E_c$; valores negativos significam que $E_c > E_t$

Espécie	Idade (anos)	Grupo	E_t (GPa)	E_c (GPa)	Diferença entre E_t e E_c (%)
humano	31	1	17,2	18,5	-7
humano	61	2	18,6	15,9	15
humano	62	3	17,8	16,6	7
humano	69	4	17,4	15,3	12
humano	59	5	18,2	18,8	-3
humano	45	6	14,6	17,6	-17
humano	55	7	15,9	17,8	-11
humano	72	8	15,6	19,7	-21
humano	47	9	15,8	19,7	-20
humano	55	10	14,7	17,6	-16
humano	77	11	13,6	16	-15
humano	61	12	14,2	15,1	-6
humano	63	13	19,1	16,5	14
humano	71	14	17,1	18,2	-6
humano	32	15	17,8	18,7	-5
humano	20	16	11,4	14,7	-22
humano	86	17	15,1	15,4	-2
humano	21	18	18,3	18,3	0
humano	22	19	19,3	17,9	7
boi	-	20	30,4	29,2	4
boi	-	21	24,2	31,4	-23
boi	-	22	25,7	21,9	15
boi	-	23	23,1	24,7	-6
boi	-	24	21,6	20,9	3

Estas “inconsistências” não são abordadas pelos autores na discussão do trabalho; no entanto, existem pelo menos dois motivos que poderiam ajudar a explicá-las: (a) o estudo não avaliou a influência do carregamento no mesmo espécime e, por isso, os resultados podem ter sido influenciados por variações regionais da propriedade; (b) podem ter ocorrido erros experimentais, principalmente devido à complexidade de confecção dos espécimes e devido à proximidade das garras e “cabeça” do espécime aos pontos de fixação do extensômetro (no ensaio de tração), o que pode não ter garantido que toda a região sob medida estivesse submetida a tensões uniaxiais uniformes. É razoável pensar, inclusive, que estes

dois erros tenham ocorrido simultaneamente em vários espécimes, o que pode ter ocasionado as variações do E na maioria dos grupos.

Ebacher et al.⁴⁷ mostram valores de E semelhantes para tração e compressão em ossos humanos, através de um ensaio de flexão em quatro pontos. Neste estudo, dois extensômetros foram utilizados simultaneamente, um na parte superior e outro na parte inferior do espécime, para medir as deformações nestas regiões durante o ensaio. Deste modo, o E_t e o E_c foram calculados no mesmo espécime ao mesmo tempo. É relatada uma média de 23 GPa para ambas as tensões. No entanto, este é mais um caso no qual as diferenças entre tração e compressão podem não ter aparecido devido a influências regionais da propriedade, já que o E_t e o E_c foram medidos em regiões diferentes do espécime (E_t na parte de baixo e E_c na parte de cima). Também pode ter ocorrido a subestimação da diferença devido a utilização do ensaio de flexão ao invés da utilização dos ensaios uniaxiais, assim como foi exposto na página 50, ao comentar um estudo executado em madeira¹ (1961, apud⁴⁰).

Li et al.³¹ prepararam espécimes a partir de dois fêmures de um mesmo boi e calcularam o E sob tração e sob compressão. Como um dos objetivos era avaliar diferenças nas propriedades mecânicas em função da região anatômica, os espécimes foram obtidos de diferentes regiões (anterior, posterior, medial e lateral). Também foram obtidos espécimes com diferentes orientações em relação ao longo eixo do osso (longitudinais e transversais) para investigação do comportamento anisotrópico. As deformações foram medidas com auxílio de um extensômetro no ensaio de tração, e com auxílio de um sensor LVDT no ensaio de compressão. Embora os resultados apresentem uma tendência global de que o E_t (20,22 GPa) seja maior que o E_c (19,09 GPa) não foram encontradas diferenças estatísticas entre os diferentes tipos de carregamentos. A diferença numérica foi atribuída pelo autor às porosidades do material, que diminuiriam mais a rigidez do material na compressão. O autor não descreve a montagem experimental, mas acrescenta a justificativa de que a complacência da garra teria interferido mais na compressão, apesar de ter realizado as medidas de alongamento em compressão com uma sonda LVDT. Embora o estudo tenha sido conduzido de forma bastante criteriosa (mesma velocidade de deformação nos dois tipos de carregamento, uso de

¹ Walker JN. Interpretation and measurement of strains in wood. Indiana - Lafayette: Purdue University; 1961.

extensômetro na tração e sensor LVDT na compressão, espécime de tração com estreitamento na área central, lubrificação das bases antes de realizar o ensaio de compressão), a baixa razão de aspecto entre o comprimento e a largura dos espécimes (5:5) pode ter superestimado o E_c (assim como foi exposto previamente na página 30); a não execução dos diferentes tipos de carregamento nos mesmos espécimes também pode ter influenciado nos resultados obtidos. Diferenças significantes foram encontradas em função da região, principalmente entre regiões opostas (anterior-posterior e medial-lateral) e em função da orientação dos espécimes (E dos espécimes longitudinais foram maiores do que o E dos espécimes transversais).

Outros estudos também verificaram valores semelhantes de E_t e E_c , no entanto estes estudos também não executaram os diferentes tipos de carregamento no mesmo espécime:

- Catanese et al.²⁸ confeccionaram espécimes a partir da diáfise de úmeros bovinos. Os espécimes foram testados em tração e em compressão com auxílio de um extensômetro para medir as deformações em ambos os casos. Os grupos controle apresentaram valores similares nos dois carregamentos ($E_t=16,2$ GPa e $E_c=16,3$ GPa).
- Vashishth et al.⁴⁶ também utilizaram extensômetro e mostram em seus gráficos, valores muito similares para os dois carregamentos em seu grupo controle (aproximadamente 21 GPa).

Como os estudos a que tivemos acesso apresentaram dados divergentes sobre o suposto comportamento bimodular do osso cortical, parece-nos que a literatura deixa em aberto a possibilidade de que tal comportamento ocorra. Para que o nosso estudo não fosse mais um perdido no meio desta polêmica, pensamos que seria imprescindível realizar uma etapa de calibração dos métodos para que não fossem cometidos erros experimentais e, assim, os resultados obtidos no presente estudo fossem confiáveis. Como os métodos foram calibrados usando uma liga metálica e compósitos odontológicos, passamos a descrever, nas próximas epígrafes, aspectos estruturais e do E destes materiais.

2.5 METAIS

As ligas metálicas são combinações elementos metálicos unidos por ligações metálicas. Nestas ligações, os elétrons da última camada (a maioria dos elementos metálicos apresentam 1, 2 ou 3 elétrons na camada de valência), encontram-se não-localizados, ou seja, eles não estão ligados a um átomo específico⁶³ e pertencem ao objeto metálico como um todo, como se formassem um “mar de elétrons” dispersos entre os núcleos iônicos. Os elétrons livres, “protegem” os núcleos iônicos das cargas repulsivas que eles iriam exercer uns sobre os outros e agem como uma cola entre eles. Deste modo a ligação metálica tem um caráter não direcional⁶³.

De modo geral, os metais apresentam uma estrutura na qual os seus átomos se encontram espacialmente muito bem ordenados. Normalmente estes materiais apresentam estrutura cristalina cúbica de face centrada, cúbica de corpo centrado e hexagonal compacta. Os materiais metálicos normalmente apresentam valores de E bem conhecidos(Tabela 2.4).

Tabela 2.4 - E de algumas ligas metálicas⁶³

Liga metálica	E (GPa)
Alumínio	69
Latão	97
Cobre	110
Aço	207
Titânio	107

2.6 RESINAS COMPOSTAS ODONTOLÓGICAS

As resinas compostas normalmente são formadas por uma fase orgânica e uma fase inorgânica. A fase orgânica é uma matriz polimérica com alta densidade de ligações cruzadas; e a fase inorgânica é constituída por partículas de carga dispersas na matriz, que se ligam à ela através de um agente de união silânico⁶². Como a matriz polimérica forma uma fase contínua e as partículas de carga

encontram-se distribuídas aleatoriamente, normalmente as resinas compostas são materiais homogêneos e isotrópicos.

A matriz da maioria das resinas compostas, é formada por uma mistura de monômeros de dimetacrilatos, como por exemplo, o metacrilato de glicidila bisfenol A (bis-GMA), o dimetacrilato de uretano (UDMA) e o dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA), que se ligam principalmente através de ligações covalentes.

A fase inorgânica representa 30-70% do volume de um compósito e é adicionada à matriz com os objetivos de diminuir a contração de polimerização, diminuir a expansão térmica e melhorar algumas características mecânicas do material como, por exemplo: as resistências à tração e compressão, o E e a tenacidade. O vidro de bário, o quartzo e a sílica são os materiais inorgânicos mais utilizados.

Nas resinas compostas, a carga normalmente se adere à matriz através de uma união química mediada por um agente de união silânico, dentre os quais os organo-silanos são os mais usados. Uma de suas terminações reage com a superfície das cargas (comumente através de ligações siloxano), e a outra terminação se copolimeriza com os polímeros da matriz.

O E de uma resina composta pode variar devido a alguns fatores, como por exemplo, a composição da matriz orgânica, o seu grau de conversão, a fração inorgânica e o tamanho das partículas de carga⁹⁴⁻⁹⁶. Assim, compósitos diferentes podem apresentar valores de E com uma variação bastante significativa (de 3 GPa⁹⁷ a 30 GPa⁹⁸). No entanto, quando se analisa os valores de E para uma mesma marca de compósito em pesquisas razoavelmente semelhantes, também costumam variar bastante quando conduzidos por diferentes laboratórios (Tabela 2.5). Esta discrepância costuma ser atribuída a diversos fatores como por exemplo, fatores associados à polimerização, a velocidade de deformação e ao método de medida pelo qual o E foi obtido^{60, 61}.

Sabendo que o E é uma propriedade intrínseca do material, estas variações não deveriam ser atribuídas ao método de medida. Uma possível hipótese para explicar discrepâncias de tal ordem, seria a ocorrência de erros experimentais, normalmente ligados à medida da deformação elástica. Assim, seria conveniente ter algum método alternativo para calcular o E sem que fosse necessário mensurá-la.

Tabela 2.5 - Valores de E relatados em diferentes estudos. A coluna “Variação” mostra a diferença entre o maior e menor valor de cada linha, dividida pelo menor valor

Resina Composta	Valores de E (GPa) relatados	Variação (%)
Z-250	6,4 ⁹⁹ ; 9,8 ⁷⁰ ; 11,5 ¹⁰⁰ ; 12,3 ⁶⁹	92
Z-100	6,9 ¹⁰¹ ; 9,5 ⁷⁰ ; 13,2 ¹⁰⁰	91
P60	9,4 ¹⁰⁰ ; 14 ¹⁰² ; 17,58 ¹⁰³	87
Clearfil Majesty Posterior	14,8 ¹⁰⁴ ; 18 ¹⁰⁰ ; 18,59 ¹⁰³ ; 30,4 ⁹⁸	105

Já foi relatado que existe correlação entre os valores de E e os valores de KH^{79, 83} em compósito. Portanto, seria possível obter valores de E indiretamente através de medidas de dureza, o que seria especialmente interessante diante da facilidade de execução e do baixo custo deste ensaio.

3 OBJETIVO GERAL

Investigar se o osso cortical apresenta comportamento bimodular.

3.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para alcançar o objetivo principal, o trabalho foi dividido em quatro objetivos específicos:

1. Calibrar^m diferentes métodos de medir o E em um material conhecidamente unimodular, para afastar a possibilidade de erros ligados à execução de um método;
2. Depurar os métodos já calibrados para torná-los exequíveis em osso cortical. O que foi feito em espécimes de resina composta, que é um material unimodular e com E parecido com o do osso cortical. Foi investigado se o método de medida interfere no valor do E obtido neste material (pois, pelas informações da literatura, existia uma dúvida consistente);
3. Avaliar se o método de medida, a região anatômica e o indivíduo interferem nos valores de E em espécimes de osso cortical;
4. Adicionalmente, verificou-se a possibilidade de encontrar e validar uma correlação entre E e dureza Knoop (KH), para medir o E de resinas compostas indiretamente (este item foi desenvolvido concomitantemente ao item 2).

^m No decorrer da tese o termo calibrar deve ser entendido como o ato de depurar diferentes métodos de medir o E, para que resultem em medidas o mais próximas possível quando aplicados a um mesmo espécime. Pois assim, parece lícito considerar que os quatro métodos estarão sendo corretamente executados.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente estudo foi desenvolvido em três partes:

- I. Para atingir o objetivo específico (1), o E foi calculado através de quatro métodos (flexão em três pontos; tração; compressão e método de Marshall) em espécimes de latão.
- II. Para atingir os objetivos específicos (2) e (4) foram confeccionados 2 grupos de espécimes de resinas compostas. No primeiro grupo os métodos de calcular o E foram depurados para sua futura aplicação nos espécimes de osso cortical; foi verificado se os métodos influenciam no valor de E calculado; e foi obtida a correlação entre E e KH. O segundo grupo foi utilizado para validar o método da regressãoⁿ.
- III. Para atingir o objetivo específico (3), foram obtidos espécimes de osso cortical de diferentes regiões anatômicas e de diferentes bois. O E de cada um dos espécimes foi calculado por três métodos^o (flexão em três pontos; tração e compressão). Nesta parte também foram confeccionados dois grupos de espécimes, sendo que no primeiro foi verificado apenas se as depurações realizadas nos métodos haviam funcionado. No segundo grupo os objetivos foram, de fato, avaliados.

As descrições da obtenção dos espécimes, dos testes realizados e das análises estatísticas utilizadas serão feitas separadamente para cada um dos materiais utilizados.

ⁿ O método da regressão é o novo método proposto para calcular o E de resinas. Ele consiste em inserir valores de KH na equação de regressão linear que correlaciona E e KH obtida no primeiro grupo para estimar valores de E indiretamente.

^o Nesta etapa do trabalho o E não foi calculado através do Método de Marshall, pois a utilização deste método em espécimes de osso cortical originou um trabalho diferente, que não será abordado nesta tese.

4.1 METAL

4.1.1 Obtenção dos espécimes

O material metálico escolhido para calibração dos métodos foi o latão, pela sua disponibilidade, facilidade de usinagem e por apresentar um valor de E relativamente baixo entre os metais (o que resultaria em maiores valores medidos de deslocamento; portanto, sujeitos a menores erros de medida). Os espécimes de metal foram obtidos a partir de um arame de latão de secção circular. Como arame estava enrolado foi necessário endireitá-lo. Para isso, um segmento de 50 cm foi fixado por uma das pontas numa morsa de bancada e puxado vigorosamente algumas vezes pela outra ponta, à qual tinha sido fixado um alicate de pressão. Do segmento já reto, foram cortados cinco cilindros ($n=5$) com aproximadamente 50 mm de comprimento e 2,4 mm de diâmetro.

4.1.2 Métodos utilizados

Cada um dos espécimes de latão teve o seu E medido por quatro métodos diferentes na seguinte ordem: flexão em três pontos, tração uniaxial, compressão e Método de Marshall. Os ensaios solicitaram o latão dentro do seu regime exclusivamente elástico, pelo que foram não destrutivos. Cada um dos métodos foi executado em cada espécime em triplicata e a média obtida foi considerada como o valor de E daquele espécime no respectivo método. Os métodos de flexão em três pontos, tração uniaxial e compressão foram realizados numa máquina de ensaios universais (Instron 5565, Canton, MA, EUA). O método de Marshall foi realizado em um micro-durômetro (HMV-2, Shimadzu, Kyoto, Japão).

4.1.2.1 Flexão em três pontos

O cálculo do E em flexão em três pontos (Figura 4.1) foi executado com 25 mm de distância entre os centros dos suportes (que eram cilindros com 2 mm de diâmetro). A velocidade de avanço do cilindro central superior (que também tinha 2 mm de diâmetro) foi ajustada para 0,1 mm/min e a carga máxima limitada em 75 N. A deflexão foi medida no centro da parte inferior do espécime com o auxílio de um deflectômetro (modelo I3540-004M-ST, Instron).

Figura 4.1 - Montagem experimental do ensaio de flexão em três pontos realizado nos espécimes de latão

No ensaio foram obtidos valores de carga (N) e valores de deslocamento (mm). A partir destes valores, o E foi calculado através das equações (2) e (3), conforme exposto nas páginas 31 e 32.

4.1.2.2 Tração uniaxial

Para calcular o E sob tração, o espécime foi preso na máquina de ensaios por garras que pressionavam suas extremidades. Em seguida, um extensômetro

com 10 mm de comprimento (modelo 2630-101, Instron) foi acoplado à região central do espécime com grampos (Figura 4.2).

Figura 4.2 - Montagem experimental do ensaio de tração uniaxial realizado nos espécimes de latão

O ensaio foi executado na velocidade de 0,1 mm/min e a carga máxima foi limitada em 500 N. Os valores de carga (N) foram medidos pela célula de carga da máquina e as deformações (mm/mm) foram medidas com auxílio de um extensômetro. Os valores de carga foram transformados em valores de tensão (através da sua divisão pela área de secção transversal do espécime) e então foi construído o gráfico tensão-deformação. Uma parte intermediária do gráfico (entre 50MPa e 90MPa) foi selecionada e a equação da reta desta parte foi calculada (Figura 4.3). O coeficiente angular da equação foi assumido como E (em MPa) do espécime.

Figura 4.3 - Gráfico típico utilizado para calcular o E no ensaio de tração uniaxial. O coeficiente angular da equação aparece destacado em negrito

4.1.2.3 Compressão

Para calcular o E sob compressão (Figura 4.4), o comprimento dos espécimes foi reduzido para evitar o efeito de flambagem. Para isso, as partes centrais dos espécimes, que já haviam sido solicitadas previamente nos ensaios de flexão em três pontos e depois no ensaio de tração uniaxial, foram separadas através de dois cortes realizados com um alicate de corte. As bases do espécime ficavam irregulares em virtude do corte ter sido realizado com um alicate. Para planificar e paralelizar as bases, os espécimes (agora com aproximadamente 10 mm) foram usinados num torno mecânico. O comprimento final foi de aproximadamente 7 mm.

Figura 4.4 - Montagem experimental do ensaio de compressão realizado nos espécimes de latão

Antes da realização do teste, a base superior (um cilindro de aço com aproximadamente 3 mm de diâmetro), que aplicava a carga, foi paralelizada em relação à base inferior. Isto foi feito abaixando a base superior sobre uma lixa que repousava sobre a base inferior. Quando se detectava carga, movimentava-se a lixa a fim de desgastar a base superior paralelamente em relação à base inferior. Este procedimento foi realizado até que o paralelismo entre as duas bases fosse detectável visualmente. Depois disso as bases foram lubrificadas com lubrificante líquido extrafino (WD-40) e em seguida o excesso de lubrificante foi limpo com um papel absorvente.

A velocidade do avanço da base superior foi de 0,1 mm/min e a carga máxima foi limitada em 700 N. Neste método o deslocamento foi medido através do extensômetro interno da máquina. Portanto, uma parte do deslocamento mostrado pela máquina correspondia a deformações que ela própria havia sofrido durante o teste, e que deveriam ser descontadas do deslocamento total registrado por ela para achar o deslocamento sofrido exclusivamente pelo espécime. Para isolar o deslocamento da máquina, foi realizado um ensaio com a mesma montagem experimental usada nos ensaios para calcular o E, mas sem o espécime^P.

^P Foi tomado o cuidado de que a base aplicadora de carga tivesse um diâmetro semelhante ao do espécime para que, durante o teste de complacência, aparecesse um efeito semelhante ao real efeito de afundamento do espécime no platô da base, agora provocado pela base aplicadora que

Neste ensaio a complacência da máquina foi calculada no intervalo entre 600N e 700N. A complacência da máquina neste intervalo era o coeficiente angular da equação da reta num gráfico carga-deslocamento, no caso, 0,0001338 mm/N (Figura 4.5). Portanto, sabia-se que no intervalo entre 600 N e 700 N a máquina por si só apresentava um deslocamento de 0,01338 mm. Este valor de deslocamento seria descontado do valor de deslocamento obtido com os espécimes do mesmo lote de medições, no mesmo intervalo de carga, para descobrir o deslocamento real do espécime.

Figura 4.5 - Gráfico típico usado para calcular o compliance da máquina no ensaio de compressão. O coeficiente angular mostra qual era o deslocamento (mm) por unidade de carga (N), referente à máquina

O valor de deslocamento real foi considerado para calcular a deformação do espécime através de sua divisão pelo comprimento inicial de cada espécime, aferido com paquímetro digital (Mitutoyo - Suzano, SP, Brasil). A tensão foi calculada pela diferença de carga (100 N) dividida pela área da secção transversal do espécime (4,5216 mm²). Depois disso para calcular o E (em MPa), bastou dividir a tensão pela deformação ocorrida no respectivo intervalo.

Para compreender a importância deste desconto da complacência da máquina, basta comparar as diferentes complacências (do espécime, da máquina,

encostava no platô. Foi também tomado o cuidado de repetir o cálculo da complacência da máquina a cada lote de medições.

do espécime + máquina - Figura 4.6), representadas pelas tangentes dos ângulos das diferentes retas. Considere que a complacência é o inverso da rigidez de um espécime.

Figura 4.6 - Gráfico com as diferentes complacências. Note que o ângulo da curva azul (complacência da "máquina + espécime") é composto pela soma dos ângulos das curvas vermelha e verde

4.1.2.4 Método de Marshall

Para calcular o E através do método de Marshall (Figura 4.7), os espécimes utilizados no ensaio de compressão foram embutidos em tubos de PVC com resina acrílica e então foram lixados sequencialmente até lixa 2000 sob refrigeração de água. Depois, os espécimes foram polidos com um feltro e suspensão de óxido de alumínio (1 μm). Para que a superfície do espécime ficasse paralela em relação à superfície do microdurômetro, eles eram pressionados contra uma porção de massa de modelar com um paralelômetro antes de realizar a indentação.

Figura 4.7 - (A) Montagem experimental para execução do Método de Marshall nos espécimes de latão. (B) Marca deixada pela indentação, visualizada no microscópio

As indentações foram realizadas com carga de 1000 g durante 30 s. A distância entre cada indentação foi de, no mínimo, 100 μm . A partir das marcas deixadas pelas indentações o E (GPa) era calculado através da equação (5), conforme exposto na página 33.

4.1.3 Análise estatística

As médias obtidas em cada ensaio foram comparadas através de análise de variância de medidas repetidas (método como fator vinculado e nível de significância de 5%).

4.2 RESINA COMPOSTA

No primeiro grupo, o E de espécimes de resina composta ($n=4$) de cinco marcas diferentes (Clearfil Majesty Posterior, Z100, Filtek Z250 XT, Esthet.X.HD e Durafill VS) foi medido por quatro métodos estáticos diferentes (flexão em três pontos, tração, compressão e método de Marshall). As médias de E obtidas pelos

diferentes métodos foram comparadas entre si em cada marca de compósito. Depois, os espécimes tiveram sua KH mensurada e correlacionada com seu respectivo E global (a média do E obtida por todos os métodos em cada espécime) para obter uma equação de regressão linear que correlacionasse E e KH.

No segundo grupo, foram confeccionados espécimes ($n=4$) de quatro marcas de resinas compostas diferentes das utilizadas previamente (Filtek P60, TPH Spectrum, Tetric N-Ceram, e FluorShield). O E de cada espécime deste grupo foi medido por flexão em três pontos (E_b). Em seguida, a KH destes espécimes foi medida e inserida na equação de regressão linear calculada no primeiro grupo para estimar valores de E pelo método da regressão (E_r). Os valores de E_b foram comparados com os respectivos valores de E_r para validar o novo método (não havia motivo para realizar todos os métodos da primeira fase novamente, porque não foi encontrada diferença significativa entre eles).

4.2.1 Obtenção dos espécimes

Os espécimes de todas as resinas compostas (Tabela 4.1) foram confeccionados através de uma matriz bi-partida de aço inoxidável. A matriz era posicionada sobre uma tira de poliéster que estava sobre uma placa de vidro e em seguida era preenchida com resina composta em excesso. A superfície do material era coberta com outra tira de poliéster, e então uma lamínula de vidro era comprimida manualmente contra a matriz para expulsar o excesso de compósito. Os espécimes foram fotopolimerizados (FLASH-lite 1401, Discus Dental Inc., Culver City, CA, USA, 1100 mW/cm²) com áreas de sobreposições de irradiações, que totalizavam 180 s em cada lado do espécime. Depois, a matriz de aço era aberta e os espécimes eram removidos cuidadosamente. As rebarbas dos espécimes eram removidas com uma lixa de unha. Todos os espécimes eram armazenados em um recipiente seco até a realização dos testes por no mínimo 48h para evitar possíveis diferenças no E em função de diferenças no grau de conversão.

Com este procedimento, foram confeccionados espécimes com secção transversal quadrada (de aproximadamente 1 mm x 1 mm) e com 27 mm de comprimento. Isto foi interessante para poder prever possíveis dificuldades que

teríamos ao prender os espécimes de osso cortical na máquina de ensaios, já que os espécimes de osso cortical também teriam secção transversal quadrada.

Tabela 4.1 - Resinas utilizadas no trabalho

Material	Fabricante	Cor	N° do lote
Z100	3M-ESPE(St. Paul,MN,EUA)	A2	855290
Filtek Z250 XT	3M-ESPE(St. Paul,MN, EUA)	A3	N377933BR
Filtek P60	3M-ESPE(St. Paul,MN, EUA)	A3	N468031
Esthet.X.HD	Dentsply/Caulk(Milford, DE, EUA)	A2	1109263
Durafill VS	Heraeus-Kulzer(Wehrheim, Alemanha)	A2	10220
TPH Spectrum	Dentsply/Caulk(Milford, DE, EUA)	A2	666602E
Tetric N-Ceram	Ivoclar-Vivadent(Schaan,Liechtenstein)	A2	R60303
FluorShield	Dentsply/Caulk(Milford, DE, EUA)	-	864902F
Clearfil Majesty Posterior	Kuraray Medical(Tokyo, Japão)	A2	00105A

4.2.2 Ensaios mecânicos utilizados

Os métodos utilizados para medir o E dos espécimes de resina composta foram os mesmos que foram utilizados para calcular o E dos espécimes de latão. Algumas adaptações foram introduzidas para viabilizar sua futura aplicação em osso cortical. Uma delas foi a redução das cargas máximas de todos os ensaios, pois se as resinas fossem solicitadas com a mesma carga que o latão, provavelmente entrariam no regime elastoplástico (no qual começam a ocorrer danos permanentes na estrutura do material, o que influenciaria nos resultados) ou fraturariam. As modificações específicas de cada teste serão descritas e explicadas a seguir.

4.2.2.1 Flexão em três pontos

O teste de flexão em três pontos foi executado com a distância de 10 mm entre os suportes (Figura 4.8). Este ajuste foi necessário, porque os espécimes de resina composta eram mais curtos que os espécimes de metal e, porque os

espécimes de osso cortical seriam mais curtos ainda. Neste ensaio a velocidade também foi alterada^q para 0,75 mm/min, pois muitos estudos que calculam o E em resinas compostas através do ensaio de flexão em três pontos^{68-70, 97, 99, 100, 105}, utilizam velocidades mais altas do que a velocidade com que testamos os espécimes de latão. O limite de carga pré-estabelecido foi de 3 N para todos os espécimes.

No ensaio foram obtidos valores de carga (N) e valores de deslocamento (mm). A partir destes valores, o E (GPa) foi calculado através das equações (2) e (4) (conforme exposto na página 31 e 32).

Figura 4.8 - Montagem experimental do ensaio de flexão em três pontos realizado nos espécimes de resina composta

4.2.2.2 Tração

Para executar o ensaio de tração, foi necessário mudar a maneira de prender o espécime na máquina de ensaios. Como as garras utilizadas para prender os cilindros de latão apertavam o espécime, se a mesma garra fosse utilizada, os espécimes de resina composta e de osso cortical provavelmente fraturariam. Além disso, os espécimes de resina compostas e de osso cortical eram mais curtos que os espécimes de latão, portanto não havia espaço entre as garras para que o

^q Havia uma expectativa de que, com o aumento da velocidade no ensaio de flexão em três pontos, sua a velocidade de deformação ficasse mais parecida com a velocidade de deformação dos outros ensaios. No entanto, esta expectativa foi devida a um erro de cálculo. Após a execução dos ensaios foram refeitos os cálculos e verificou-se que a alteração havia tornando as velocidades de deformação mais discrepantes, por engano.

extensômetro fosse utilizado. Para resolver estes problemas, uma garra normalmente utilizada em ensaios de cisalhamento foi adaptada para realização dos ensaios de tração. Como os espécimes eram colados nesta garra não havia risco que eles fraturassem, já que não eram apertados pela garra. Além disso, na nova garra os espécimes eram colados somente pelo lado de trás. Assim havia espaço para utilização do extensômetro na parte da frente espécime (Figura 4.9).

Uma limitação introduzida é que a nova garra utilizada não prendia o espécime dos dois lados, o que fazia com que o ensaio não apresentasse tensões puras de tração, devido a um momento fletor^r que tende dobrar o espécime. Embora a utilização desta garra tenha causado esta limitação, foi a melhor solução encontrada para a realização do ensaio.

Para executar o ensaio, primeiramente o extensômetro era colado no meio do espécime usado previamente no ensaio de flexão em três pontos com uma cola de cianoacrilato (Super Bonder®, Henkel Loctite Adesivos Ltda., Itapevi, SP, Brasil). Depois, as extremidades que estavam fora da área avaliada pelo extensômetro eram coladas na nova garra com a mesma cola (Figura 4.9). A velocidade do teste foi de 0,1 mm/min e a carga máxima alcançada foi de 15N. Os valores de E neste ensaio foram calculados da mesma forma com que foram calculados no ensaio de tração nos espécimes de latão.

Figura 4.9 - Montagem experimental do ensaio de tração realizado nos espécimes de resina composta

^r O momento fletor surge da aplicação da carga fora da linha neutra.

4.2.2.3 Compressão

Para evitar a flambagem, os espécimes de resina composta tinham seu comprimento reduzido, assim como era feito nos espécimes de latão. No entanto, neste caso o procedimento de cortar o espécime com um alicate e depois paralelizar/planificar as bases em um torno mecânico seria inviável, pois certamente os espécimes lascariam em alguma destas etapas. Portanto, os espécimes de resina composta tiveram seu comprimento reduzido e suas bases paralelizadas/planificadas através de cortes de precisão.

Uma parte de 3 mm de comprimento do meio do espécime, que fora previamente testada em flexão em três pontos e tração era separada através de dois cortes transversais em relação ao longo eixo do espécime, realizados em uma máquina de cortes de precisão (Isomet; Buehler GmbH, Düsseldorf, Germany) com disco diamantado refrigerado por água. Quando o espécime era empurrado contra o disco de corte, o espécime fletia, o que levava à obtenção de bases não paralelas. Por isso, foi necessário confeccionar um dispositivo para apoiar o espécime durante a realização do corte. Então, foi confeccionado um molde de resina acrílica, no qual o espécime era fixado com cera, evitando a realização de cortes que não fossem perpendiculares em relação ao longo eixo do espécime, devido a deflexão do espécime durante o corte (Figura 4.10).

Figura 4.10 - Corte de um espécime de resina composta para execução do ensaio de compressão com a utilização do dispositivo de resina acrílica, criado para evitar a deflexão do espécime durante os cortes

A velocidade do teste foi de 0,1 mm/min e a carga máxima foi de 75N (Figura 4.11). Nos ensaios de compressão com os espécimes de resina e osso cortical, embora o compliance da máquina não fosse tão crítico como era no caso dos espécimes de latão, ele era descontado da mesma forma como foi explicado anteriormente. Os procedimentos para que as bases aplicadoras de força fossem paralelas também eram realizados da mesma forma como já foi relatado.

Figura 4.11 - Montagem experimental do ensaio de compressão realizado nos espécimes de resina composta

4.2.2.4 Método de Marshall

Para calcular o E através do Método de Marshall a principal modificação foi a variação das cargas. Como foram utilizadas resinas compostas diferentes, as resinas mais rígidas eram indentadas com uma carga maior, para que o tamanho da marca não diminuísse (se a mesma carga usada numa resina de baixo E fosse utilizada numa resina de E alto, a marca deixada pela indentação na resina mais rígida seria muito pequena, o que acarretaria erros experimentais maiores ao medir a marca). Seguindo este raciocínio, as cargas foram adaptadas para que cada resina apresentasse a diagonal maior com aproximadamente 450 μm (que era um tamanho de marca que favorecia a execução de medições precisas). Assim, para Durafill VS foi usado 500 g; para Esthet.X.HD, Filtek Z250 XT e Z100 foi usado 1000 g; e para Clearfil Majesty Posterior foi usado 2000 g. Em todas as resinas o tempo do teste foi de 30 s.

Para executar o método de Marshall, os espécimes ensaiados previamente em compressão foram embutidos em resina epóxi (Araldite, Brascola, Joinville, SC, Brasil), e então foram lixados por uma sequência de lixas (até lixa 2000) sob refrigeração de água. Em seguida, os espécimes foram polidos com um feltro e suspensão de óxido de alumínio (1 μm). Quatro indentações foram feitas em cada espécime (Figura 4.12) e a partir delas o E foi medido através do procedimento previamente descrito nos materiais metálicos.

Figura 4.12 - (A) Montagem experimental para execução do Método de Marshall nos espécimes de resina composta. (B) Marca deixada pela indentação, visualizada no microscópio

4.2.2.5 Ensaio de Dureza Knoop

Para realização do ensaio de KH, os espécimes do primeiro grupo tiveram de ser “limpos”, pois apresentavam as marcas remanescentes da execução do Método de Marshall. Por isso, estes espécimes (que já estavam incluídos em resina epóxi) foram lixados e polidos novamente através do procedimento descrito anteriormente. Os espécimes da segunda etapa (que ainda não haviam sido embutidos) tiveram sua região central, que havia sido testada previamente em flexão em três pontos, selecionada através de dois cortes transversais e incluída em resina epóxi. Depois disto, estes espécimes passaram também pelo mesmo procedimento de lixamento e polimento. Em todos os espécimes, tanto nos espécimes da primeira etapa como nos espécimes da segunda etapa, o ensaio de dureza Knoop foi executado com 100 g de carga e tempo de 30 s. A KH foi calculada pela equação (6) da página 34.

4.2.3 Análise Estatística

No primeiro grupo de espécimes, para avaliar as diferenças entre os métodos e/ou entre as diferentes resinas compostas foi utilizada uma Análise de Variância de medidas repetidas (método como fator vinculado) e o teste de Tukey (ambos os testes com nível de significância de 5%). Para avaliar a correlação entre E e KH, foi utilizado o teste de correlação de Pearson (nível de significância de 5%).

No segundo grupo de espécimes, para validar o método da regressão, os valores de E_b obtidos em cada um dos espécimes foram plotados em um gráfico contra os seus respectivos valores de E_r , e a regressão linear foi calculada. Para que os métodos fossem considerados semelhantes foram estabelecidos os seguintes critérios: (a) na equação da reta da regressão linear (com a fórmula genérica $y = a + bx$), o termo “a” não poderia ser significantemente diferente de zero, e o termo “b” não deveria ser significantemente diferente de 1, o que significaria que $y = x$ (ou em outras palavras, que os valores obtidos pelo método da regressão são semelhantes aos valores obtidos pelo método de flexão em três pontos). Para satisfazer este critério, os intervalos de confiança com 5% de significância dos

termos “a” e “b” deveriam incluir respectivamente os valores zero e 1. (b) Além disso, os valores deveriam apresentar uma correlação significativa no teste de correlação de Pearson^s.

4.3 OSSO CORTICAL

Inicialmente, um grupo de 7 espécimes de um único animal e região foram ensaiados sob os três métodos (tração, compressão e flexão em três pontos), apenas para verificar se as adaptações realizadas em resina composta funcionariam para testar osso cortical. Os valores obtidos pelos diferentes métodos foram comparados para verificar se apresentavam coerência entre si. Este “estudo-piloto” foi importante, pois nele foi constatado que o ensaio de tração não apresentava resultados consistentes.

Para resolver o problema, decidiu-se calcular indiretamente os valores de tração (E_{ti}) através dos valores experimentais de E_b e E_c e da equação (7), que se encontra na página 38. Num novo grupo de espécimes ($n=48$) verificou-se a influência dos seguintes fatores sobre os valores de E: (1) método (tração indireta x compressão x flexão em três pontos); (2) região anatômica (periósteo x endósteo x “transversal”^t); (3) indivíduo (Boi - 1 x Boi - 2 x Boi - 3 x Boi - 4).

Todo o cuidado de realizar estudos prévios em resina composta e realizar o estudo em osso cortical em duas partes (sendo a primeira delas um estudo piloto com um número reduzido de espécimes) foi tomado, devido as dificuldades de obter e executar os ensaios com material biológico.

A parte do trabalho realizada com espécimes de osso cortical foi submetida à comissão de ética no uso de animais/CEUA e foi considerada isenta de análise (Anexo - A, página 118).

^s Para validar a semelhança entre valores foi escolhido este sistema, ao invés da análise de variância, porque ele permite estender a conclusão a todos os compósitos cujo E se encontre dentro do intervalo de E avaliado pela regressão. A análise de variância restringiria a aplicação às marcas estudadas.

^t Quando a palavra “transversal” faz referência aos espécimes de osso cortical ela é sempre citada entre aspas, porque neste caso ela indica uma região e não um sentido (que seria o seu significado correto).

4.3.1 Obtenção dos espécimes

Os espécimes de osso cortical foram obtidos a partir das diáfises de cinco fêmures de bois diferentes (todos com uma média de 30 meses de idade). Os fêmures, doados por um frigorífico, primeiramente foram limpos dos restos orgânicos com o auxílio de um estilete. Depois, foram realizados dois cortes transversais em relação ao longo eixo do osso (com aproximadamente 20 mm de distância entre si) para selecionar a parte central da diáfise. Em seguida, foi feito um corte longitudinal em relação ao longo eixo do osso para abri-lo na forma de “meia cana” (estes cortes foram realizados com uma serra manual e refrigeração de água) (Figura 4.13).

Figura 4.13 - Esquema dos cortes realizados no fêmur para obtenção da “meia-cana”. Na figura, os cortes são representados pelas linhas pontilhadas

As “meias-canas” foram levadas até uma máquina de cortes de precisão, onde, primeiramente, cortavam-se fatias de 1 mm de espessura (Figura 4.14).

Figura 4.14 - Esquema da obtenção das fatias de 1 mm de espessura. A linha pontilhada representa o corte. A seta indica a direção e o sentido em que ele foi executado. Considere que o longo eixo do osso estava orientado na direção x

Nestas fatias foram realizados dois cortes paralelos entre si (com 1 mm de distância entre eles) ora longitudinais em relação ao longo eixo do osso, ora transversais em relação ao longo eixo do osso (todos os cortes realizados na máquina de cortes de precisão foram executados com refrigeração de água). Em decorrência da localização e da orientação destes cortes, foram obtidos três tipos diferentes de espécimes: (a) espécimes longitudinais obtidos na região próxima ao perióstio; (b) espécimes longitudinais obtidos na região próxima ao endóstio; e (c) espécimes transversais (Figura 4.15). Todos os espécimes apresentavam aproximadamente 1 mm de altura, 1 mm de largura e 17 mm de comprimento. Os espécimes foram armazenados em solução salina (0,9%) em geladeira (4°C) até a realização dos ensaios.

Figura 4.15 - Esquema da obtenção dos diferentes tipos de espécime. Considere que o longo eixo do osso estava orientado na direção x

No grupo inicial foram obtidos 7 espécimes do tipo (b), provenientes do “boi zero”. Para a confecção do segundo grupo (n=48), a partir de cada um dos 4 fêmures restantes foram obtidos 4 espécimes do tipo (a), 4 espécimes do tipo (b) e 4 espécimes do tipo (c), totalizando 12 espécimes por fêmur.

4.3.2 Ensaios mecânicos utilizados

Para calcular o E dos espécimes de osso cortical foram utilizados três dos quatro ensaios previamente utilizados em resinas compostas: flexão em três pontos (Figura 4.16); tração (Figura 4.17); e compressão (Figura 4.18). Como a montagem experimental e os parâmetros dos ensaios foram semelhantes aos utilizados em resina, não será feita uma descrição de cada método novamente.

Figura 4.16 - Montagem experimental do ensaio de flexão em três pontos realizado nos espécimes de osso cortical

Figura 4.17 - Montagem experimental do ensaio de tração realizado nos espécimes de osso cortical

Figura 4.18 - Montagem experimental do ensaio de compressão realizado nos espécimes de osso cortical

4.3.3 Análise Estatística

No grupo inicial, para avaliar a coerência dos valores de E obtidos pelos diferentes métodos, foi utilizada uma análise de variância de medidas repetidas (método como fator vinculado) e teste de Tukey (ambos com nível de significância de 5%).

No segundo grupo de espécimes foi inviável avaliar todos os fatores (método, região e indivíduo) em uma única análise, pois os grupos apresentavam variâncias diferentes. Portanto foi necessário analisar os fatores separadamente. Primeiramente, foi feita uma análise de variância e teste de Tukey (ambos com nível de significância de 5%) considerando apenas os fatores método e região anatômica. Depois, foi feita uma nova uma análise de variância (nível de significância de 5%) considerando apenas o fator indivíduo. Por último, foi feita uma análise de variância e teste de contraste de Tukey (ambos com nível de significância de 5%), utilizando apenas os valores de E_c . Nesta análise foram considerados os fatores “indivíduo” e “região”. Esta última análise foi feita, porque suspeitávamos que ao considerar um método só, o indivíduo seria apontado como fator significativo.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 METAL

Os valores de E obtidos pelos diferentes métodos em cada um dos espécimes de metal (Tabela 5.1), e as médias e os desvios padrão de cada método (Figura 5.1) encontram-se a seguir.

Tabela 5.1 - Valores de E (GPa) obtido pelos diferentes métodos em cada um dos espécimes de latão

Espécime	Flexão em três pontos	Tração Uniaxial	Compressão	Método de Marshall
1	98,0	97,8	101,8	109,5
2	99,9	107,2	102,1	92,4
3	101,2	102,8	99,5	103,0
4	104,3	96,0	95,0	102,8
5	102,9	102,8	98,3	101,3

Figura 5.1 - Médias $\pm$ desvio padrão do E (GPa) obtido pelos diferentes métodos nos espécimes de latão

A análise de variância não detectou diferenças significantes ($p=0,86$) nas médias de E em função do método utilizado para calculá-lo (Tabela 5.2).

Tabela 5.2 - Análise de variância (medidas repetidas) do E para o latão

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrados médios	F	p
Método	17,6	3	5,9	0,26	0,86
Resíduo	274,5	12	22,9		

Segundo a literatura, o latão apresenta E entre 97 GPa⁶³ e 101 GPa^u. Como todos os métodos apresentaram valores muito próximos aos valores relatados na literatura e os valores de E calculados não apresentaram diferença significativa em função do método, considerou-se que os métodos estavam devidamente calibrados.

Apenas um estudo¹⁰⁶ da literatura consultada relata a realização de uma calibração com um material conhecido ao medir o E. No entanto, parece altamente recomendável que todos os trabalhos calibrem os métodos para reduzir as possibilidade de ocorrências de eventuais erros metodológicos. Na calibração executada pelo presente estudo foram identificados vários detalhes que podem interferir nos valores obtidos.

O ensaio de flexão em três pontos, de fato, é o mais fácil de executar. O posicionamento do espécime é muito simples. Além disso, como este é um ensaio no qual ocorrem grandes deslocamentos, pequenos erros nesta medida interferem pouco no cálculo do valor de E. Este ensaio pode ser executado sem a utilização de um deflectômetro: verificou-se que as medidas realizadas com o deflectômetro eram praticamente iguais às realizadas com o extensômetro interno da máquina. No entanto, no presente estudo, o valor fornecido pelo deflectômetro foi usado para o cálculo.

O ensaio de tração uniaxial é um teste de difícil execução, principalmente devido ao posicionamento e fixação do espécime na máquina. É preciso tomar cuidado para que o longo eixo do espécime fique alinhado com o eixo no qual se realiza o esforço de tração. É imprescindível a utilização de um extensômetro para seja possível medir as deformações do espécime exclusivamente numa região de

^uValor consultado no site: <http://www.profwillian.com/materiais/propriedades.asp> (acessado dia 20/10/2014).

tensões uniformes e desconsiderar as outras deformações (tanto as ocorridas em outras regiões do espécime como as sofridas pela máquina durante o ensaio). Embora existam dificuldades de execução, elas foram menores para os espécimes de latão.

O ensaio de compressão precisou ser repetido diversas vezes até alcançar os valores esperados de E. Os aspectos críticos foram:

- Medida da deformação do espécime: quando se comprime um material com um E alto, as deformações sofridas pela máquina e pelo espécime durante o ensaio são da mesma ordem de grandeza, portanto a indicação de deslocamento fornecida pelo extensômetro interno da máquina não pode ser utilizada diretamente para o cálculo da deformação do espécime. Uma alternativa é a utilização de um extensômetro externo^{28, 45, 46}. Com ele seria possível medir somente as deformações que ocorrem no espécime. Porém, o espécime utilizado para compressão era muito curto e o extensômetro usado na tração precisaria ser adaptado. Foram feitas inúmeras tentativas de adaptações, todas mal sucedidas, pois conduziram a valores de E subestimados. Optou-se então por medir a complacência da máquina e descontar os deslocamentos sofridos pela máquina do total de deslocamento informado pelo extensômetro interno durante o teste com o espécime.
- Comprimento do espécime: os espécimes preparados para tração eram muito compridos (50 mm de comprimento para 2,4 mm de diâmetro). Quando estes espécimes eram testados em compressão, eles flambavam e apresentavam valores de E abaixo do esperado. Então, foram confeccionados espécimes curtos (5 mm de comprimento para 2,4 mm de diâmetro), cujas medidas, ficaram muito influenciadas pelas imperfeições e irregularidades das bases, que se deformam e amassam ao iniciar a compressão, resultando também em valores menores de E. Somente ao realizar testes com espécimes com razão geométrica comprimento:diâmetro de aproximadamente 3:1 foram obtidos os valores de E esperados. Neste caso, os espécimes não flambavam, e já eram razoavelmente compridos de modo que as

imperfeições e irregularidades das bases não interferiam tanto no cálculo do E.

- Irregularidades superficiais das bases de apoio: é impossível eliminar por completo a influência das irregularidades na prática. Como elas influenciam mais no início do carregamento, pois é neste momento que em que elas se deformam mais, como também acontece com regiões mais salientes (decorrentes da falta de paralelismo), o registro dos valores para cálculo do E no ensaio de compressão foi realizado com cargas maiores (entre 600 e 700 N), quando a deformação das irregularidades já teria ocorrido e assim influenciaria menos o resultado.
- Paralelismo: as bases aplicadoras de carga precisavam estar paralelas entre si. Para isto seguiu-se o procedimento de lixar a superfície da base superior com ela comprimindo levemente uma sequência de lixas (600 a 2000) sobre a base inferior. O paralelismo entre as bases do espécime foi obtido através da usinagem das suas extremidades em um torno mecânico. Antes da realização destes procedimentos também eram obtidos valores mais baixos do que o esperado.

O método de Marshall apresenta como limitação a necessidade de ser executado por um operador experiente e capacitado para determinar com exatidão o comprimento da diagonal menor nas marcas deixadas pelas indentações. A mensuração desta diagonal é crítica porque ela interfere muito nos cálculos já que, como ela é muito pequena (sete vezes menor que a diagonal maior), um erro, mesmo pequeno, é muito relevante (sete vezes mais influente que um erro de medida na diagonal maior). Um problema encontrado especificamente nos espécimes de latão foi que como os metais são materiais dúcteis, as margens das marcações ficavam distorcidas por ondulações resultantes da deformação do material durante o ensaio, o que levava a erros na medida da diagonal menor. Para eliminar este problema, antes de medir o comprimento das diagonais foi necessário esfregar a superfície do espécime com uma flanela seca, o que permitia enxergar marcações com boa definição de tamanho.

Todos estes detalhes identificados como necessários para obter medidas de E coerentes nos ensaios realizados nos espécimes de latão foram levados em

consideração ao depurar os métodos para medir o E da resina composta e do osso cortical.

5.2 RESINA COMPOSTA

Houve vários motivos para depurar os métodos através dos compósitos:

- O primeiro é que existe uma variedade de resinas compostas que apresentam valores de E com a variedade de E relatada para o osso cortical. Assim, foram selecionadas resinas que apresentariam E entre 3 e 30 GPa, para que houvesse uma chance maior de conseguir abranger os valores de E do osso cortical. Se fosse possível calcular o E de todas as resinas selecionadas de forma correta, provavelmente não haveria problemas para calcular o E dos espécimes de osso cortical.
- Outro motivo é que as resinas compostas oferecem a opção de confeccionar espécimes de geometrias variadas, o que favoreceu a obtenção de espécimes com geometria parecida com os espécimes de osso cortical (que apresentam secção transversal quadrada).
- A resina composta também foi escolhida devido a nossa familiaridade com o material e pelo fácil acesso a diversas marcas.

Ao analisar diferentes trabalhos na literatura, observa-se uma grande discrepância de valores de E para uma mesma resina composta (Tabela 2.5). Alguns estudos^{60, 61} atribuem uma parte desta variação ao método utilizado para medir o E, citando explicitamente os ensaios de tração, compressão, cisalhamento e dobramento. No entanto, nestes estudos o “método” não é o assunto principal e sua real parcela de influência como fator de variação não é explicada. Atribuir variações do E ao método é inconsistente com o fato de que todos os métodos compartilham a mesma teoria da elasticidade e calculam a mesma propriedade intrínseca do material. Ou seja, se todos fossem igualmente capazes de avaliar a rigidez do

material dentro do regime elástico, os valores de E deveriam ser convergentes mesmo que fossem obtidos por diferentes métodos estáticos.

Diante desta inconsistência, o presente estudo calculou o E no mesmo espécime através de diferentes metodologias anteriormente calibradas em metal, para verificar a influência específica do método no valor de E. As médias e os desvios padrão de E obtido pelos diferentes métodos nas resinas do primeiro grupo encontram-se a seguir (Figura 5.2).

Figura 5.2 - Médias e desvios padrão de E (GPa) das diferentes marcas de resina composta, calculados pelos diferentes métodos estáticos

De fato, a análise de variância detectou diferenças estatisticamente significantes entre marcas de resina composta ($p < 0,000$), mas não detectou diferença estatística em função do método de medida ($p = 0,11$) (Tabela 5.3), o que confirma que as variações relatadas não devem ser atribuídas ao método. Além disso, este resultado confirmou que os métodos, anteriormente calibrados para metal, encontravam-se também corretamente depurados para sua execução em

osso cortical, já que os espécimes de compósito e osso apresentariam propriedades e geometria semelhantes.

Tabela 5.3 - Análise de variância (medidas repetidas) para o E de diferentes resinas, calculados por diferentes métodos

Fonte de Variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrados médios	F	p
Resina	3080,42	4	770,11	932,77	0,0000
Resíduo	12,38	15	0,83		
MÉTODO	3,35	3	1,12	2,123	0,11056
MÉTODO*Resina	6,07	12	0,51	0,963	0,49674
Resíduo	23,65	45	0,53		

Os mesmos estudos que atribuem diferenças no E em função do método^{60, 61} também citam outros fatores como fontes de variação, como por exemplo: a velocidade de deformação, a temperatura de realização dos ensaios e fatores associados à polimerização do compósito. É claro que os valores de E dependem dos parâmetros de cada pesquisa, e que as comparações entre diferentes estudos devem ser realizadas considerando estes parâmetros. No entanto, como as diferenças analisadas pelo presente estudo (Tabela 2.5), foram identificadas em trabalhos com parâmetros semelhantes, parece improvável que variações tão grandes se justifiquem apenas com estes fatores. Assim, qual seria a origem de tamanha variação em valores que deveriam ser semelhantes?

Parece que o mais razoável seria atribuir esta discordância a erros experimentais sistemáticos, mais do que a qualquer outro fator, especialmente depois de experimentar como pesam no resultado os pequenos detalhes identificados durante a etapa de calibração dos métodos em material metálico. A isto soma-se o fato de que as pesquisas não descrevem normalmente detalhes de execução nem o cuidado de uma calibração prévia dos métodos utilizados para calcular o E. Por último, não existe um argumento sólido que explique estas variações inesperadas, tão grandes, diante da consideração de que todos os métodos estão embasados na mesma teoria da elasticidade, que não contempla uma previsão de discrepância devida ao método. Em conclusão, é muito provável que ao medir o E, alguns laboratórios tenham calculado valores subestimados e outros tenham calculado valores superestimados, o que poderia resultar numa

variação de maior ordem. Isto não desmerece a qualidade destas pesquisas, que não precisam investir esforço para conhecer a propriedade em si porque tem como objetivo apenas verificar fatores que a afetam: erros sistemáticos constantes não impedem que cheguem a conclusões válidas.

As médias e desvios padrão de E de cada resina do primeiro grupo, obtidas por cada método são apresentadas a seguir (Tabela 5.4).

Tabela 5.4 - Médias e desvios padrão de E (GPa) das diferentes marcas de resinas do primeiro grupo, calculados pelos quatro métodos. A coluna “média”, que representa a média dos valores de E de cada linha (média global de cada resina, considerando o E de todos os métodos); e a coluna “Var” mostra a diferença entre o maior e menor valor de cada linha, dividida pelo menor valor

Resina Composta	Flexão em três pontos	Tração	Compressão	Método de Marshall	Média	Var (%)
Durafill VS	3,1 (0,22)	2,8 (0,16)	2,7 (0,3)	2,6 (0,2)	2,8	19
Esthet.X.HD	9,6 (0,45)	9,1 (0,61)	8,9 (0,42)	9,3 (0,4)	9,2	8
Filtek Z250 XT	15,8 (0,82)	15,2 (0,92)	14,8 (0,53)	14,8 (0,7)	15,2	7
Z100	17,8 (0,64)	17,8 (0,33)	17,3 (0,48)	17,1 (0,9)	17,5	4
Clearfil Majesty Posterior	19,6 (1,1)	20,7 (0,76)	20,2 (0,74)	19,8 (1,1)	20,1	6

Embora a análise estatística tenha evidenciado que o método não interfere no valor do E, parece claro que a variação do E na resina Durafill VS foi superior à variação apresentada pelas outras marcas (Tabela 5.4). Algumas hipóteses podem explicar este fato:

- Maior influência do atrito nos apoios (no teste de flexão): dentre as resinas utilizadas, a Durafill VS era a que apresentava menor E. Como o método fixou a carga aplicada, materiais com E baixo apresentam maior flecha. Assim a reação nos apoios passa a ser não ortogonal à superfície do espécime e por isso há tendência ao escorregamento nos apoios, o que leva à manifestação do coeficiente de atrito. O atrito nos apoios pode ter influenciado proporcionalmente mais do que nas outras marcas, já que tende a provocar um aumento do E_b . Se este valor for eliminado do cálculo, a variação seria mais parecida à das outras marcas;
- E muito baixo: a diferença entre o maior e menor valor de E na Durafill VS foi de 0,5 GPa, que é um valor parecido com as diferenças

apresentadas pelas outras marcas. No entanto, como o E da Durafill VS é muito pequeno, tem-se como resultado uma variação maior.

- Diferenças na velocidade de deformação: as resinas compostas apresentam um componente polimérico visco-elástico, cuja proporção varia entre as marcas. Portanto, variações na velocidade de deformação poderiam interferir de modo diferente nos valores de E de cada resina. Embora, as velocidades de cada ensaio apresentassem velocidades de deformação da mesma ordem de grandeza, elas não foram exatamente iguais nos diferentes métodos. Pequenas variações em velocidades de deformação baixas (que é o caso do presente estudo) não devem influenciar nos valores obtidos, o que foi verdade na maioria dos casos; no entanto, na resina Durafill VS (que apresenta menor quantidade de carga e consequentemente maior influência da parte visco-elástica no valor de E), a velocidade de deformação pode ter influenciado de maneira mais significativa, aumentando os valores de E no ensaio de flexão em três pontos (ensaio que apresentava maior velocidade de deformação).

Embora as diferenças na velocidade de deformação possam ter influenciado especificamente o valor de E_b na resina Durafill VS, de modo geral, os resultados não levam a pensar que este fator tenha influenciado os resultados de modo significativo. Para que esta influência fosse comprovada, deveria haver uma tendência em todas as resinas de que os valores de E_b fossem maiores do que os valores de E_c , e que os valores de E_c fossem maiores do que os valores de E_t (o que de modo geral não acontece).

Como os métodos não apresentam valores numéricos iguais (Figura 5.2) e pequenas diferenças podem apresentar significância estatística quando se aumenta o tamanho da amostra e/ou diminui a variabilidade, poderia se questionar que a ausência de diferenças significativas atribuíveis ao método só ocorreu devido ao baixo número de repetições ($n=4$). Como as diferentes resinas apresentam uma variação média em função do método de 8,7% (média da coluna “Var” - Tabela 5.4), talvez aumentando o número de espécimes, fosse possível encontrar uma diferença significativa do ponto de vista estatístico. No entanto, neste caso, a estatística seria irrelevante em um contexto prático, uma vez que a variação média do E entre os

diferentes métodos foi irrelevante em comparação com as variações apresentadas anteriormente (Tabela 2.5). As pequenas variações observadas em função do método podem ter ocorrido, sim, devido a problemas de execução experimental que permaneceram mal resolvidos, mesmo após a calibração. Não foram feitos mais esforços para resolvê-los, porque os valores de E já estavam suficientemente convergentes.

É importante perceber que embora provavelmente existam erros experimentais sistemáticos nos estudos relatados (Tabela 2.5), nestes casos isto não é tão crítico, já que o suposto erro deve se repetir em todo o estudo e, portanto não deve ter interferir na análise da influência da variável em questão. O problema ocorre no caso de dar por certo qualquer um destes valores como o E real do material, sendo que o objetivo dos pesquisadores não teria sido este.

Diante de tudo o que foi exposto até aqui, parece evidente que calcular o E com exatidão não é uma tarefa simples. Os métodos estáticos usuais necessitam de medidas precisas das deformações do espécime, que são da ordem de décimos de micrômetros. Estas mensurações estão muito sujeitas a erros que afetam o resultado da propriedade. Além disso, normalmente é necessário que o espécime apresente alguma geometria específica para a realização do ensaio. Isto posto, compreendemos que seria muito vantajoso poder obter valores confiáveis do E de compósitos, com um método mais prático e menos sujeito a erros experimentais.

O E e a KH são propriedades que se correlacionam^{79, 83}, portanto seria possível^v estimar o E, indiretamente, através de valores de KH. Os ensaios de microdureza são relativamente simples, reprodutíveis e necessitam de um número baixo de repetições para alcançar valores precisos, devido ao seu baixo coeficiente de variação. Curiosamente, não existem estudos que utilizem valores de KH para

^v A ocorrência de correlação entre duas variáveis só deve ser pesquisada se existir nexo causal entre elas. Assim, pode parecer incoerente estimar o E através de sua correlação com a KH, já que o E se refere à uma propriedade medida no regime elástico e o KH mede a resistência de um material a uma deformação plástica localizada. No entanto, parece existir um elo de ligação entre as duas propriedades que viabiliza sua correlação através do coeficiente “0,16”, presente tanto na regressão linear, que correlaciona E e KH de forma explícita ($E = 0,1602 KH$); como “oculto” na equação do método de Marshall, na qual ele pode ser evidenciado substituindo o termo (b'/a') presente no denominador, pelo valor experimental médio das indentações (0,11), que se mantém praticamente constante durante todo o experimento (o valor máximo é 0,12 e o mínimo 0,09). Ao desenvolver a equação de Marshall com este valor, obtém-se que $E = 0,1527 KH$. Isto leva a pensar que a recuperação elástica mensurada no método de Marshall através da razão (b'/a') esteja “embutida” na regressão de alguma forma. Ainda não sabemos bem ao certo como interpretar este fato, no entanto ele parece ser um indício suficiente da relação entre a dureza (especificamente KH) e o E (que reflete o comportamento elástico do material).

estimar valores de E. Isto acontece, muito provavelmente, devido à falta de uma validação deste procedimento. É importante ressaltar que estimar o E através de valores de KH também levaria a valores incorretos se a correlação entre as duas propriedades fosse obtida com valores de E afetados por erros experimentais que, como vimos, são comuns. Portanto, para obter uma correlação capaz de fornecer estimativas precisas de E, a KH de cada um dos espécimes de resina foi correlacionada com a respectiva média global do E (obtida a partir dos valores dos quatro métodos), com o objetivo de que possíveis erros específicos de cada método fossem diluídos na média dos valores.

A correlação entre o E e a KH (Figura 5.3) apresentou alta significância estatística ($p < 0,001$). A equação da regressão linear relatada no presente estudo ($E = 0,1602 \text{ KH}$) é bastante parecida com a correlação encontrada por um outro autor⁷⁹ ($E = 0,1445 \text{ KH}$). A diferença entre elas pode ser explicada ao considerar que no presente estudo, os valores de E usados na correlação foram obtidos através de uma média de valores de E obtidas por quatro métodos e a correlação citada usou valores obtidos em um ensaio de compressão.

Figura 5.3 - Correlação entre o E médio de cada espécime com e a respectiva KH

O segundo grupo de espécimes de resina composta foi confeccionado com resinas de marcas diferentes das utilizadas na primeira etapa, justamente para avaliar se a correlação serviria para estimar o E de resinas diferentes das utilizadas

para obtê-la. Com este procedimento, esta fase também pode ser considerada como uma simulação da utilização da equação proposta, por um outro grupo de pesquisa. Para que o método de obtenção de E pela regressão de valores de KH x $E_{\text{médio}}$ fosse considerado válido, os valores por ele obtidos (E_r) deveriam ser semelhantes aos valores obtidos por flexão em três pontos (E_b). Como na primeira etapa os métodos não influenciaram nos valores de E, não pareceu necessário comparar o novo método com todos os métodos convencionais, mas apenas com um deles, o método de flexão em três pontos, que é o mais fácil de ser executado.

A correlação dos valores de E_b com os respectivos valores de E_r (Figura 5.4), ambos calculados nos mesmos espécimes originou a equação de regressão linear $y = 1,0088x + 0,0475$. Os intervalos de confiança dos termos “a” e “b” desta equação foram respectivamente (-0,429243 a 0,52431) e (0,967653 a 1,04994), o que mostra que a equação da reta não é significantemente diferente da equação $y = x$. Além disso, o teste de correlação de Pearson mostrou significância estatística ($p < 0,001$). Portanto, pode-se dizer que os valores obtidos pelo método de flexão em três pontos foram similares aos valores obtidos pelo método da regressão, e assim o novo método pode ser considerado válido para calcular o E de espécimes de resina composta.

Ambos os métodos utilizados na segunda fase, apresentam valores de E muito semelhantes (Figura 5.5). Todos os valores obtidos pelo método da regressão ficaram dentro do intervalo de confiança (95%) da respectiva média obtida pelo método de flexão em três pontos. Outro aspecto notável é que o desvio padrão apresentado pelo método da regressão em todos os casos foi menor do que o desvio padrão do ensaio de flexão em três pontos, o que se explica ao se considerar o baixo coeficiente de variação dos testes de dureza. Isto teria como consequência prática o fato de que o método da regressão necessitaria de um “n” menor do que os outros métodos para obter valores de E de uma resina composta, com a mesma exatidão.

O método da regressão apresenta algumas vantagens em relação aos métodos convencionais para mensuração do E: a possibilidade de obter valores de E de modo fácil; o baixo custo para a realização do ensaio; e a possibilidade de obter duas propriedades (E e KH) com a realização de um só teste. Além disso, com o novo método seria possível obter valores de E numa escala micrométrica e mapear regiões adjacentes de um material, o que poderia ter uma aplicação

bastante relevante para mapear o E em um dente restaurado com compósito, por exemplo.

Figura 5.4 - Correlação entre E_b e E_r

Figura 5.5 - Médias e desvios padrão de E do segundo grupo de espécimes de resina composta, calculado através de flexão em três pontos e do método da regressão

5.3 OSSO CORTICAL

A análise de variância do grupo inicial (Tabela 5.5) mostrou diferenças significantes em função do método ($p < 0,05$). O teste de contraste de Tukey revelou que os valores de E_c foram significativamente menores do que os valores de E_b e E_t (Tabela 5.6).

Tabela 5.5 - Análise de variância de medidas repetidas do primeiro grupo de espécimes de osso cortical.

Fonte de Variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrados médios	F	p
Método	254,4	2	127,2	43,69	0,0000
Resíduo	34,9	12	2,9		

Tabela 5.6 - Teste de Tukey do primeiro grupo de espécimes de osso cortical

Método	Média (GPa) ± desvio padrão	Teste de Tukey
E_c	18,0 ± 1,9	B
E_b	25,0 ± 2,0	A
E_t	25,6 ± 4,0	A

Embora estes resultados tenham apresentado significância estatística, eles não apresentaram coerência do ponto de vista físico. Como os valores de E_t foram diferentes dos valores de E_c , necessariamente os valores de E_b deveriam ser intermediários entre eles, assim como ocorre em alguns estudos^{24, 26}. Como nossos resultados não apresentaram este padrão de resposta, temos a certeza de que algum dos ensaios estava estimando valores de E com viés.

Para determinar qual dos testes estava fornecendo valores com viés foi feito o seguinte raciocínio: primeiramente, considerou-se que todos os métodos já haviam sido previamente calibrados em material metálico e depurados para utilização em espécimes de osso cortical através dos ensaios em resina composta (material no qual os ensaios conseguiram medir o E corretamente). A diferença entre os ensaios executados em resina e os ensaios executados em osso cortical foi que os

espécimes de osso cortical eram em média 10 mm mais curtos que os espécimes de resina composta. Esta diferença de comprimento não teria motivos para alterar os resultados dos ensaios de flexão ou de compressão. No entanto, no ensaio de tração, a diminuição do comprimento do espécime fez com que as garras da máquina ficassem mais próximas (praticamente contíguas) ao extensômetro. Assim, o extensômetro calculou as deformações incluindo regiões onde provavelmente havia concentração de tensões¹⁰⁷, o que pode ter levado a um cálculo superestimado de deformações, diminuindo os valores do E_t .

Outra hipótese para explicar a subestimação de E_t nestes espécimes decorre da necessidade do uso de uma quantidade maior de cola entre os extensômetro e o espécime, o que não ocorreu nos ensaios de tração com as resinas nem tão pouco com os metais. O excesso de cola permite transmitir deslocamento e momento fletor ao extensômetro, como se as extremidades do extensômetro pudessem apenas, no limite do raciocínio, se afastar relativamente paralelas entre si (o eixo instantâneo de rotação das hastes do extensômetro desloca-se para o infinito, no limite do raciocínio) (Figura 5.6).

Figura 5.6 A parte (A) representa o ensaio de tração sem cola. A parte (B) representa o ensaio de tração com maior quantidade de cola (representada pelo ponto vermelho). O lado esquerdo da figura mostra o espécime antes da execução do ensaio de tração e o lado direito mostra o espécime no fim do ensaio. Perceba que a cola faz com que as hastes se afastem paralelamente, o que resulta numa medida superestimada de deformação no extensômetro ($y' > y$) com a mesma deformação do espécime ($x' = x$).

Como estas explicações eram coerentes com os resultados obtidos e como não foram encontrados motivos para suspeitar de erros nos valores de E_b e E_c ,

assumimos que os valores com viés eram os valores de E_t . Por este motivo, no segundo grupo de espécimes optou-se por calcular os valores de E do ensaio de tração indiretamente (E_{ti}), o que pode ser feito através dos valores experimentais de E_c , E_b e da equação (7) (ver página 38). Esta equação já foi previamente utilizada para calcular valores indiretos de E em tecido ósseo, que apresentaram boa concordância com os respectivos valores experimentais²⁴. Além disso, fizemos um teste^w com a equação calculando valores de E_{ti} dos espécimes de resina composta previamente utilizados e comparando-os com o E_t . Como os valores indiretos apresentaram boa concordância com os valores experimentais, consideramos que os valores de E_{ti} são representativos dos valores de E_t .

A primeira análise de variância feita no segundo grupo de espécimes de osso cortical, que considerava apenas os fatores “método” e “região anatômica”, apontou influência significativa de ambos sobre os valores de E . A interação dos dois fatores não apresentou significância estatística (Tabela 5.7). Os testes de contraste de Tukey para os fatores “método” (Tabela 5.8) e “região anatômica” (Tabela 5.9) encontram-se, respectivamente nas páginas 98 e 103. A interação entre os fatores (Figura 5.10) encontra-se na página 104.

Tabela 5.7 - Influência do método e da região anatômica sobre os valores de E do segundo grupo de espécimes de osso cortical

Fonte de Variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrados médios	F	p
Região	589,3	2	294,6	5,37	0,03
Resíduo 1	494,2	9	54,9		
MÉTODO	1926,5	2	963,3	74,71	0,0000
MÉTODO*Região	21,4	4	5,4	0,42	0,80
Resíduo 2	232,1	18	12,9		

Antes de discutir qualquer resultado, é importante ressaltar que: (a) os valores de E do presente estudo foram obtidos através de ensaios previamente calibrados, o que afasta a hipótese de que as diferenças se devam a erros experimentais; (b) diferentemente da grande maioria dos estudos^{21-26, 28, 31, 45-}

^w Foi feita uma análise de variância de medidas repetidas (método como fator vinculado e nível de significância de 5%), comparando os valores de E_t e E_{ti} nos espécimes de resina composta analisados previamente. Não foi encontrada diferença significativa em função do método ($p>0,05$).

47, Mack^x(1964, apud ^{27, 28}), as diferenças em função do método foram verificadas nas mesmas regiões, o que afasta a hipótese de que elas tenham ocorrido em função de variações regionais do E; (c) as diferenças foram avaliadas através de ensaios uniaxiais, o que elimina a hipótese de uma possível subestimação das diferenças entre ensaios, devido a análise das mesmas através de ensaios de flexão. Portanto, parece correto afirmar que as diferenças encontradas nos valores de E devam ocorrer em função do comportamento intrínseco do osso diante dos diferentes carregamentos. Poderia ser argumentado que as diferenças encontradas no presente estudo poderiam ocorrer em função de diferenças nas velocidades de deformação dos ensaios. No entanto, tal questionamento não é coerente com os resultados do estudo (se isto fosse verdade deveria haver uma tendência de que os valores de E_c fossem maiores do que os valores de E_t , já que a velocidade de deformação de E_c foi maior); além disso, um estudo¹⁰⁸ mostra ausência de influência da velocidade de deformação nos valores de E de osso cortical mesmo avaliando uma variação de velocidade de deformação muito maior do que a nossa.

Tabela 5.8 - Teste de Tukey para as médias de E (GPa) em função do método

Método	Média (GPa) ± desvio padrão	Teste de Tukey
E_c	10,1 ± 4,5	C
E_b	15,0 ± 5,8	
E_{ti}	27,5 ± 8,3	A

Todos os métodos apresentaram valores diferentes de E. O valor de E_{ti} foi o maior, o de E_c foi o menor, e o de E_b foi intermediário. Em média, o E_{ti} foi 2,7 vezes maior do que o E_c , o que caracteriza o osso cortical como um material bimodular. O valor intermediário de E_b também embasa a característica bimodular do osso cortical. Outros estudos já verificaram valores de E_t superiores aos valores de E_c ²¹⁻²⁵, sendo que alguns deles apresentam resultados muito semelhantes aos nossos^{26, Mack^x(1964, apud ^{27, 28})}. No entanto, também existem estudos que apresentam resultados diferentes, pois encontraram que o E_t e o E_c são similares^{27, 30, 44-46}. O fato é que nenhum dos estudos relatados (tanto os que afirmam E_t e E_c são similares

^x Mack RW. Bone - A natural two-phase material. San Francisco - Berkeley: University of California; 1964. 36 p.

como os que afirmam que E_t é maior) sequer reconhece a existência de tantos trabalhos com resultados conflitantes. Como a grande maioria nem admite a possibilidade de que tal diferença possa existir, ocorre que o fenômeno da bimodularidade tem sido pouco estudado.

Embora seja aceito que a maioria dos materiais apresente o mesmo E independentemente do sentido do carregamento⁶³, sabendo da existência do fenômeno bimodular e conhecendo a estrutura do tecido ósseo em detalhe (ver seção 2.3.2 na página 41), parece razoável suspeitar que ele possa apresentar E_t diferente de E_c . Como não é fácil explicar o comportamento bimodular em osso cortical, o entendimento do fenômeno será tratado através de uma analogia com o comportamento de um cabo de aço com filamentos (“pernas”) arredondados (Figura 5.7).

Figura 5.7 - Estrutura de um cabo de aço com filamentos (pernas) arredondados (figura adaptada do site: <http://www.carlstahl.com.br/cabosdeaco.html>, consultado no dia 13/11/2014)

Primeiramente deve-se considerar apenas um dos arames externos (filamentos) com formato alongado, fora do cabo, isolado e reto: ao ser submetido a tração, ele resiste à deformação em razão do seu E ; no entanto ao ser comprimido, este mesmo arame flamba, apresentando-se menos rígido do que na tração. Embora este arame aparente ter E_t maior que E_c , é importante perceber que, o que estaríamos medindo, seria uma bimodularidade aparente, pois neste caso o

fenômeno depende exclusivamente do formato alongado do objeto que permite sua flambagem, ou seja, se o arame não fosse alongado mediríamos nele E_t igual ao E_c .

No entanto, se considerássemos o “cabo de aço” (e não apenas o aço) como um material estruturado (que é formado por várias pernas mais finas, cada uma formada por vários arames mais finos ainda), seria observada uma bimodularidade real. Neste caso, mesmo que se confeccionasse um espécime de “cabo de aço” que não apresentasse nenhuma tendência de flambar (espécime curto), o material (“cabo de aço”) apresentará E_t maior do que o E_c , em função de sua microestrutura interna fibrosa (pernas e arames), de formato alongado (notar que não é mais o objeto em si que apresenta formato alongado, mas sim os seus microcomponentes).

Em resumo, parece que a estrutura fibrilar de um material favorece a ocorrência do fenômeno bimodular devido a dois fenômenos:

- Ocorrência de estiramento da microestrutura sob tração e flambagem sob compressão: isto é possível porque, quando submetidos a tração, tanto os arames como as pernas do cabo de aço tendem a se alinhar com a direção do carregamento. Mas a deformação só ocorrerá estirando as fibras, já que as curvas não podem se retificar (pois os filamentos estão inicialmente em contato, e a carga de tração tende a mantê-los em contato). No entanto, quando o objeto for submetido a compressão, as fibras tendem a flambar ou dobrar (já que podem afastar-se umas das outras). Como a flambagem ocorre sob cargas bem menores do que o estiramento, a rigidez será menor.
Esta explicação supõe que as fibras sejam constituídas de um material de rigidez igual ou maior que um eventual material circundante (que poderíamos chamar de “matriz”), ou seja, se os arames fossem envolvidos por uma matriz muito mais rígida, o seu estiramento teria uma contribuição muito pequena para o aumento do E em tração ou diminuição em compressão.
- União imperfeita dos filamentos: esta característica parece ser mandatória para explicar a bimodularidade. Se não fosse assim, tanto os arames quanto as pernas não se comportariam como um material fibroso, mas sim como um material contínuo. Quando o cabo de aço é submetido a tração, ele tende a afinar e assim os filamentos se

aproximam formando uma estrutura cada vez mais coesa e mais difícil de ser estirada. Já quando é comprimido, ele tende a expandir na direção do diâmetro das fibras, devido às tensões transversais que surgem (provavelmente, um material assim deveria ter um coeficiente de Poisson especialmente elevado sob compressão, em relação ao coeficiente sob tração). Somente se as pernas estiverem unidas de maneira imperfeita é que poderá acontecer que alguns arames e pernas se afastem dos filamentos próximos e assim flambem, com o que a rigidez diminuiria.

Existem no osso cortical, dois níveis estruturais que poderiam explicar a ocorrência de bimodularidade. Num nível nanométrico, encontramos as fibrilas de colágeno impregnadas e rodeadas de hidroxiapatita, que cumprem as duas condições anteriormente estipuladas. Em uma imagem de uma superfície de osso fraturado (Figura 5.8) é possível individualizar as fibrilas com tendência a se separarem umas das outras, o que evidenciaria sua união imperfeita e sua característica de fibra rígida.

Figura 5.8 - Superfície de fratura de um osso humano mostrando as fibrilas colágenas mineralizadas. Figura adaptada do estudo de Fantner et al.⁹²

Já num nível micrométrico, encontramos as lamelas concêntricas que formam os ósteons: elas se unem de modo imperfeito através de substância interlamelar, rica em proteínas não colágenas, que daria liberdade para a flambagem das lamelas sob compressão axial. Quando sob tração axial, as lamelas seriam necessariamente estiradas, já que se apresentam aproximadamente retas e orientadas na direção da

tração. Existem evidências experimentais do comportamento bimodular em ósteons isolados^{21, 22}.

Como, no presente estudo, também foi constatado comportamento bimodular no carregamento transversal em relação ao longo eixo do osso (já que os espécimes do tipo “c” - ver página 79 - também apresentaram E_t maior do que E_c), é preciso explicar o mecanismo da bimodularidade nesta direção. Num nível nanométrico a presença das fibras colágenas mineralizadas teria uma contribuição pequena, porque elas estariam preferencialmente dispostas numa direção transversal em relação à direção do carregamento, e assim não teriam tendência nem de ser estiradas, nem de flambar. Assim, para explicar o comportamento bimodular nesta direção devemos considerar principalmente o efeito das regiões interlamelares, que são compostas principalmente por proteínas não colágenas (que apresentam-se emaranhadas). Quando a região interlamelar é tracionada, as ligações secundárias que existem no emaranhado são solicitadas e resistem à deformação⁹⁰, ao mesmo tempo que as moléculas se orientam na direção da carga; num segundo momento, para continuar a deformação será necessário estirar as moléculas orientadas e romper suas ligações primárias (Figura 5.9). No entanto, ao comprimir o emaranhado nenhuma ligação é solicitada, já que ocorre somente flambagem e dobramento de fibras. Isto seria um fenômeno análogo ao que acontece quando se comprime ou se traciona, por exemplo, um pedaço de estopa.

Figura 5.9 – Mecanismo de deformação das áreas interlamelares. Os filamentos verdes representam as proteínas não colágenas. Figura adaptada do estudo de Katsamenis et al.⁹⁰

Em relação às regiões anatômicas, o teste de Tukey apontou diferença somente entre os espécimes “transversais” e os do endóstee. Os espécimes obtidos na região do perióstee não foram significativamente diferentes dos demais (Tabela 5.9).

Tabela 5.9 - Teste de Tukey para as médias de E (GPa) em função da região anatômica

Região	Média (GPa) ± desvio padrão	Teste de Tukey	
“Transversal”	12,7 ± 7,4	B	
Perióstee	17,3 ± 8,6	B	A
Endóstee	22,6 ± 9,7		A

Esperava-se encontrar valores menores nos espécimes “transversais”, por causa do conhecido comportamento anisotrópico do osso cortical^{31, 53, 55}. Embora os valores de E do endóstee não tenham apresentado diferença estatística em relação aos valores obtidos no perióstee, observa-se uma tendência de que os valores dos espécimes obtidos no endóstee sejam mais altos. Duas hipóteses foram estabelecidas para explicar este fato: (a) os fenômenos de remodelação óssea ocorrem de forma mais acentuada na parte “interna” do osso (próximo ao endóstee) do que na parte “externa” (próximo ao perióstee)^y. Assim, os espécimes obtidos na região mais interna poderiam estar mais estruturados para resistir às deformações fisiológicas (longitudinais); (b) poderia existir algum tipo de mecanismo compensatório para que, quando o osso fosse solicitado fisiologicamente em dobramento, não apresentasse concentração de tensões na periferia. Para que isto aconteça, como as partes mais externas são as que mais se deformam (ao dobrar), elas deveriam apresentar um E menor do que as regiões mais internas.

O fato da interação não ter apresentado significância estatística quer dizer que, para qualquer região, os métodos sempre apresentaram diferenças de valor de E na mesma sequência. E que, independentemente do método usado para medir o E, a região endóstee sempre apresentou valor de E maior que a região “transversal” (Figura 5.10).

^y Para que a remodelação ocorra os osteoclastos precisam aderir na matriz mineralizada. Como na parte externa existe uma “barreira” fibrosa, que faz parte do próprio perióstee, a remodelação óssea é dificultada nesta região e ocorre preferencialmente na parte mais interna, onde os osteoclastos não encontram barreira para aderir na matriz.

Figura 5.10 - Interação entre os fatores “método” e “região” do segundo grupo de espécimes de osso cortical

Na análise de variância que avaliou a influência do fator “indivíduo” nos valores de E (desconsiderando os fatores método e região anatômica), os diferentes animais não influenciaram os valores de E de modo significativo (Tabela 5.10). No entanto, os espécimes do “Boi - 3” apresentavam valores de E consideravelmente maiores do que os espécimes dos outros animais, ao analisá-los considerando os métodos separadamente. Assim, começamos a suspeitar que o “indivíduo” não tinha sido identificado como fator significativo devido ao alto desvio padrão das médias de cada animal (Figura 5.11), porque para cada animal, as médias incluíam valores de E obtidos através de métodos capazes de influir significativamente no E.

Tabela 5.10 - Influência do indivíduo sobre os valores de E. Análise de Variância de medidas repetidas desconsiderando os fatores “método” e “região anatômica”

Fonte de Variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrados médios	F	p
Indivíduo	338,4	3	112,8	1,23	0,31
Resíduo	2925,2	32	91,4

Figura 5.11 - Influência do fator indivíduo sobre os valores de E. É bastante provável que os grandes desvios padrão tenham interferido na análise estatística

Por isso, fizemos uma última análise de variância, agora considerando apenas os valores de um dos métodos (no caso foram usados os valores de E_c). Nesta nova análise, os desvios padrão dos valores de E em função do animal foram consideravelmente menores (Figura 5.12). Tanto o indivíduo como a região influenciaram significativamente os valores de E_c ; no entanto, neste caso a interação também foi significativa, o que impede tirar conclusões gerais a respeito dos fatores principais (Tabela 5.11).

Figura 5.12 - Influência do fator indivíduo sobre os valores de E_c . Note que o desvio padrão foi consideravelmente menor do que na análise anterior

Tabela 5.11 - Influência do indivíduo e da região anatômica sobre os valores de E_c

Fonte de Variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrados médios	F	p
Indivíduo	295,6	3,0	98,5	22,9	0,000
Região	448,1	2,0	224,1	52,0	0,000
REGIÃO*indivíduo	128,3	6,0	21,4	5,0	0,0009
Resíduo	155,0	36	4,3		

O teste de Tukey mostrou que o “Boi - 3” apresentou valores significativamente maiores dos que os demais (Tabela 5.12); e apontou diferenças significantes entre os valores de E de todas as regiões (endósteeo > periósteeo > “transversal”) (Tabela 5.13). Como a interação foi significativa, é preciso fazer as seguintes ressalvas: (a) o indivíduo não influenciou os valores da região “transversal” significativamente; (b) para alguns animais, por exemplo o “Boi - 3” existem diferenças significantes entre todas as regiões, mas para outros não, embora para todos os animais sempre existe pelo menos uma diferença significativa entre duas regiões (Tabela 5.14).

Tabela 5.12 - Teste de Tukey para o fator “indivíduo” (segundo grupo de espécimes de osso cortical, considerando apenas os valores de E_c)

Indivíduo	Média (GPa) ± desvio padrão	Teste de Tukey
Boi - 4	8,3 ± 3,1	B
Boi - 2	8,6 ± 3,5	B
Boi - 1	9,1 ± 3,4	B
Boi - 3	14,4 ± 5,2	A

Tabela 5.13 - Teste de Tukey para o fator “região” (segundo grupo de espécimes de osso cortical, considerando apenas os valores de E_c)

Região	Média (GPa) ± desvio padrão	Teste de Tukey
“Transversal”	6,4 ± 2,0	C
Periósteo	10,0 ± 3,9	B
Endósteo	13,9 ± 4,1	A

Tabela 5.14 - Teste de Tukey das interações entre os fatores “indivíduo” e “região” (segundo grupo de espécimes de osso cortical, considerando apenas os valores de E_c)

Indivíduo	Região	E _c	Teste de Tukey					
Boi - 4	“Transversal”	4,2	F					
Boi - 2	“Transversal”	5,3	F	E				
Boi - 1	Periósteo	6,2	F	E	D			
Boi - 1	“Transversal”	8,0	F	E	D			
Boi - 3	“Transversal”	8,1	F	E	D	C		
Boi - 2	Periósteo	9,2	F	E	D	C		
Boi - 4	Periósteo	9,9		E	D	C	B	
Boi - 4	Endósteo	10,8			D	C	B	
Boi - 2	Endósteo	11,3			D	C	B	
Boi - 1	Endósteo	13,2				C	B	
Boi - 3	Periósteo	14,7					B	
Boi - 3	Endósteo	20,2						A

6 CONCLUSÃO

Diante dos resultados do presente estudo parece lícito concluir:

- 1) É possível conseguir que quatro métodos de medir o E apresentem resultados semelhantes em um material metálico;
- 2) Foi possível depurar com sucesso estes mesmos métodos para sua utilização em espécimes de osso cortical ao constatar que eles também não interferiram no valor do E obtido em espécimes semelhantes aos de osso, confeccionados com resinas compostas;
- 3) O osso apresenta comportamento bimodular, pois os valores experimentais de E de osso cortical são influenciados pelo método de medida (baseado em tração indireta, compressão e flexão em três pontos). A região anatômica e o indivíduo também afetam os valores de E dos espécimes de osso cortical (o indivíduo só foi um fator significativo ao considerar somente os valores obtidos no ensaio de compressão);
- 4) Foi encontrada e validada uma correlação entre E e KH em resinas compostas, que permite calcular o E deste material através da regressão $E = 0,1602 KH$.

REFERÊNCIAS^z

1. Frost HM. Bone "mass" and the "mechanostat": a proposal. *Anat Rec.* 1987;219(1):1-9.
2. Frost HM. A 2003 update of bone physiology and Wolff's Law for clinicians. *Angle Orthod.* 2004;74(1):3-15.
3. Jaffin RA, Berman CL. The excessive loss of Branemark fixtures in type IV bone: a 5-year analysis. *J Periodontol.* 1991;62(1):2-4.
4. Friberg B, Jemt T, Lekholm U. Early failures in 4,641 consecutively placed Branemark dental implants: a study from stage 1 surgery to the connection of completed prostheses. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 1991;6(2):142-6.
5. Johns RB, Jemt T, Heath MR, Hutton JE, McKenna S, McNamara DC, et al. A multicenter study of overdentures supported by Branemark implants. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 1992;7(4):513-22.
6. Bahrami B, Shahrabaf S, Mirzakouchaki B, Ghalichi F, Ashtiani M, Martin N. Effect of surface treatment on stress distribution in immediately loaded dental implants--a 3D finite element analysis. *Dent Mater.* 2014;30(4):e89-97.
7. Demenko V, Linetskiy I, Nesvit K, Shevchenko A. Ultimate masticatory force as a criterion in implant selection. *J Dent Res.* 2011;90(10):1211-5.
8. Liu S, Tang C, Yu J, Dai W, Bao Y, Hu D. The effect of platform switching on stress distribution in implants and periimplant bone studied by nonlinear finite element analysis. *J Prosthet Dent.* 2014.
9. Shinya A, Ballo AM, Lassila LV, Narhi TO, Vallittu PK. Stress and strain analysis of the bone-implant interface: a comparison of fiber-reinforced composite and titanium implants utilizing 3-dimensional finite element study. *J Oral Implantol.* 2011;37 Spec No:133-40.
10. Streckbein P, Streckbein RG, Wilbrand JF, Malik CY, Schaaf H, Howaldt HP, et al. Non-linear 3D evaluation of different oral implant-abutment connections. *J Dent Res.* 2012;91(12):1184-9.
11. Yamanishi Y, Yamaguchi S, Imazato S, Nakano T, Yatani H. Influences of implant neck design and implant-abutment joint type on peri-implant bone stress and abutment micromovement: three-dimensional finite element analysis. *Dent Mater.* 2012;28(11):1126-33.

^z De acordo com o Estilo Vancouver.

12. Perillo L, Jamilian A, Shafieyoon A, Karimi H, Cozzani M. Finite element analysis of miniscrew placement in mandibular alveolar bone with varied angulations. *Eur J Orthod*. 2014.
13. Singh S, Mogra S, Shetty VS, Shetty S, Philip P. Three-dimensional finite element analysis of strength, stability, and stress distribution in orthodontic anchorage: a conical, self-drilling miniscrew implant system. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2012;141(3):327-36.
14. Suzuki A, Masuda T, Takahashi I, Deguchi T, Suzuki O, Takano-Yamamoto T. Changes in stress distribution of orthodontic miniscrews and surrounding bone evaluated by 3-dimensional finite element analysis. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2011;140(6):e273-80.
15. Ghosh R, Pal B, Ghosh D, Gupta S. Finite element analysis of a hemi-pelvis: the effect of inclusion of cartilage layer on acetabular stresses and strain. *Comput Methods Biomech Biomed Engin*. 2013.
16. Grecu D, Puculev I, Negru M, Tarnita DN, Ionovici N, Dita R. Numerical simulations of the 3D virtual model of the human hip joint, using finite element method. *Rom J Morphol Embryol*. 2010;51(1):151-5.
17. Ike H, Inaba Y, Kobayashi N, Hirata Y, Yukizawa Y, Aoki C, et al. Comparison between mechanical stress and bone mineral density in the femur after total hip arthroplasty by using subject-specific finite element analyses. *Comput Methods Biomech Biomed Engin*. 2014.
18. Palumbo BT, Nalley C, Gaskins RB, 3rd, Gutierrez S, Alexander GE, 3rd, Anijar L, et al. Biomechanical analysis of impending femoral neck fractures: the role of percutaneous cement augmentation for osteolytic lesions. *Clin Biomech (Bristol, Avon)*. 2014;29(3):289-95.
19. Shen Y, Li X, Fu X, Wang W. A 3D finite element model to investigate prosthetic interface stresses of different posterior tibial slope. *Knee Surg Sports Traumatol Arthrosc*. 2014.
20. Wong C, Mikkelsen P, Hansen LB, Darvann T, Gebuhr P. Finite element analysis of tibial fractures. *Dan Med Bull*. 2010;57(5):A4148.
21. Ascenzi A, Bonucci E. The tensile properties of single osteons. *Anat Rec*. 1967;158(4):375-86.
22. Ascenzi A, Bonucci E. The compressive properties of single osteons. *Anat Rec*. 1968;161(3):377-91.
23. Barak MM, Currey JD, Weiner S, Shahar R. Are tensile and compressive Young's moduli of compact bone different? *J Mech Behav Biomed Mater*. 2009;2(1):51-60.

24. Simkin A, Robin G. The mechanical testing of bone in bending. *J Biomech.* 1973;6(1):31-9.
25. Skedros JG, Dayton MR, Sybrowsky CL, Bloebaum RD, Bachus KN. The influence of collagen fiber orientation and other histocompositional characteristics on the mechanical properties of equine cortical bone. *J Exp Biol.* 2006;209(Pt 15):3025-42.
26. Yamada H. *Strength of Biological Materials.* Baltimore: Williams and Wilkins; 1970. 19-37 p.
27. Piekarski K. Analysis of bone as a composite material. *Int J Eng Sci.* 1973;11(6):557-65.
28. Catanese J, 3rd, Featherstone JD, Keaveny TM. Characterization of the mechanical and ultrastructural properties of heat-treated cortical bone for use as a bone substitute. *J Biomed Mater Res.* 1999;45(4):327-36.
29. Currey JD. The effect of porosity and mineral content on the Young's modulus of elasticity of compact bone. *J Biomech.* 1988;21(2):131-9.
30. Currey JD, Brear K. Hardness, Young's modulus and yield stress in mammalian mineralized tissues. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine.* 1990;1(1):14-20.
31. Li S, Demirci E, Silberschmidt VV. Variability and anisotropy of mechanical behavior of cortical bone in tension and compression. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2013;21:109-20.
32. Zysset PK, Guo XE, Hoffler CE, Moore KE, Goldstein SA. Elastic modulus and hardness of cortical and trabecular bone lamellae measured by nanoindentation in the human femur. *J Biomech.* 1999;32(10):1005-12.
33. Hoffler CE, Moore KE, Kozloff K, Zysset PK, Brown MB, Goldstein SA. Heterogeneity of bone lamellar-level elastic moduli. *Bone.* 2000;26(6):603-9.
34. Feng L, Jasiuk I. Multi-scale characterization of swine femoral cortical bone. *J Biomech.* 2011;44(2):313-20.
35. Rho JY, Kuhn-Spearing L, Zioupos P. Mechanical properties and the hierarchical structure of bone. *Med Eng Phys.* 1998;20(2):92-102.
36. Sun JY, Zhu HQ, Qin SH, Yang DL, He XT. A review on the research of mechanical problems with different moduli in tension and compression. *Journal of Mechanical Science and Technology.* 2010;24(9):1845-54.

37. Patel BP, Khan K, Nath Y. A new constitutive model for bimodular laminated structures: Application to free vibrations of conical/cylindrical panels. *Composite Structures*. 2014;110:183-91.
38. Haimson BC, Tharp TM. Stresses around Boreholes in Bilinear Elastic Rock. *Society of Petroleum Engineers Journal*. 1974;14(2):145-51.
39. Yu X, da Gama CD, Na Y, Wang Q, Xie Q. Deformation behaviour of rocks under compression and direct tension. *Journal of the South African Institute of Mining and Metallurgy*. 2005;105(1):55-62.
40. Conners TE, Medvecz PJ. Wood as a bimodular material. Institute of Paper Science and Technology – Technical Paper Series No 423. Atlanta, Georgia 1992.
41. Yadama V, Wolcott MP, Smith LV. Elastic properties of wood-strand composites with undulating strands. *Composites Part a-Applied Science and Manufacturing*. 2006;37(3):385-92.
42. Soltz MA, Ateshian GA. A Conewise Linear Elasticity mixture model for the analysis of tension-compression nonlinearity in articular cartilage. *J Biomech Eng*. 2000;122(6):576-86.
43. He XT, Chen QA, Sun JY, Zheng ZL, Chen SL. Application of the Kirchhoff Hypothesis to Bending Thin Plates with Different Moduli in Tension and Compression. *Journal of Mechanics of Materials and Structures*. 2010;5(5):755-69.
44. Walsh WR, Guzelsu N. Compressive properties of cortical bone: mineral-organic interfacial bonding. *Biomaterials*. 1994;15(2):137-45.
45. Reilly DT, Burstein AH, Frankel VH. The elastic modulus for bone. *J Biomech*. 1974;7(3):271-5.
46. Vashishth D, Gibson GJ, Khoury JI, Schaffler MB, Kimura J, Fyhrie DP. Influence of nonenzymatic glycation on biomechanical properties of cortical bone. *Bone*. 2001;28(2):195-201.
47. Ebacher V, Tang C, McKay H, Oxland TR, Guy P, Wang R. Strain redistribution and cracking behavior of human bone during bending. *Bone*. 2007;40(5):1265-75.
48. Kotha SP, Guzelsu N. Tensile damage and its effects on cortical bone. *J Biomech*. 2003;36(11):1683-9.
49. Fujisaki K, Tadano S. Relationship between bone tissue strain and lattice strain of HAp crystals in bovine cortical bone under tensile loading. *J Biomech*. 2007;40(8):1832-8.

50. Stern LC, Brinkman JG, Furmanski J, Rimnac CM, Hernandez CJ. Near-terminal creep damage does not substantially influence fatigue life under physiological loading. *J Biomech.* 2011;44(10):1995-8.
51. Nyman JS, Roy A, Reyes MJ, Wang X. Mechanical behavior of human cortical bone in cycles of advancing tensile strain for two age groups. *J Biomed Mater Res A.* 2009;89(2):521-9.
52. Joo W, Jepsen KJ, Davy DT. The effect of recovery time and test conditions on viscoelastic measures of tensile damage in cortical bone. *J Biomech.* 2007;40(12):2731-7.
53. Dong XN, Guo XE. The dependence of transversely isotropic elasticity of human femoral cortical bone on porosity. *J Biomech.* 2004;37(8):1281-7.
54. DePaula CA, Abjornson C, Pan Y, Kotha SP, Koike K, Guzelsu N. Changing the structurally effective mineral content of bone with in vitro fluoride treatment. *J Biomech.* 2002;35(3):355-61.
55. Novitskaya E, Chen PY, Lee S, Castro-Cesena A, Hirata G, Lubarda VA, et al. Anisotropy in the compressive mechanical properties of bovine cortical bone and the mineral and protein constituents. *Acta Biomater.* 2011;7(8):3170-7.
56. Ohman C, Dall'Ara E, Baleani M, Van Sint Jan S, Viceconti M. The effects of embalming using a 4% formalin solution on the compressive mechanical properties of human cortical bone. *Clin Biomech (Bristol, Avon).* 2008;23(10):1294-8.
57. Dong XN, Acuna RL, Luo Q, Wang X. Orientation dependence of progressive post-yield behavior of human cortical bone in compression. *J Biomech.* 2012;45(16):2829-34.
58. Leng H, Dong XN, Wang X. Progressive post-yield behavior of human cortical bone in compression for middle-aged and elderly groups. *J Biomech.* 2009;42(4):491-7.
59. Unger S, Blauth M, Schmoelz W. Effects of three different preservation methods on the mechanical properties of human and bovine cortical bone. *Bone.* 2010;47(6):1048-53.
60. Dauvillier BS, Aarnts MP, Feilzer AJ. Modeling of the viscoelastic behavior of dental light-activated resin composites during curing. *Dent Mater.* 2003;19(4):277-85.
61. Masouras K, Silikas N, Watts DC. Correlation of filler content and elastic properties of resin-composites. *Dent Mater.* 2008;24(7):932-9.
62. Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR. *Phillips materiais dentários.* 12 ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2013. 592 p.

63. Callister WD. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. 5 ed. Rio de Janeiro: LTC; 2002.
64. Athanasiou KA, Zhu C, Lanctot DR, Agrawal CM, Wang X. Fundamentals of biomechanics in tissue engineering of bone. *Tissue Eng*. 2000;6(4):361-81.
65. Turner CH, Burr DB. Basic biomechanical measurements of bone: a tutorial. *Bone*. 1993;14(4):595-608.
66. Odgaard A, Hvid I, Linde F. Compressive axial strain distributions in cancellous bone specimens. *J Biomech*. 1989;22(8-9):829-35.
67. Choi K, Kuhn JL, Ciarelli MJ, Goldstein SA. The elastic moduli of human subchondral, trabecular, and cortical bone tissue and the size-dependency of cortical bone modulus. *J Biomech*. 1990;23(11):1103-13.
68. Boaro LC, Goncalves F, Guimaraes TC, Ferracane JL, Versluis A, Braga RR. Polymerization stress, shrinkage and elastic modulus of current low-shrinkage restorative composites. *Dent Mater*. 2010;26(12):1144-50.
69. Boaro LC, Goncalves F, Guimaraes TC, Ferracane JL, Pfeifer CS, Braga RR. Sorption, solubility, shrinkage and mechanical properties of "low-shrinkage" commercial resin composites. *Dent Mater*. 2013;29(4):398-404.
70. Boaro LC, Goncalves F, Braga RR. Influence of the bonding substrate in dental composite polymerization stress testing. *Acta Biomater*. 2010;6(2):547-51.
71. Buhl KM, Jacobs CR, Turner RT, Evans GL, Farrell PA, Donahue HJ. Aged bone displays an increased responsiveness to low-intensity resistance exercise. *J Appl Physiol* (1985). 2001;90(4):1359-64.
72. Akkus O, Adar F, Schaffler MB. Age-related changes in physicochemical properties of mineral crystals are related to impaired mechanical function of cortical bone. *Bone*. 2004;34(3):443-53.
73. Marshall DB, Tatsuo N, Evans AG. A Simple Method for Determining Elastic-Modulus-to-Hardness Ratios using Knoop Indentation Measurements. *Journal of the American Ceramic Society*. 1982;65(10):c175–c76.
74. Tantbirojn D, Pfeifer CS, Braga RR, Versluis A. Do low-shrink composites reduce polymerization shrinkage effects? *J Dent Res*. 2011;90(5):596-601.
75. Meredith N, Sherriff M, Setchell DJ, Swanson SA. Measurement of the microhardness and Young's modulus of human enamel and dentine using an indentation technique. *Arch Oral Biol*. 1996;41(6):539-45.

76. Rizkalla AS, Jones DW. Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials. *Dent Mater.* 2004;20(2):207-12.
77. Rizkalla AS, Jones DW. Indentation fracture toughness and dynamic elastic moduli for commercial feldspathic dental porcelain materials. *Dent Mater.* 2004;20(2):198-206.
78. Tarle Z, Attin T, Marovic D, Andermatt L, Ristic M, Taubock TT. Influence of irradiation time on subsurface degree of conversion and microhardness of high-viscosity bulk-fill resin composites. *Clin Oral Investig.* 2014.
79. Li J, Li H, Fok AS, Watts DC. Multiple correlations of material parameters of light-cured dental composites. *Dent Mater.* 2009;25(7):829-36.
80. Boivin G, Bala Y, Doublier A, Farlay D, Ste-Marie LG, Meunier PJ, et al. The role of mineralization and organic matrix in the microhardness of bone tissue from controls and osteoporotic patients. *Bone.* 2008;43(3):532-8.
81. Riches PE, Everitt NM, Heggie AR, McNally DS. Microhardness anisotropy of lamellar bone. *J Biomech.* 1997;30(10):1059-61.
82. Riches PE, Everitt NM, McNally DS. Knoop microhardness anisotropy of the ovine radius. *J Biomech.* 2000;33(12):1551-7.
83. Jun SK, Kim DA, Goo HJ, Lee HH. Investigation of the correlation between the different mechanical properties of resin composites. *Dent Mater J.* 2013;32(1):48-57.
84. Greenwood JH, Rose PG. Compressive behaviour of Kevlar 49 fibres and composites. *Journal of Materials Science.* 1974;9(11):1809-14.
85. Chai YC, Carlier A, Bolander J, Roberts SJ, Geris L, Schrooten J, et al. Current views on calcium phosphate osteogenicity and the translation into effective bone regeneration strategies. *Acta Biomater.* 2012;8(11):3876-87.
86. Katchburian E, Arana V. *Histologia e embriologia oral: texto - atlas - correlações clínicas.* 2 ed. Buenos Aires: Médica Panamericana; 2004. 372 p.
87. Reznikov N, Shahar R, Weiner S. Bone hierarchical structure in three dimensions. *Acta Biomater.* 2014;10(9):3815-26.
88. Weiner S, Wagner HD. The material bone: Structure mechanical function relations. *Annual Review of Materials Science.* 1998;28:271-98.
89. Weiner S, Arad T, Sabanay I, Traub W. Rotated plywood structure of primary lamellar bone in the rat: orientations of the collagen fibril arrays. *Bone.* 1997;20(6):509-14.

90. Katsamenis OL, Chong HM, Andriotis OG, Thurner PJ. Load-bearing in cortical bone microstructure: Selective stiffening and heterogeneous strain distribution at the lamellar level. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2013;17:152-65.
91. Derkx P, Nigg AL, Bosman FT, Birkenhager-Frenkel DH, Houtsmuller AB, Pols HA, et al. Immunolocalization and quantification of noncollagenous bone matrix proteins in methylmethacrylate-embedded adult human bone in combination with histomorphometry. *Bone*. 1998;22(4):367-73.
92. Fantner GE, Hassenkam T, Kindt JH, Weaver JC, Birkedal H, Pechenik L, et al. Sacrificial bonds and hidden length dissipate energy as mineralized fibrils separate during bone fracture. *Nat Mater*. 2005;4(8):612-6.
93. Ascenzi A, Baschieri P, Benvenuti A. The bending properties of single osteons. *J Biomech*. 1990;23(8):763-71.
94. Goncalves F, Kawano Y, Braga RR. Contraction stress related to composite inorganic content. *Dent Mater*. 2010;26(7):704-9.
95. Goncalves F, Pfeifer CS, Ferracane JL, Braga RR. Contraction stress determinants in dimethacrylate composites. *J Dent Res*. 2008;87(4):367-71.
96. Kim KH, Ong JL, Okuno O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *J Prosthet Dent*. 2002;87(6):642-9.
97. Ilie N, Hickel R. Investigations on mechanical behaviour of dental composites. *Clin Oral Investig*. 2009;13(4):427-38.
98. Braga RR, Yamamoto T, Tyler K, Boaro LC, Ferracane JL, Swain MV. A comparative study between crack analysis and a mechanical test for assessing the polymerization stress of restorative composites. *Dent Mater*. 2012;28(6):632-41.
99. Rodrigues Junior SA, Zanchi CH, Carvalho RV, Demarco FF. Flexural strength and modulus of elasticity of different types of resin-based composites. *Braz Oral Res*. 2007;21(1):16-21.
100. Sabbagh J, Vreven J, Leloup G. Dynamic and static moduli of elasticity of resin-based materials. *Dent Mater*. 2002;18(1):64-71.
101. Chabrier F, Lloyd CH, Scrimgeour SN. Measurement at low strain rates of the elastic properties of dental polymeric materials. *Dent Mater*. 1999;15(1):33-8.
102. Papadogiannis DY, Lakes RS, Papadogiannis Y, Palaghias G, Helvatjoglu-Antoniades M. The effect of temperature on the viscoelastic properties of nano-hybrid composites. *Dent Mater*. 2008;24(2):257-66.

103. Papadogiannis D, Tolidis K, Lakes R, Papadogiannis Y. Viscoelastic properties of low-shrinking composite resins compared to packable composite resins. *Dent Mater J*. 2011;30(3):350-7.
104. Hooi P, Addison O, Fleming GJ. Can a soda-lime glass be used to demonstrate how patterns of strength dependence are influenced by pre-cementation and resin-cementation variables? *J Dent*. 2013;41(1):24-30.
105. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dent Mater*. 2007;23(1):51-9.
106. Chattah NL, Sharir A, Weiner S, Shahar R. Determining the elastic modulus of mouse cortical bone using electronic speckle pattern interferometry (ESPI) and micro computed tomography: a new approach for characterizing small-bone material properties. *Bone*. 2009;45(1):84-90.
107. Feng L, Jasiuk I. Effect of specimen geometry on tensile strength of cortical bone. *J Biomed Mater Res A*. 2010;95(2):580-7.
108. Yu B, Zhao GF, Lim JI, Lee YK. Compressive mechanical properties of bovine cortical bone under varied loading rates. *Proc Inst Mech Eng H*. 2011;225(10):941-7.

ANEXO A**Termo de isenção emitido pelo comitê de ética**

Universidade de São Paulo
Faculdade de Odontologia
Comissão de Ética no Uso de Animais - CEUA

CERTIFICADO

Certificamos que o Protocolo CEUA/FOUSP No 10/2013 referente ao projeto intitulado "**Métodos para medir propriedades mecânicas de tecido ósseo**" sob a responsabilidade de execução do(a) Prof(a). Dr(a). **Rafael Yague Ballester**, do qual participa o(s) aluno(s) **Lucas Vinicius Sansana Pabis**, foi analisado na presente data e considerado isento de análise da Comissão de Ética no Uso de Animais/CEUA por utilizar ossos bovinos, suínos e de ratos.

São Paulo, 21 de maio de 2013.

Prof. Dr. João Gualberto de Cerqueira Luz
Coordenador do CEUA/FOUSP