

# AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DE ENSAIO DE DUREZA DINÂMICA EM ESTRUTURAS DENTÁRIAS E COMPÓSITO RESINOSO RESTAURADOR\*

Ágatha Borges Teixeira<sup>1</sup>  
Tereza Cristina Favieri Melo-Silva<sup>2</sup>  
Cláudio Luís de Melo-Silva<sup>3</sup>  
Eric Costa Carvalho<sup>4</sup>  
Adriana Marques Nunes<sup>5</sup>  
Jayme Pereira Gouvêa<sup>6</sup>

## Resumo

O objetivo deste estudo foi entender e padronizar os parâmetros de carga utilizados em ensaios de dureza dinâmica em escala micrométrica para materiais biológicos (dentina) e materiais restauradores (compósito resinoso). Para os ensaios dos tecidos biológicos foram utilizados terceiros molares humanos inclusos, cortados no sentido longitudinal, polidos e embutidos em resina acrílica. O compósito resinoso nanoparticulado utilizado possui o nome comercial Filtek Z350 XT, tendo sido condensada em uma matriz retangular. Devido às propriedades viscoelásticas tanto da dentina quanto do material restaurador, parâmetros como carga e tempo de permanência da penetração poderiam influenciar nos resultados obtidos. Analisou-se visualmente os padrões de imagem de impressão resultantes dos ensaios, tendo sido então padronizado valores de carga e tempo de permanência de 500mN e 0s e 1N e 15s, para a dentina e o compósito respectivamente, devido a forma correta do formato do penetrador na impressão. Na dentina foi possível observar que o material aparentemente não sofria alterações quando cargas mais altas eram aplicadas, diferente de quando eram utilizadas cargas mais baixas. Concluindo-se assim que valores diferentes de carga e tempo de permanência do penetrador podem gerar valores diferentes de módulo de elasticidade nas estruturas viscoelásticas estudadas.

**Palavras-chave:** Compósito resinoso; Ensaio de dureza; Módulo de elasticidade; Dentina.

## EVALUATION OF DYNAMIC HARDNESS TEST PARAMETERS IN DENTAL STRUCTURES AND RESIN RESTORATIVE COMPOSITE

### Abstract

The aim of this study was to understand and standardize the load parameters used in dynamic micrometer scale hardness tests for biological materials (dentin) and restorative materials (resin composite). For the biological tissue assays, third human molars included were used, cut lengthwise, polished and embedded in acrylic resin. The nanoparticulate resin composite used has the trade name Filtek Z350 XT and has been condensed into a rectangular matrix. Due to the viscoelastic properties of both dentin and restorative material, parameters such as loading and residence time of penetration could influence the results obtained. The print image patterns resulting from the tests were visually analyzed, and loading and residence times of 500mN and 0s and 1N and 15s were standardized for the dentin and composite respectively, due to the correct shape of the penetrator shape on the print. In the dentin it was possible to observe that the material apparently did not change when higher loads were applied,

different from when lower loads were used. It is concluded that different values of load and residence time of the penetrator can generate different values of modulus of elasticity in the studied viscoelastic structures.

**Keywords:** Composite Resin; Hardness test; Modulus of elasticity; Dentin.

- <sup>1</sup> Engenharia Mecânica, Mestre em Engenharia de Materiais, Doutoranda, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal Fluminense, R. 12 - Vila Santa Cecília, Volta Redonda- RJ, Brasil.
- <sup>2</sup> Odontologia, Doutora em Engenharia Metalúrgica, Professora Responsável, Odontologia, UniFOA – Centro Universitário Volta Redonda, Volta Redonda, Rio de Janeiro e Brasil.
- <sup>3</sup> Odontologia, Doutor em Engenharia Metalúrgica, Professor Responsável, Odontologia, UniFOA – Centro Universitário Volta Redonda, Volta Redonda, Rio de Janeiro e Brasil.
- <sup>4</sup> Engenharia de Produção, Mestre em Engenharia Metalúrgica, Doutorando, Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, Rio de Janeiro, Brasil.
- <sup>5</sup> Odontologia, Mestre em Odontologia, Doutoranda, Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, Rio de Janeiro e Brasil.
- <sup>6</sup> Engenharia Mecânica, Doutor em Engenharia Mecânica, Professor Titular, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, Rio de Janeiro e Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

O elemento dentário como um todo é exposto a uma grande variedade de cargas, desde os esforços mastigatórios, oclusão com dentes antagonistas até a tensão de materiais restauradores, após um tratamento reabilitador. Portanto, o conhecimento da estrutura e das propriedades mecânicas como dureza e módulo de elasticidade, permite compreender de forma adequada a relação da propriedade mecânica entre estrutura biológica e material restaurador com a finalidade de confeccionar restaurações duradouras com interfaces duradouras e previsíveis.

No ensaio de dureza em escala micrométrica faz-se necessário a seleção adequada das cargas de penetração para que os valores de dureza e módulo de elasticidade sejam estáveis e precisos em compósitos resinosos. Soprano[1] elaborou estudos sobre a dureza em resinas dentárias onde cita a importância do tempo de penetração em compósitos resinosos, pois o material citado pode ser classificado como polímero viscoelástico, tendo então a capacidade de possuir certa deformação elástica quando submetido à penetração, logo a alteração na carga de penetração influencia nos resultados obtidos.

Para esses materiais o aumento da taxa de deformação produz alterações nas curvas de tensão-deformação, resultando em diferentes valores de módulo de elasticidade, limite de proporcionalidade e resistência máxima.

Devido à falta de literatura sobre os parâmetros de ensaio utilizados em máquinas de dureza dinâmica para materiais biológicos e restauradores, fez-se necessário este estudo. O objetivo foi entender e padronizar os parâmetros de ensaios mecânicos utilizados na caracterização do módulo de elasticidade do compósito resinoso restaurador e da dentina, variando o efeito da taxa de carga e do tempo de permanência do penetrador na amostra sobre a deformação destas estruturas.

## 2 DESENVOLVIMENTO

### 2.1 Materiais e métodos

#### 2.1.1 Material Biológico

Para realização dos ensaios foram utilizados dentes terceiros molares permanentes inclusos. Os dentes foram obtidos do banco de dentes do UniFOA (Centro Universitário de Volta Redonda), onde são mantidos armazenados hidratados com água numa câmara úmida a 36°C, após o processo de clivagem.

Foi realizado o corte sagital que secciona a parte mesial da distal. O corpo de prova foi seccionado na máquina de corte e após o corte foi embutido em matriz circular com resina acrílica. Devido à necessidade de um acabamento superficial, a amostra foi lixada com lixas de granulação 800, 1000, 1200 e 2000 e em seguida polida com panos autoadesivos e alumina de granulação de 0,5 e 1µm.

Foram feitas medidas seguindo da junção amelodentinária em direção à polpa, do lado bucal do dente. Tendo sido utilizado a variação de carga de 100 a 600mN. A partir destas leituras foi avaliado o efeito da carga na deformação estrutural, e se essa variável influenciava no valor do módulo de elasticidade.

#### 2.1.2 Material Restaurador

O compósito resinoso empregado possui nome comercial: Filtek Z350XT da fabricante 3M sendo ele nanoparticulado na cor A2. Os corpos de prova utilizados neste ensaio foram confeccionados com medidas de 10x10x2mm e embutidos em

uma matriz circular plástica com resina acrílica autopolimerizável. Depois de confeccionadas cada amostra foi polida na politriz com lixa de carbeto de silício de 600, 1200 e de 2000.

Foi realizado o ensaio de dureza em escala micrométrica, seguindo os parâmetros explícitados na norma ASTM E-384-99 [2].

O ensaio de dureza Vickers foi realizado no equipamento Ultramicrodurômetro (SHIMADZU, do modelo: DUH-211 – Dynamic Ultra Micro HardnessTester) foi feito em escala micrométrica dez medidas, seguindo os seguintes parâmetros: Carga 1 N, hold time 15 s e coeficiente de Poisson 0,3.

## 2.2 Resultados e discussão

### 2.2.1 Material Biológico

Avaliou-se a dentina como um material viscoelástico, o que significa também que a recuperação elástica não é instantânea. Essa propriedade do material influencia diretamente em resultados de ensaio como o de dureza, onde o retorno elástico pode causar uma leitura incorreta das diagonais da impressão feita no corpo de prova, e conseqüentemente valores contraditórios de módulo de elasticidade e dureza do material. Essa propriedade provém da matriz de colágeno existente na composição da dentina.

A Tabela 1 demonstra os valores de módulo de elasticidade oriundos da variação de carga, e a figura 1 expõe um gráfico de força x profundidade obtido dos ensaios.

**Tabela 1.** Valores de módulo de elasticidade resultantes da variação de carga na dentina.

Carga (mN)	Hold time (s)	E (GPa)
100	0	21
200	0	19
300	0	17
400	0	16
500	0	16
600	0	15

Em todas as impressões avaliadas, independente do valor de carga aplicada não foi verificado qualquer dano estrutural à amostra. Foi então selecionada a carga que possuía a impressão mais condizente com o ideal, tendo as diagonais visualmente nítidas, dado que valores de carga mais baixos poderiam gerar valores de módulo de elasticidade divergentes devido ao retorno elástico. Tendo sido então a carga de 500mN selecionada.

O tempo de permanência da carga pode ser definido como o tempo em que o aparelho mantém o penetrador fixo na amostra antes de realizar o descarregamento da força aplicada. Neste teste não foram observadas variações significativas com relação ao módulo de elasticidade, como pode ser observado na Tabela 2. Esse resultado corrobora com aqueles encontrados por Chuenarrom [3] onde o tempo de ensaio em dentina também não influenciou nos valores do ensaio de dureza Vickers.

Os valores encontrados na Tabela 2 demonstram também uma estabilidade nos resultados obtidos utilizando a carga selecionada anteriormente de 500mN. Optou-se então pelo tempo de permanência de 0s apenas para agilizar o progresso do ensaio.

**Tabela 2.** Valores de módulo de elasticidade resultantes da variação de tempo de permanência da carga na dentina.

Carga (mN)	Hold time (s)	E (GPa)
500	10	14
500	20	14
500	30	14
500	40	13
500	50	13
500	100	13
500	200	14

### 2.2.2 Material Restaurador

A propriedade viscoelástica também está presente nos compósitos resinosos. Dado o comportamento do material a ser ensaiado, foi utilizado o tempo de permanência 15s, ou seja, a fim de se diminuir as alterações dos valores de módulo de elasticidade decorrentes da deformação elástica, como observado na literatura.

A partir dos dados mostrados na Tabela 3 é possível se notar a uniformidade dos dados obtidos, sendo o módulo de elasticidade da resina igual a 10 GPa. Logo, não se fez então necessário mais medidas variando a carga e o tempo de permanência dado que se trata de um material uniforme, e que os valores encontrados vão de encontro àqueles divulgados pelo fabricante (3M, Espe)[4] e aos encontrados no trabalho de Melo-Silva [5], tendo sido o módulo de elasticidade encontrado pelo fabricante através do ensaio de flexão.

**Tabela 3.** Valores de dureza do compósito resinoso

Seq. De medidas	Módulo de elasticidade (GPa)
1	10
2	10
3	10
4	10
5	10
6	9
7	10
8	9
9	9
10	9
<b>Média</b>	<b>10</b>

### 3 CONCLUSÃO

Concluiu-se que, devido às propriedades viscoelásticas encontradas na dentina, cargas mais altas geram resultados mais uniformes, tendo sido escolhida como parâmetro a carga de 500 mN, pois a imagem gerada foi mais nítida e se aproximava melhor à base quadrada da ponta do penetrador. Optou-se também por esse valor, dado a uniformidade dos valores de módulo de elasticidade encontrados mesmo variando o tempo de permanência do penetrador. Este parâmetro de tempo não influenciou nos resultados encontrados, podendo então ser utilizado qualquer valor de tempo de permanência do penetrador em ensaios. Para o material restaurador, observou-se que a utilização dos parâmetros levantados foram válidos, pois corresponderam aos valores de módulo de elasticidade fornecidos pelo fabricante.

### Agradecimentos

Os sinceros agradecimentos à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelas bolsas de doutorado cedidas ao Programa de Pós Graduação em Engenharia Metalúrgica da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda.

### REFERÊNCIAS

- [1] Soprano V. Estudo de parâmetros para ensaios de microdureza em amálgama de prata, resina composta, dentina e esmalte bovinos. [Dissertação de mestrado], São Paulo: Universidade de São Paulo; 2007.
- [2] American Society for Testing and Materials ASTM E 384-99, Standard test method for microindentation hardness of materials. Annual Book of ASTM Standards, ASTM. 2000; 406-429.
- [3] Chuenarrom C, Benjakul P, Daosodsai P. Effect of Indentation Load and Time on Knoop and Vickers Microhardness Tests for Enamel and Dentin. Materials Research. 2009; 12(4): 473-476.
- [4] 3M Espe, Filtek Z350XT. Universal Restorative System. **Technical product profile Filtek**. St. Paul, 2010.
- [5] Melo-Silva Tcf, Melo-Silva Cl, Carvalho Cf, Teixeira Ab, Carvalho Ec, Carvalho As, et al. Evaluation of Load Parameters and Hold Time of a Vickers Ultra-Micro Hardness Tester for Measure of Hardness and Modulus of Elasticity of Dental Composites. Materials Science Forum. 2018; 912: 130-135.
- [6] Halgaš R, Dusza J, Kaiferová J, Kováčsová L, Markovská N. Nanoindentation testing of human enamel and dentin. Ceram.-Silik. 2013; 57(2):92-99.
- [7] Craig Rg, Gehring Pe, Peyton Fa. Relation of structure to the microhardness of human dentin. J. Dent. Res. 1959; 38:624-630.
- [8] Brauer Ds, Hilton Jf, Marshall Gw, Marshall Sj. Nano- and Micromechanical properties of dentine: Investigation of differences with tooth side. J Biomech. 2011; 44(8):1626-1629.
- [9] Sakaguchi RI, Powers Jm. Craig, Materiais Dentários Restauradores. Rio de Janeiro: Elsevier; 2012.
- [10] Bath-Balogh M, Fehrenbach Mj. Anatomia, Histologia e Embriologia dos Dentes e das Estruturas Orofaciais. São Paulo: Manole; 2008.