

UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

Érlon Grando Merlo

**PROPRIEDADES ELÁSTICAS DA DENTINA
HUMANA E DE UM COMPÓSITO
REFORÇADO POR FIBRAS DE VIDRO
COMO ANÁLOGO**

Passo Fundo

2021

Érlon Grando Merlo

**PROPRIEDADES ELÁSTICAS DA DENTINA
HUMANA E DE UM COMPÓSITO
REFORÇADO POR FIBRAS DE VIDRO
COMO ANÁLOGO**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo, para obtenção do título de Doutor em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica, sob orientação do Prof. Dr. Pedro Henrique Corazza

Passo Fundo

2021



PPG Odonto

Programa de Pós-Graduação em Odontologia
Faculdade de Odontologia - FO

A Comissão Examinadora, abaixo assinada, aprova a Tese de doutorado,

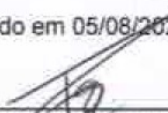
**"Avaliação das propriedades elásticas da dentina humana e de um
compósito reforçado por fibras de vidro"**

Elaborada por


Érlon Grandó Merlo

Como requisito parcial para a obtenção do grau de Doutor em Odontologia
– Área de Concentração em Clínica Odontológica


Aprovado em 05/08/2021, pela Comissão Examinadora:



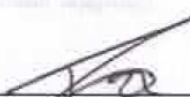
Prof. Dr. Pedro Henrique Corazza
Orientador UPF



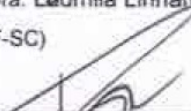
Profa. Dra. Paula Benetti
(UPF)



Profa. Dra. Lúcmila Linhares
(ABCDF-SC)



Profa. Dra. Marina Amaral
(UNITAL)



Prof. Dr. Pedro Henrique Corazza
Coordenador do PPG Odonto

CIP – Catalogação na Publicação

M565p Merlo, Érlon Grando

Propriedades elásticas da dentina humana e de um compósito reforçado por fibras de vidro como análogo [recurso eletrônico] / Érlon Grando Merlo. – 2021.
3.4 Mb : PDF.

Orientador: Prof. Dr. Pedro Henrique Corazza.
Tese (Doutorado em Odontologia) – Universidade de Passo Fundo, 2021.

1. Dentina. 2. Compósito reforçado por fibras – Propriedades mecânicas. 3. Odontologia. I. Corazza, Pedro Henrique, orientador. II. Título.

CDU: 616.314-18

BIOGRAFIA DO AUTOR

Érlon Grando Merlo

Nascido em 13 de junho de 1991 na cidade de Passo Fundo no Rio Grande do Sul, filho de Clemair Fátima Grando Merlo e Erico Merlo. Bacharel em odontologia pela Universidade de Passo Fundo (UPF) em 16 de janeiro de 2016. Mestre em odontologia com área de concentração em clínica odontológica pela Universidade de Passo Fundo (UPF) (2018). Doutorando em odontologia com área de concentração em clínica odontológica pela Universidade de Passo Fundo (UPF) - RS. Pós-graduando em Dentística Restauradora com ênfase em reabilitação estética pela ABCD Florianópolis – SC.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradecer a DEUS pelo dom da vida, és o caminho a verdade e a vida. Agradecer por todas as possibilidades que colocastes em meu caminho, assim como, pelas dificuldades que me ensinaram a persistir e a não desistir dos meus sonhos.

Agradeço à minha família pelo apoio e todo o suporte prestado nesta caminhada que se encerra, com muitas dificuldades, e alegrias também. Obrigado Clemair (mãe), Erico (pai) e Débora (irmã) por me apoiarem, fiquem sabendo que essa vitória é pra vocês. Obrigado meus avós, vó Célia por todas as orações que fizestes para que tudo desse certo em meu caminho. Ao meu avô Albano (*in memoriam*) por ser sempre uma lembrança boa e cuidar de mim lá de cima – o nego conseguiu.

Agradeço ao meu orientador Pedro Henrique Corazza, o “mano”, o qual realmente é mais que um orientador, és um amigo e um irmão. Sou grato pela amizade e pela parceria desenvolvida nesses 5 anos de trabalho entre mestrado e doutorado.

Agradeço aos professores do PPG Odonto (Linha de pesquisa: Materiais dentários): prof. Álvaro Della Bona, Márcia

Borba, Paula Benetti, pelo incentivo, apoio e amizade durante este período. Estendo também o agradecimento a nossa secretária Fabi, que sempre me ajudou, apoiou e torceu muito por mim nestes 5 anos no terceiro andar da FOUPF.

Agradeço ao prof. Lago pelo incentivo e apoio desde o início da minha caminhada na odontologia. Saiba que lhe considero o meu pai na profissão. Estendo também meus agradecimentos a família Lago (Dona Cicera, Caco, Lu, Carol e Matteo) os quais convivo e me sinto em casa, sou grato por todo o apoio.

Não posso deixar de agradecer os professores da UMMC: Jason Griggs e Suzana Salazar Marocho assim como aluno Kartikeya Jodha. Grato pelo apoio prestado para a realização de testes mecânicos em algumas amostras, que certamente, sem a ajuda e conhecimento de vocês, esta pesquisa não seria concretizada.

Aos meus amigos da Família Dall'Acqua: tio Gringo (*in memoriam*), tia Dirce, Dioguinho, Analú, Douglas, Cris, Luigi, Alexia e Diulia, uma família que Deus me deu em vivência. Grato pela torcida e apoio de sempre.

Agradecer também a duas pessoas que são especiais e que considero minhas irmãs: Elisa Rezende (ASB) e Gilda Cañete (colega de especialização). Não há palavras que descreva vocês duas. Sou grato a Deus pela amizade que tenho com cada uma, e grato a vocês pelo apoio, torcida e incentivo.

Agradeço aos professores da minha especialização Dentística Florianópolis (Luiz Narciso Baratieri, Sylvio Monteiro, Jussara Bernardon, Ludmilla Linhares, Larissa Pottmaier e Gabrielle Rauber), grato pelo apoio, incentivo e ensinamento da odontologia que eu acredito.

E por último, agradeço a instituição que me formou, que me fez profissional, que me deu todo o suporte em dez anos e seis meses de estudo (graduação, mestrado e doutorado), que nela realizei muitos dos meus sonhos e criei muitos outros. Sou grato a ti Universidade de Passo Fundo (UPF), pela oportunidade de estudar, me preparar e abrir as portas para um futuro. Tu és grande e terás sempre minha admiração e carinho.

A todos que aqui não foram citados, mas que de alguma forma participaram da minha vida e ainda mais para a conclusão deste projeto: MUITO OBRIGADO!!!

SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS	11
LISTA DE GRÁFICOS	12
LISTA DE FIGURAS	13
LISTA DE ABREVIATURAS	15
RESUMO	16
ABSTRACT	17
1. INTRODUÇÃO	18
2. REVISÃO DE LITERATURA	22
2.1 Propriedades elásticas da dentina humana.....	22
2.2 Substratos análogos da dentina e suas propriedades mecânicas.....	24
2.2.1 Substratos metálicos	24
2.2.2 Resinas compostas	25
2.2.3 Nema Grade G10	30
2.3 Estudos com diferentes tipos de dentina e substratos	35
2.4 Nanoindentação e caracterização das propriedades mecânicas dos materiais	42
3. PROPOSIÇÃO	48
3.1 Objetivo geral	48
3.2 Objetivos específicos.....	48
4. MATERIAIS E MÉTODOS	50
4.1 Obtenção das amostras e armazenamento	52
4.1.1 Dentina humana	52

4.1.2 Compósito reforçado por fibras de vidro (CRFV)	53
4.2 Determinação do módulo elástico de diferentes regiões da dentina humana – Nanoindentação	55
4.3 Propriedades elásticas dos CRFV's - Método Ultrassônico	59
4.3.1 Determinação da densidade (ρ) - Princípio de Arquimedes	59
4.3.2 Determinação do módulo elástico (E) e razão de Poisson (ν)	60
4.4 Microdureza Knoop (HK) dos CRFV's	61
4.5 Ensaio de resistência à Flexão por 3 pontos para determinação do Módulo Elástico	63
4.6 Ensaio de Resistência à flexão biaxial dos CRFV's	66
5. RESULTADOS	69
5.1 Módulo elástico das regiões da dentina humana	69
5.2 Densidade, módulo elástico e razão de Poisson dos CRFV's	73
5.3 Microdureza Knoop dos CRFV's	74
5.4 Resistência e módulo elástico flexural dos CRFV's	74
5.5 Resistência à flexão biaxial dos CRFV's	75
6. DISCUSSÃO	76
6.1 Dentina humana (jovem e avançada)	76
6.2 CRFV's	79
6.3 Comparação dos substratos	81
7. CONCLUSÕES	83
CONSIDERAÇÕES FINAIS	84
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	85
ANEXOS	92
ARTIGO	96

LISTA DE TABELAS

- Tabela 1 – Média, desvio padrão, mediana e intervalos interquartis das diferentes regiões da dentina de idade avançada. Kruskal-Wallis e post hoc de Dunn ($\alpha=0,05$). ($p=0,487$).*
- Tabela 2 – Média, desvio padrão, mediana e intervalos interquartis das diferentes regiões da dentina de idade jovem. Kruskal-Wallis e post hoc de Dunn ($\alpha=0,05$). ($p=0,015$).*
- Tabela 3 - Média e desvio padrão comparativo de todos os valores obtidos para o módulo elástico individual das regiões dentinária de idade jovem e longeva.*
- Tabela 4 - Média e desvio padrão das propriedades mecânicas obtidas para os diferentes tipos de CRFV's. ANOVA Two-way e post hoc de Tukey ($\alpha=0.05$).*
- Tabela 5 - Média de desvio padrão da dureza Knoop (HK) dos CRFV's. ANOVA Two-way e post hoc de Tukey ($\alpha=0.05$).*
- Tabela 6 - Média e desvio padrão da resistência e módulo elástico flexural dos CRFV's. ANOVA Two-way e post hoc de Tukey ($\alpha=0,005$).*
- Tabela 7 - Média e desvio padrão da resistência biaxial dos CRFV's. ANOVA Two-way e post hoc de Tukey ($\alpha=0.05$).*

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Valores de módulo elástico das regiões mensuradas referentes à dentina de idade Longeva.

Gráfico 2 - Valores de módulo elástico das regiões mensuradas referentes à dentina de idade Jovem.

Gráfico 3 - Gráficos comparativos dos módulos elásticos das diferentes regiões das dentinas de idade jovem e avançada. Mann Whitney ($\alpha=0,05$).

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 - Fluxograma metodológico para as amostras de dentina e dos tipos de CRFV,*
- Figura 2 - Barras circulares de CRFV com $\approx 12.7\text{mm}$ de diâmetro.*
- Figura 3 - Desenho Esquemático do processo de pultrusão.*
- Figura 4 - Esquema para obtenção da secção central das amostras dentais para o teste de nanoindentação no substrato dentinário.*
- Figura 5 - Esquema das regiões e áreas analisadas para obtenção do módulo elástico*
- Figura 6 - Gráfico esquemático da obtenção da curva de profundidade de carga em um teste de indentação.*
- Figura 7 - Amostras confeccionadas com 4mm de espessura para o ensaio de microdureza Knoop.*
- Figura 8 - Esquema microdureza Knoop (HK); (A - Amostra; B - Penetrador Knoop; C - Ponta do penetrador Knoop; D - Geometria do penetrador Knoop; L - Comprimento da penetração).*
- Figura 9 - Barras de CRFV's confeccionadas para o ensaio de resistência à flexão por 3 pontos. (25x2x2mm)*

Figura 10 - Dispositivo de ensaio Flexão de 3 pontos; (A - Base; B - Cilindros de apoio com 2mm de diâmetro distantes 11mm; C - Amostra com dimensões 25mm x 2mm x 2mm; D - Cilindro de carga)

Figura 11 - Amostras confeccionadas com 1.2mm de espessura para o ensaio de resistência à flexão biaxial.

Figura 12 - Dispositivo de ensaio Biaxial (A - Base de posicionamento das amostras; B - Pistão de ponta plana e circular com 1.4mm de diâmetro; C - Base de posicionamento das amostras - vista superior; D - Esferas de apoio - 3.2mm de diâmetro equidistantes 5mm).

LISTA DE ABREVIATURAS

CRFV	Compósito Reforçado por Fibra de Vidro
CC	Com Carga
SC	Sem Carga
O	Região Oclusal
OP	Região Ocluso Pulpar
C	Região Cervical
CP	Região Cérvico Pulpar
DP	Desvio padrão
E	Módulo Elástico
ρ	Densidade
ν	Razão/Coeficiente de Poisson
HK	Dureza Knoop
GPa	Giga Pascal
MPa	Mega Pascal
JAD	Junção Amelo Dentinária
JAC	Junção Amelo Cementária
RPM	Rotações por minuto
mm	Milímetros
mm²	Milímetros quadrado
g/cm³	Gramas por centímetro cúbico
\emptyset	Diâmetro

RESUMO¹

Objetivo: Avaliar as propriedades elásticas de dentina humana jovem e com idade avançada e as propriedades mecânicas de um compósito reforçado por fibras (CRFV) com diferentes composições. **Materiais e métodos:** Amostras com 2 mm de espessura de dentes hígidos extraídos foram obtidas de pacientes jovens (18-30 anos) e pacientes com idade avançada (40-60 anos) (n=2) para obtenção do módulo elástico por nanoindentação. Quatro diferentes regiões foram mensuradas: oclusal (O), oclusopulpar (OP), cervical (C) e cérvicopulpar (CP). Os dados avaliados estatisticamente por Kruskal-Wallis e post hoc de Dunn ($\alpha=0,05$). Um compósito reforçado por fibras de vidro obtido pelo processo de pultrusão foi confeccionado em 4 diferentes composições, com mudanças no percentual de fibras de vidro (25% e 40%) e presença (CC) ou não (SC) de carga na matriz, gerando os grupos CRFV-SC25, CRFV-SC40, CRFV-CC25, e CRFV-CC40. As propriedades mecânicas densidade (ρ) (n=5), módulo elástico (E) e razão de Poisson (ν) (n=5), microdureza Knoop (HK) (n=5), resistência por 3 pontos (σ) e módulo elástico flexural (E_f) (n=10) e resistência à flexão biaxial (σ_f) (n=10) foram avaliadas. Os dados foram avaliados estatisticamente por *Anova Two-way* e *post hoc de Tukey* ($\alpha=0,05$). **Resultados:** Os valores médios de módulo elástico obtidos para a dentina com idade avançada variaram de 14,9 GPa a 24,75 GPa, não havendo diferença estatística entre as regiões avaliadas. Os resultados obtidos para a dentina jovem variaram de 3,61 GPa a 25,0 GPa, sendo o menor valor obtido para a região cervical, estatisticamente diferente da região ocluso-pulpar. Houve diferença estatística para a média dos valores de ρ e E dos CRFV's, sendo os maiores valores obtidos para os CRFV's que possuem maior porcentagem de fibras de vidro na composição, independente da presença ou não de carga. Os CRFVs com 40% de fibras de vidro apresentaram maior HK e E_f que os CRFVs 25. Os CRFVs com 25% de fibras de vidro apresentaram maior resistência à flexão biaxial que os CRFVs com 40% de fibras de vidro. **Conclusão:** A dentina jovem e com idade avançada não possuem diferença de módulo de elasticidade. Com exceção da região cervical, não há diferença de módulo elástico nas regiões mensuradas por este estudo. A modificação da composição altera as propriedades mecânicas do CRFV, sendo que o CRFV-CC40 mostrou ser o material mais indicado para substituir a dentina em testes de laboratório.

¹ Érlon Grando Merlo – Doutorando em clínica odontológica PPG Odonto UPF.

ABSTRACT²

Objective: To evaluate the elastic properties of young and old human dentin and mechanical properties of a glass fiber-reinforced composite (GFRC) manufactured with different compositions. **Methods:** Samples with 2-mm of thickness from extracted healthy teeth were obtained from young patients (18-30 years) and old patients (40-60 years) (n=2), and used to obtaining the elastic modulus values by nanoindentation. Four different regions were measured: occlusal (O), pulp occlusion (PO), cervical (C) and pulp cervical (PC). Data were statistically evaluated using Kruskal-Wallis and Dunn's ($\alpha=0.05$) tests. A glass fiber-reinforced composite (GFRC), obtained by the pultrusion process, was manufactured in four different compositions according to the rate of glass fibers (25% or 40%) and with (WF) and without (OF) filler particles in the matrix, generating the experimental groups: GFRC-OF25, GFRC-OF40, GFRC-WF25, GFRC-WF40. Mechanical properties such as density (ρ) (n=5), elastic modulus (E) and Poisson's ratio (ν) (n=5), Knoop microhardness (HK) (n=5), 3-point flexural strength (σ) and flexural elastic modulus (E_f) (n=10), and biaxial strength (σ_f) (n=10) were evaluated. Data were compared using Two-way Anova and Tukey ($\alpha = 0.05$). **Results:** The mean values of elastic modulus obtained for old dentin ranged from 14.9 GPa to 24.75 GPa, with no statistical difference between the regions evaluated. The results obtained for young dentin ranged from 3.61 GPa to 25.0 GPa, with the lowest value obtained for the cervical region, statistically different from the occlusal-pulpal region. There was a statistical difference for the mean of the ρ and E values of the GFRC's, with the highest values obtained for the GFRC's that have a higher percentage of glass fibers in the composition, regardless of the presence or absence of filler particles. CRFVs with 40% of glass fibers had higher HK and E_f than the CRFVs with 25%. CRFVs with 25% of glass fibers had higher biaxial strength than CRFVs with 40% of glass fibers. **Conclusion:** Young and old dentin have no difference in the elastic modulus. With the exception of the cervical region, there is no difference in the elastic modulus of the regions measured in this study. The modification of the composition alters the mechanical properties of GFRC's, and GFRC-WF40 was the most suitable material to simulate dentin in laboratory tests.

² Elastic properties of the human dentin and of a composite reinforced by glass fiber as an analog

1. INTRODUÇÃO

O dente é uma complexa estrutura formada por diferentes tecidos: esmalte, dentina, cimento e polpa (tecido conjuntivo frouxo), sendo esmalte e dentina os tecidos predominantes e de relevância para o desenvolvimento de materiais dentários restauradores com propriedades mecânicas e biológicas semelhantes a eles.

O esmalte dental é formado por cristais de hidroxiapatita (fase mineral - 96%), proteínas (fase orgânica - 3% a 4%) e água (1%) e possui um módulo elástico de ≈ 95 GPa (COELHO & BROMAGE, 2014). Por outro lado, a dentina humana é uma complexa estrutura biológica (MARSHALL JR, 1993; MARSHALL JR *et al.*, 1997), composta por uma fase tubular rica em minerais (70%), denominada dentina peritubular. Ao lado dela, existe uma fase de rede fibrilar rica em colágeno tipo I reforçada com cristais de hidroxiapatita (20%) denominada dentina intertubular (MARSHALL JR *et al.*, 1997; KINNEY *et al.*, 1999; ZISKIND *et al.*, 2011). Cada componente da estrutura dentinária apresenta diferentes propriedades elásticas, tornando a dentina um

material biológico híbrido e anisotrópico (ZISKIND *et al.*, 2011; RYOU *et al.*, 2015; ZAYTSEV *et al.*, 2015).

As diferentes propriedades mecânicas das estruturas dentinárias foram estudadas por muitos autores. Recentemente, Merlo *et al.* (2020), avaliaram as propriedades mecânicas da dentina humana e outros 3 materiais análogos a ela, obtendo um valor para módulo elástico de 21,7 GPa para o substrato humano. Kinney *et al.* (1996), utilizando uma técnica de nanoindentação, constataram que o módulo de Young médio da dentina peritubular é de 29.8 GPa, enquanto que na dentina intertubular os valores variaram entre 17.7 e 21.1 GPa, com os menores valores obtidos para a dentina perto da polpa. Em uma revisão de literatura, Kinney *et al.* (2003) verificaram que os valores de módulo elástico da dentina variam entre 2 e 30 GPa.

No entanto, há duas características da dentina humana que são evidentes nas avaliações da microestrutura. Primeiro, existem variações espaciais na densidade dos túbulos dentinários: a densidade diminui de aproximadamente 60 mil lumens/mm² perto da polpa, para 10 mil lumens/mm² na junção amelodentinária (JAD) (PASHLEY *et al.*, 1985; PASHLEY, 1989). A segunda característica é que a microestrutura da dentina humana é dependente da idade do indivíduo. Há uma redução no diâmetro dos túbulos dentinários com o aumento da idade do indivíduo (AROLA, 2008).

Devido a essas modificações microestruturais, são desconhecidos os reais valores das propriedades elásticas da dentina nas diferentes condições de idade do indivíduo e região de mensuração. Uma das dificuldades atuais para pesquisa com materiais dentários que necessitem a utilização do substrato dentinário humano, pesquisadores tem buscado materiais alternativos com propriedades elásticas semelhantes ao substrato humano. Nos estudos de Clelland *et al.* (2006) e Wang *et al.* (2007), utilizou-se um polímero reforçado por fibras de vidro (Garolite G10), com módulo elástico de 12.6 GPa e razão de Poisson de 0.35, para simular o substrato dentinário durante os testes mecânicos. Posteriormente, Yi e Kelly (2008) e Kelly *et al.* (2010) também utilizaram um polímero de resina epóxi reforçado com fibras de vidro (Nema Grade G10), com módulo elástico de 14.9 GPa e razão de Poisson de 0.31 para substituir o substrato dentinário durante os testes mecânicos. Em outro estudo (MERLO *et al.*, 2020), verificou-se que as resinas ortoftálica e isoftálica, reforçadas por fibras de vidro, também possuem comportamento adesivo e mecânico semelhante ao tecido dentinário.

Portanto, o presente estudo tem como objetivo avaliar o módulo elástico da dentina humana em diferentes regiões, levando em consideração a idade do substrato e caracterizar as propriedades mecânicas de um compósito resinoso reforçado com fibras de vidro (CRFV), realizando modificações na concentração de fibras e

carga, e assim buscar um substrato que tenha propriedades mecânicas semelhantes à determinadas condições de dentina.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Propriedades elásticas da dentina humana

Rasmussen *et al.* (1976), utilizando microscopia eletrônica de varredura e análise fractográfica, investigaram as propriedades de fratura do esmalte e dentina de dentes humanos em função da temperatura e umidade. Para ambos, esmalte e dentina, foram encontradas propriedades mecânicas anisotrópicas. Além disso, existiu pouca variação nas propriedades de fratura quando a temperatura variou entre 0 e 70° C. Os resultados indicaram que a fratura natural dos dentes, provavelmente, não pode ser explicada pela variação dos alimentos quentes e frios durante a mastigação. Além disso, os autores concluíram que, se as superfícies de dentina forem mantidas em uma temperatura abaixo de 100° C durante o preparo cavitário, o dente restaurado não terá sua estrutura mecânica enfraquecida.

Kinney *et al.* (1996) avaliaram, utilizando um microscópio de força atômica especialmente modificado, a dureza da dentina peritubular e intertubular (completamente hidratadas) em dois

diferentes locais do dente: menos de 1 mm da junção amelo dentinária e menos de 1 mm da união entre a dentina e a polpa. A dureza da dentina peritubular totalmente hidratada independeu da localização de mensuração, variando entre 2,2-2,5 GPa. A dureza da dentina intertubular totalmente hidratada foi afetada pela localização sendo significativamente maior perto da junção amelo-dentinária (0,49-0,52 GPa) comparada à união com a polpa (0,12-0,18 GPa). Um penetrador foi utilizado para estimar o módulo de Young da dentina peritubular e intertubular, dessa vez desidratadas. Os valores médios do módulo foram de 29,8 GPa para a dentina peritubular, e 17,7-21,1 GPa para a dentina intertubular, com os menores valores obtidos para dentina perto da polpa.

Kinney *et al.* (1999), estudaram os efeitos da orientação dos túbulos dentinários sobre as propriedades elásticas da dentina. Valores para as constantes elásticas independentes da dentina foram obtidas como concentração dos túbulos, razão de Poisson e módulo de Young da dentina peri e intertubular. Uma técnica de microscopia atômica determinou os módulos de Young das dentinas peri e intertubular como aproximadamente 30 e 15 GPa, respectivamente. Sobre a variação natural da densidade dos túbulos encontrados na dentina, houve uma ligeira variação axial e transversal nos módulos dos cortes não havendo um efeito significativo da orientação tubular. Concluiu-se que a orientação dos túbulos não tem qualquer efeito sobre o comportamento

elástico da dentina, um material isotrópico e contínuo com módulo elástico de aproximadamente 16 GPa e um módulo de cisalhamento de 6,2 GPa.

2.2 Substratos análogos da dentina e suas propriedades mecânicas

2.2.1 Substratos metálicos

Scherrer & De Rijk (1993), avaliaram *in vitro* a resistência a fratura de coroas de cerâmica pura em função do módulo de elasticidade do substrato de suporte. Coroas de cerâmica pura foram cimentadas a três substratos com módulo elástico diferentes, sendo utilizados dois tipos de coroas: com cobertura oclusal e coroa total. A superfície oclusal foi carregada em um teste de compressão com uma esfera de aço de 12,7 mm. A carga de fratura aumentou significativamente com o aumento no módulo de elasticidade dos substratos. O maior aumento foi observado quando apenas a superfície oclusal da coroa foi coberta. A carga de fratura do grupo das restaurações de coroas totais foi mais que o dobro do grupo com cobertura oclusal, quando o substrato tinha baixo módulo de elasticidade. Já para o substrato com módulo de elasticidade alto, a diferença na carga de fratura para as duas configurações não foi significativa.

Webber *et al.* (2003), investigaram o efeito de diferentes espessuras de porcelana de cobertura sobre a carga de compressão

de coroas Procera AllCeram. Para isso, sessenta matrizes de latão foram fabricadas com um preparo padrão com término em chanfro. Sessenta coroas foram fabricadas de acordo com 3 grupos (n=20): (1) coroas Procera com 0,6 mm de infraestrutura com uma cobertura de 0,4mm; (2) coroas Procera com 0,6mm de infraestrutura e 0,9mm de cobertura; (3) coroas In-Ceram com 0,6mm de infraestrutura e 0,9 mm de espessura de cobertura de VitadurAlfa. Todas as coroas foram mensuradas em 4 pontos axiais e 1 local oclusal aleatoriamente antes do glaze. Após, elas foram jateadas e cimentadas sobre os substratos usando Clearfil Newbond, Clearfil Porcelain, e Panavia 21 TC. Após armazenagem em água destilada a 37°C durante 24 horas, as amostras foram colocadas num dispositivo de ensaio de compressão em uma máquina de teste universal, e um pistão de aço inoxidável com 4mm de diâmetro centralmente posicionado na superfície oclusal das coroas. Uma pré-carga axial de 20 N foi aplicada antes do teste de compressão com velocidade de 0,1mm/min até a fratura ocorrer. Uma análise de variância não apresentou diferença estatística significativa na carga de fratura entre os 3 grupos. A carga média de fratura para o Grupo 1 foi 2197,6N±776,4; Grupo 2, 2401,4N±699,1; e Grupo 3, 2581,0N±715,6.

2.2.2 Resinas compostas

Lorenzoni *et al.* (2010), avaliaram o efeito do desenho da

estrutura sobre a vida em fadiga e modo de falha de metalocerâmicas (MC, infraestrutura de Ni-Cr, porcelana de cobertura VMK 95), cerâmicas vítreas infiltradas por alumina e recobertas (ICA, In- Ceram Alumina / VM7) e cerâmicas policristalinas de óxido zircônio estabilizado e recoberto com uma cerâmica de dissilicato de lítio (Y-TZP, IPS e.max ZirCAD / IPS e.max). Sessenta réplicas do dente primeiro molar superior foram confeccionadas em resina composta e preparadas para coroas totais e com infraestrutura modificada (n=10). A fadiga foi aplicada com um pistão de aço (3.18 mm de raio) no centro da superfície oclusal usando carga entre 30 e 300 N até a conclusão de 10^6 ciclos ou falha do corpo de prova. A fadiga era interrompida a cada 125.000 ciclos para avaliação de danos. Análise de distribuição de Weibull foi aplicada e gráficos foram utilizados para examinar as diferenças entre os grupos. O modo de falha foi avaliado por luz polarizada e microscopia eletrônica de varredura. A análise de Weibull demonstrou maiores valores de vida em fadiga de coroas MC independente do desenho da infraestrutura. Não foi observada diferença significativa entre ICA e Y-TZP com ou sem modificação do desenho da infraestrutura. Nenhuma fratura da porcelana de cobertura foi observada nos grupos MC, enquanto que o grupo ICA apresentou fratura e ICA com e sem modificação da infraestrutura fraturou de forma catastrófica principalmente a partir da cerâmica de cobertura. As coroas Y-TZP falharam por

lascamento da cerâmica de cobertura sem fratura da infraestrutura. Concluiu-se que as modificações do desenho da infraestrutura não melhoram a resistência a fadiga dos sistemas de coroas investigados. As coroas Y-TZP com infraestrutura modificada apresentaram uma resistência comparáveis aos grupos MC. O modo de falha variou de acordo com o sistema.

Durand *et al.* (2015), determinaram o efeito da profundidade da cavidade, da espessura da cerâmica e resinas de base com diferentes valores de módulo de elasticidade, nos padrões de tensão de von Mises de inlays. Modelos geométricos tridimensionais foram desenvolvidos com software SolidWorks. Foi aplicada uma carga de 100 N. O padrão de distribuição das tensões foi analisado com diagramas de stress de von Mises. Os valores de tensão máxima de von Mises variaram de 176 MPa a 263 MPa de acordo com os modelos. O maior valor de tensão de von Mises foi encontrado em modelos com base de resina composta com 1 mm de espessura e restaurações indiretas de cerâmica com 1 mm de espessura. Valores intermédios (249-250 MPa) ocorreram em modelos com base de 2mm de espessura de resina composta e restaurações de cerâmica com 1 mm de espessura, bases de resina composta com 1 mm de espessura e restaurações de cerâmica com 2 mm de espessura. Os valores mais baixos foram observados em modelos restaurados exclusivamente com cerâmica (176 MPa a 182 MPa). Verificou-se que inlays mais espessas distribuíram o

stress de forma mais favorável e bases com baixo módulo de elasticidade aumentaram os valores de tensões na superfície interna da inlay cerâmica. O aumento de espessura de cerâmica tende a resultar em uma melhor distribuição de tensões, especialmente quando ligado diretamente nas cavidades sem o uso de materiais de suporte. Quando é necessária a utilização de uma base de compósito, composto de resina com elevado módulo de elasticidade e espessura reduzida deve ser preferido.

Tsujimoto *et al.* (2016), avaliaram a relação entre as propriedades mecânicas e durabilidade da resistência adesiva de uma resina composta reforçada por fibras de vidro. Como controles, resinas compostas micro e nano-híbridas foram testadas. Os adesivos universais utilizados para a união foram Scotchbond Universal, AdheSE Universal, e G- PremioBond. Determinou-se a resistência à flexão, tenacidade à fratura, resistência ao cisalhamento e à fadiga do adesivo universal com as resinas compostas usando tanto condicionamento ácido total, como autocondicionantes. A resina composta reforçada com fibras de vidro apresentou maior tenacidade à fratura do que as resinas compostas micro- híbrida e nano-híbrida. A resistência à flexão das resinas compostas reforçadas com fibras e nano-híbridas foi significativamente menor, comparada às resinas micro híbridas. Quanto aos adesivos, a resistência adesiva ao cisalhamento dos adesivos universais com a resina composta reforçada com fibras foi

estatisticamente semelhante aos mesmos adesivos aplicados nas resinas compostas micro e nano híbridas. A resistência à fadiga dos adesivos universais com a resina composta reforçada com fibra de vidro e resinas compostas micro-híbridas foi significativamente maior comparado aos adesivos aplicados nas resinas compostas nano-híbridas. Os resultados deste estudo sugerem que os compósitos reforçados com fibras de vidro sofrem uma melhora na durabilidade de sua união aos adesivos universais.

Rezvani *et al.* (2016), investigaram o efeito do reforço das nanopartículas de sílica incorporadas à matriz de uma resina composta reforçada com fibras experimental, através da avaliação de sua resistência à flexão. Neste estudo experimental as amostras foram divididas em cinco subgrupos com 0%, 0,2%, 0,5%, 2% e 5% em peso de nanopartículas de sílica em sua matriz (n=10). Teste de flexão de três pontos foi realizado para avaliar a resistência e módulo de flexão. Depois disso, a microestrutura das amostras fraturadas foi avaliada usando microscopia eletrônica de varredura. Os resultados foram analisados com ANOVA e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Os resultados revelaram que as nanopartículas de sílica tiveram um efeito significativo e positivo sobre a resistência e o módulo de flexão ($p < 0,05$), sem diferenças significativas entre 0,2% e 5% em peso de nanopartículas ($p > 0,05$) em ambos os grupos. A incorporação de nanopartículas de sílica a matriz de resina resultou na melhora da resistência à flexão e módulo de

elasticidade do produto.

2.2.3 Nema Grade G10

Clelland *et al.* (2006), avaliaram a influência da rugosidade superficial e a corrosão ácida da interface de cimentação no início da fratura utilizando carga de falha em restaurações cerâmicas cimentadas com cimento resinoso. Discos em camadas foram fabricados usando vidro para simular a porcelana e fibra de vidro para representar a dentina. Estes materiais foram selecionados devido ao seu módulo elástico aproximado para porcelana e dentina. Além disso, o vidro permitiu a visualização do início da trinca. As fatias de vidro com 1,2 mm de espessura foram seccionadas em amostras de 1 mm. As áreas foscas das fatias foram utilizadas como o grupo jateado e as áreas claras foram utilizadas como o grupo liso. Todas as superfícies foram limpas e marcadas. As superfícies preparadas foram divididas em oito grupos e cimentadas aos substratos utilizando Optibond Solo Plus (SDS Kerr, Orange, CA) e cimento resinoso Nexus (SDS Kerr). Os substratos de suporte foram feitos a partir de fatias com espessura de 5 mm de barras de fibra de vidro com 1/2 polegada de diâmetro. As cargas verticais foram aplicadas aos discos com um penetrador esférico de 20 mm a uma velocidade de 0,05 mm/min. Observações foram feitas usando um monitor de vídeo com um aumento de 10x. As magnitudes de carga foram registradas no momento que iniciou

a trinca. A análise paramétrica de Weibull e o teste de razão de semelhança de efeito foram realizados nos dados de carga para determinar diferenças significativas ao nível de 0,05. As cargas de falha variaram de 273,6 a 341,9 N para os espécimes rugosos e de 1056,5 a 2980,2 N para as amostras lisas. De acordo com a análise de sobrevivência paramétrica de Weibull e o teste de razão de semelhança do efeito, a rugosidade superficial e o ataque superficial influenciaram significativamente as cargas início de falha. Superfícies mais suaves toleraram cargas de contato muito maiores antes do início da falha.

Wang *et al.* (2007), analisaram quantitativamente o efeito do cimento resinoso sobre a probabilidade de início da falha a partir da superfície de cimentação de restaurações cerâmicas. Examinaram o possível mecanismo de falhas e o efeito de tensão residual do cimento na superfície da cerâmica. Baseados no modelo de falha em fratura- mecânica, previu-se a probabilidade de falha de discos de vidro-cerâmica ligados a um material com propriedades semelhantes a dentina humana (Garolite G10), simulando a dentina durante a realização do teste de carga de falha. Concluíram assim no estudo, que as previsões teóricas correspondem aos dados experimentais, sugerindo que tanto a ligação do cimento resinoso como a contração têm um papel importante e precisam ser considerados para que ocorram prognósticos precisos.

Yi & Kelly (2008), avaliaram a influência da área de contato do aplicador da carga a uma cerâmica no modo de falha do material, unido a um material análogo a dentina. Discos de porcelana odontológica (0,5 mm, 1,0 mm, e 1,5mm de espessuras) foram cimentados a bases que simularam a dentina, sendo, após isso, carregados com um pistão de alumínio de 1 mm, 2 mm e 3mm de diâmetro até ocorrer a falha. O som da trinca radial da cerâmica foi detectado utilizando o método de emissão acústica. Uma análise de elementos finitos foi utilizada para modelar a experiência e calcular as tensões de falha da cerâmica. Os resultados deste estudo demonstraram que houve diferenças significativas nas cargas de fratura de acordo com a espessura da cerâmica e o diâmetro do pistão ($p < 0,05$; ANOVA e post-hoc de Scheffe). Para todas as espessuras, cargas significativamente maiores foram encontradas com pistão de 3 mm comparado com o de 1 mm. As tensões de fratura obtidas através da análise de elemento finitos, para a porcelana 1 mm de espessura (a partir de cargas médias obtidas em laboratório) foram significativamente diferentes entre os pistões de 1 mm (168MPa) e pistão de 3 mm (60MPa). Assim, concluiu-se que, a espessura da cerâmica e o tamanho da face de contato com o pistão podem ser controlados clinicamente, aumentando assim a capacidade do material em suportar. Estes resultados sugerem ainda que pistões esféricos pequenos não reproduzem o estado de tensão encontrados clinicamente.

Kelly *et al.* (2010), desenvolveram um teste *in vitro* para coroas unitárias de cerâmica que parece imitar o mecanismo de falha e estado de tensão observados clinicamente. O presente estudo comparou as características dos testes tradicionais de carga até a falha de coroas cerâmicas com as falhas clínicas de coroas. Para isso ele utilizou um material análogo a dentina humana (a base de resina epóxi reforçado com fibras de vidro; NEMA grade G10) avaliando o módulo elástico e a resistência de união ao cimento de resinoso, comparando-o à dentina humana hidratada. Duas bases com diferentes módulos elásticos (bases de níquel-cromo e resina composta) foram testados quanto à influência sobre a cargas de falha. Foi examinada a influência da água durante o armazenamento. A influência da taxa de carga cíclica foi examinada (2 Hz, 10 Hz, 20 Hz) com os extremos comparados estatisticamente (teste t; $\alpha = 0,05$). As cargas de falha do material cerâmico foram influenciadas pelo módulo elástico do substrato (teste t; $p < 0,001$). O carregamento cíclico, com presença de água, diminuiu significativamente as cargas de falha (ANOVA; $p=0,003$) em comparação com o carregamento cíclico de armazenamento à seco (350 N vs. 1270 N, respectivamente). O G10 não foi estatisticamente diferente da dentina hidratada quanto ao seu comportamento elástico sob carga e a força de união do cimento resinoso. Concluiu-se, assim, que os métodos e materiais utilizados no estudo têm a capacidade de simular muitos aspectos de falha

clínica.

Dibner & Kelly (2016), avaliaram *in vitro* o efeito da espessura da infraestrutura cerâmica sobre a resistência à fadiga de um sistema de duas camadas de cerâmica. Corpos de prova de dissilicato de lítio/porcelana foram fabricados com espessuras de infraestrutura/cobertura - de 0,5/1,0 milímetros, 0,75/0,75 mm, de 1,0/0,5 mm e 1,5/0,0 milímetros. Todos os corpos de prova foram cimentados em bases de um material análogo à dentina. Cada amostra foi carregada ciclicamente por um pistão de G10 com 2 mm de diâmetro em água. As cargas foram aplicadas a uma frequência de 20 Hz durante 500.000 ciclos. Em caso de falha, o próximo corpo de prova era testado com uma carga menor. Em caso de sobrevivência, a carga era aumentada. Média e desvio padrão de cargas de fadiga para as diferentes espessuras de infraestrutura foram de: 0,5 mm - 610,94 N \pm 130,11; 0,75 mm - 600,0 N \pm 132,80; 1,0 mm - 537,50 N \pm 41,67; 1,5 mm - 501,14 N \pm 70,12. Todos os grupos foram significativamente mais resistentes do que o grupo sem cerâmica de cobertura (ANOVA, $p < 0,001$; 95% post hoc). Trinca cônica foi observada apenas nos 2 grupos de infraestrutura mais fina (teste x, $P < 0,05$), possivelmente indicando tensões residuais. Os resultados indicam que a adição da cerâmica de cobertura em infraestruturas de dissilicato de lítio aumenta a resistência à fadiga do sistema.

2.3 Estudos com diferentes tipos de dentina e substratos

Burrow *et al.* (1994), investigaram a influência de duas variáveis da dentina (profundidade e idade) que poderiam influenciar na resistência de união de 3 sistemas adesivos. Discos de dentina obtida de molares humanos foram preparados e divididas de acordo com a idade (dentina velha e nova), e profundidade (superficial e profunda). Três sistemas adesivos foram utilizados para avaliação da resistência de união à microtração: Scotchbond Multipurpose (3M Dental Products), Superbond D-liner (Sun Medical Co.), And Liner Bond II (Kurrarray Co.). Valores de resistência de união a tração superiores à 10MPa foram obtidas para todos os sistemas adesivos testados. Pela análise estatística aplicada (ANOVA), um efeito sobre a resistência de união à tração pode ser atribuído à idade ou profundidade da dentina somente para o sistema adesivo Superbond D-liner, usado na dentina jovem profunda em comparação com a dentina velha superficial. Todas as outras comparações entre os grupos não mostraram qualquer variação entre a profundidade da dentina ou a idade. No entanto, amostras de dentina mais profunda mostraram valores de resistência de união ligeiramente inferiores à dentina superficial. As observações em MEV mostraram camadas mais espessas impregnadas de resina para Scotchbond MP e Superbond D-liner em comparação com o

Liner Bond II. O Liner Bond II apresentou uma camada híbrida mais fina e difusa, que se acredita ser devido ao diferente método de condicionamento da dentina. Verificou-se, assim, que a idade ou profundidade da dentina não apresentam grande influência nos valores de resistência de união com alguns tipos de sistemas adesivos. Acredita-se que a qualidade da camada híbrida, e não a espessura, seja o fator mais importante para a obtenção de altos valores de resistência de união à tração.

Scherrer *et al.* (1996), avaliaram em um estudo *in vitro*, a resistência à fratura de molares intactos extraídos e associados a três tipos de coroas totalmente cerâmicas (porcelana feldspática, vítrocerâmica e alumina infiltrada por vidro). As coroas cerâmicas foram confeccionadas com uma configuração anatômica simplificada de três cúspides e cimentadas com cimento resinoso, exceto as coroas feldspáticas, que foram cimentadas com cimento de fosfato de zinco. A resistência à fratura foi medida usando um pistão de aço esférico que contactou a superfície oclusal em três pontos. Um total de 40 coroas cerâmicas e 50 terceiros molares superiores extraídos foram testados. A distribuição de Weibull foi aplicada para análise dos dados. Os dentes extraídos intactos foram significativamente mais fortes que os dentes associados a coroas cerâmicas. Das restaurações cerâmicas, as coroas de alumina infiltradas com vidro exibiram a maior resistência à fratura.

Banditmahakun *et al.* (2006), investigaram o efeito de dois

materiais de base com diferentes módulos elásticos (F2000 e Vitrebond) na carga de fratura de restaurações cerâmicas usinadas. Cavidades MOD padronizadas foram preparadas em 18 primeiros ou segundos pré-molares humanos, da região da maxila. Os dentes foram distribuídos aleatoriamente em três grupos (n=6): Grupo 1 (controle: sem base); Grupo 2 (base com um compósito de resina modificada com poliácido: F2000; Grupo 3 (base com cimento de ionômero de vidro modificado por resina: Vitrebond). Os inlays foram fabricados a partir do Vitablocs Mark II utilizando uma máquina de usinagem Cerec II. As inlays foram cimentados com Tetric Ceram e sistema adesivo Syntac, usando a técnica de inserção ultrassônica (USI). Os módulos elásticos transversais estáticos dos materiais de base foram medidos usando um teste de flexão de três pontos. As cargas médias de fratura e os desvios nos Grupos 1, 2 e 3 foram $1,15\pm 0,39$ KN, $1,13\pm 0,36$ KN e $0,58\pm 0,11$ KN, respectivamente. A análise estatística mostrou que a carga média de fratura do Grupo 3 foi significativamente menor que a dos Grupos 1 e 2 ($p < 0,05$). Não houve diferença significativa na carga de fratura entre os Grupos 1 e 2. As médias e desvios-padrão dos módulos elásticos de F2000 e Vitrebond foram de $15,63\pm 0,32$ e $2,16\pm 0,55$ GPa, respectivamente. Os resultados indicaram que a carga de fratura aumentou significativamente com o aumento do módulo de elasticidade de um material de base.

Lopes *et al.* (2011), compararam a resistência de união à

dentina de dentes jovens e velhos utilizando um sistema adesivo de um frasco com dois tempos de condicionamento (15 e 30s), e avaliaram a correlação entre dureza dentinária e resistência de união. Vinte e quatro molares de 18 a 22 anos e 55 a 60 anos de idade foram preparados. Os dentes tiveram sua superfície oclusal removida para exposição do substrato dentinário, e posteriormente foram seccionados sagitalmente e divididos em quatro grupos conforme o tempo de condicionamento (15s e 30s) e a idade da dentina (jovem/Y ou velha/O). Após condicionamento, o adesivo Adper Single Bond (3M ESPE) foi aplicado e o dente restaurado em resina composta (Filtek Z250). Os espécimes foram preparados para o teste de resistência de união a microtração, a uma velocidade de 0.5mm/min, e as interfaces foram observadas em MEV. A dureza Knoop da dentina jovem e velha também foi mensurada. Two-way não mostrou diferença na resistência de união entre dentina jovem e velha. O condicionamento ácido da dentina velha para 15s apresentou uma baixa resistência de união quando comparado com 30s. A dureza dentinária foi maior para dentina velha ($67.0 \pm 4.8\text{KHN}$) que para dentina nova ($63.7 \pm 2.9\text{KHN}$) ($p < 0.004$). Não foi observada correlação entre resistência de união à microtração e dureza dentinária. Os tags de resina foram maiores e mais numerosos para dentina jovem. A camada híbrida formada na dentina intertubular velha foi muito fina. Concluíram, então, que a adesão em dentina velha com 30s de condicionamento resulta em

uma maior resistência de união e em uma camada híbrida mais homogênea que dentina condicionada por 15s.

Facenda *et al.* (2019), avaliaram *in vitro* o comportamento de falha após ciclagem mecânica de um material cerâmico infiltrado por polímero (PICN; VITA ENAMIC) cimentado em diferentes substratos de suporte. Os autores confeccionaram amostras do PICN com 1mm de espessura, obtidos de blocos indicados para sistema CAD-CAM e cimentaram sobre 4 diferentes substratos de suporte (n=20): (1) dentina humana (PICNDen); (2) análogo de dentina (PICNDenAn); (3) liga de níquel-cromo (PICNNiCr); e (4) resina composta mais pino de fibra de vidro (PICNRc). Investigaram também o comportamento de fratura de uma cerâmica feldspática (FelDenAn; VITABLOCS Mark II) e de uma resina composta indireta (ResDenAn; Opallis LAB Resin) cimentadas ao comportamento de fratura de uma cerâmica feldspática (FelDenAn; VITABLOCS Mark II) e de uma resina composta indireta (ResDenAn; Opallis LAB Resin) cimentadas ao substrato análogo da dentina (n=20). Todos os espécimes foram submetidos a ciclagem mecânica utilizando uma máquina de ciclagem pneumática durante 500.000 ciclos à 2 Hz de frequência com 50 N de carga. Os espécimes que não fraturaram durante a ciclagem foram testados sob compressão usando uma máquina de ensaios universal à uma velocidade de 0,5mm/min até que o som da primeira trinca fosse detectado através de um sistema acústico.

Os dados de falha foram avaliados estatisticamente através da análise de Weibull e as falhas classificadas como trinca radial, trinca cônica, fratura combinada e catastrófica. Todos os espécimes FelDenAn foram fraturados durante a ciclagem. Apenas 4 amostras de PICNRc sobreviveram à ciclagem, portanto, os dados de carga à fratura não foram analisados estatisticamente. O grupo PICNNiCr apresentou o maior valor de carga característica (L_0), seguido pelo ResDenAn. Os grupos PICNDenAn e PICNDen apresentaram L_0 similares, mas módulo de Weibull diferentes. FelDenAn e PICNRc tiveram uma maior frequência de trincas radiais, enquanto que o PICNNiCr apresentou falhas cônicas. Os autores concluíram que o substrato de suporte influencia no comportamento de falha do PICN. Quando o substrato apresenta maior módulo elástico que o material restaurador, observa-se melhor comportamento mecânico do sistema.

Merlo *et al.* (2020) caracterizaram um compósito experimental à base de resina reforçada com fibra de vidro e confeccionado em duas matrizes resinosa (GFIR- resina isoftálica; e GFOR- resina ortoftálica). Avaliaram o comportamento mecânico unido a uma cerâmica feldspática, comparando com a dentina humana e um material confeccionado em resina epóxi reforçado com fibras de vidro (Nema G10). A densidade (ρ), o módulo de elasticidade (E) e o coeficiente de Poisson (ν) foram avaliados usando espécimes de 2mm de espessura de GFIR, GFOR,

dentina humana e G10. A resistência à flexão biaxial (δf), a dureza Knoop (HK) e a topografia da superfície em microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram avaliadas para espécimes GFIR e GFOR. G10 também foi testado para δf . Para a resistência adesiva a microtração, espécimes de cerâmica (n=10) foram cimentados a GFIR, GFOR e dentina humana. Cerâmicas também foram obtidas em forma de disco e cimentadas na dentina, GFIR, GFOR e G10 para a resistência à compressão. Os dois diferentes materiais experimentais (GFIR e GFOR) apresentaram valores semelhantes de HK (53,1 e 52,7 GPa), (ν (0,44 e 0,43) e δf (41,2 MPa e 40,7 MPa). Considerando os valores de dentina humana para ρ e E , os valores correspondentes obtidos de GFIR, GFOR e G10 foram diferentes, com os valores de GFOR (ρ :1.9 g/cm³; E_{dry} : 15.1 GPa; E_{wei} : 14.7 GPa) mais próximos da dentina (ρ :2.1 g/cm³ ; E : 21.7 GPa) do que GFIR (ρ :1.9 g/cm³; E_{dry} : 13.1 GPa; E_{wei} : 13.1 GPa) e G10 (ρ :1.9 g/cm³; E_{dry} : 14.9 GPa; E_{wei} : 13.1 GPa). G10 teve estatisticamente maior δf do que GFIR e GFOR. A resistência de união média da cerâmica a GFIR, GFOR e dentina foi estatisticamente semelhante. A carga de fratura da cerâmica cimentada foi influenciada pelo substrato. Os materiais experimentais (GFIR e GFOR) apresentaram características de adesão semelhantes à dentina humana, porém o GFOR mostrou um melhor potencial para ser usado como análogo da dentina.

2.4 Nanoindentação e caracterização das propriedades mecânicas dos materiais

Oliver & Pharr (1992), avaliaram o comportamento de deslocamento de carga de indentação de seis materiais, utilizando um indentador de Berkovich, para estabelecer um método melhorado para determinar a dureza e módulo de elasticidade. Os materiais testados foram sílica fundida, vidro soda-cálcica e cristais individuais de alumina, tungstênio, quartzo e safira. No estudo, verificou-se que as curvas carga/deslocamento durante o descarregamento nestes materiais não são lineares, mesmo nos estágios iniciais, sugerindo assim que a aproximação plana do indentador utilizado com tanta frequência na análise dos dados de descarregamento não é adequada. Além disso, os autores apresentaram uma técnica de análise que explica a curva gerada dos dados de descarga e fornece um procedimento fisicamente justificável para determinar a profundidade que deve ser usada em conjunto com a função da forma do indentador para estabelecer a área de contato na carga de pico. As durezas e módulos elásticos dos seis materiais foram calculados usando o procedimento de análise e comparados com valores determinados por meios independentes para avaliar a precisão do método. Com os resultados obtidos, percebeu-se que os módulos e a dureza dos materiais podem ser medidos com que a técnica correta.

Xu *et al.* (1998), realizaram um estudo de indentação para compreender o comportamento de microfraturas, a deformação e a interação destas com a microestrutura dos dentes humanos, testando a hipótese de que a propagação de trincas é influenciada pelos prismas de esmalte e pela junção amelodentinária (JAD), e as propriedades mecânicas são influenciadas pela orientação dos prismas de esmalte e variação dente- dente. Vinte e oito terceiros molares humanos foram utilizados para a medição da dureza, tenacidade à fratura, módulo de elasticidade e energia absorvida durante a indentação. Examinaram também o efeito da orientação dos prismas de esmalte ao propagar trincas na superfície oclusal e na secção axial em direções paralelas e perpendiculares à superfície oclusal. Os resultados mostraram que as trincas na secção axial do esmalte foram significativamente maiores na direção perpendicular à superfície oclusal do que as paralelas. As trincas que se propagaram em direção à JAD foram sempre interrompidas e incapazes de penetrar na dentina. A tenacidade à fratura do esmalte não foi de valor único, mas variou por um fator de três em função da orientação da haste do esmalte. O módulo elástico do esmalte mostrou uma diferença significativa entre a superfície oclusal e a secção axial. Concluíram, assim, que as trincas interagem fortemente com o JAD e os prismas do esmalte. Além disso, as propriedades mecânicas dos dentes dependem de vários fatores; valores únicos de propriedades (por exemplo, um único valor de

tenacidade ou um único valor de módulo) não devem ser usados sem informações sobre orientação microestrutural.

Hosoya & Marshall (2005), avaliaram a nanodureza e o módulo de elasticidade entre a dentina de dentes decíduos e permanentes, avaliando diferentes regiões (vestibular, lingual, incisal, áreas central e cervical e as regiões externa, média e interna das estruturas). Três pré-molares e três caninos decíduos foram seccionados no sentido vestibulo lingual e três caninos decíduos foram seccionados no sentido mésio distal, paralelamente ao longo eixo do dente. A dureza (H), a dureza plástica (PH) e o módulo de Young (Y) foram mensurados através da técnica de nanoindentação. Os valores de H, PH e Y da dentina decídua dos dentes caninos foram significativamente menores do que os da dentina decídua dos pré-molares na maior parte das regiões das estruturas testadas. Para a dentina dos caninos decíduos, os valores de H e PH da dentina seccionada no sentido mésio distal foram significativamente maiores do que os da dentina seccionada no sentido vestibulo lingual em muitas regiões. A dentina dos caninos decíduos obteve valores de H, PH e Y que diminuíram da região externa para as camadas internas e diferenças significativas foram obtidas entre as áreas verificadas. Para dentina dos pré-molares decíduos, seccionada no sentido mésio distal e vestibulo lingual, os valores de H, PH e Y da área cervical foram significativamente menores que os das áreas incisal e central.

Brauer *et al.* (2008), examinaram o efeito da radiação gama nas propriedades nanomecânicas da dentina e do esmalte de terceiros molares humanos extraídos. Terceiros molares humanos extraídos foram divididos em dois grupos e esterilizados usando doses de radiação gama de 7 kGy e 35 kGy, respectivamente; os dentes do grupo controle não foram esterilizados com radiação gama. Posteriormente a radiação, a porção oclusal dos dentes foi seccionada e regularizadas através de polimento. O módulo elástico e a dureza foram avaliados usando microscopia de força atômica com nano-indentações sob condições úmidas. Neste estudo, não foi encontrado nenhuma relação da dose com o módulo elástico ou a dureza da dentina ou do esmalte. A nanoindentação é uma técnica comum para a determinação de propriedades mecânicas locais em tecidos duros biológicos. A radiação gama é uma maneira eficiente de esterilizar os dentes extraídos enquanto a alteração das propriedades mecânicas da dentina e do esmalte é mínima.

Ziskind *et al.* (2010), desenvolveram um novo procedimento para a preparação e realização de testes mecânico de amostras de biomateriais de tamanhos em pequena escala (micron), como a dentina, para obter as propriedades mecânicas em função da localidade da microestrutura. Utilizaram um laser de pulso curto para confeccionar micropilares de dentina para obter pilares com 16µm de tamanho, para então serem testados individualmente em compressão com um instrumento de nanoindentação com um

penetrador de 30 μ m de largura. O procedimento de preparo das amostras em pilares através de laser, mostrou-se eficaz e confiável. Os dados sobre as propriedades mecânicas foram produzidos primeiramente em um conjunto de micropilares de dentina seca. Esta nova proposta experimental permitiu a preparação e compressão de amostras em escala micrométrica com microestrutura bem definida. Para a dentina, isso significa amostras contendo um número relativamente pequeno de túbulos paralelos bem definidos, com uma orientação distinta em relação à carga aplicada. A capacidade de isolar os efeitos separados dos parâmetros microestruturais nas propriedades mecânicas, através desta metodologia, mostrou ser de grande importância para a futura fundamentação de modelos teóricos.

Ziskind *et al.* (2011), avaliaram o módulo elástico da dentina seca em diferentes regiões através de metodologia de nanoindentação usando dois tipos de experimentos, ambos em um modo de medição de rigidez contínua. Primeiramente, os testes foram realizados radialmente ao longo de linhas retas que atravessam seções de dentina peritubular altamente mineralizada e através de áreas de dentina intertubular menos mineralizada. Esses testes revelaram uma diminuição gradual no módulo elástico da região da dentina peritubular, onde valores de módulo de até ~42 GPa foram obtidos, até valores aproximadamente constantes de ~17 GPa na região da dentina intertubular. Um segundo conjunto de

experimentos de nanoindentação foi realizado na face de um espécime em formato poliedro irregular cortado da região de dentina intertubular, de modo a obter o módulo elástico de amostras de dentina intertubular em diferentes orientações dos túbulos dentinários. Os resultados demonstraram que a região da dentina intertubular pode ser considerada quase isotrópica, com um valor de módulo elástico ligeiramente maior (~22 GPa), quando o eixo da ponta do nanoindentador é paralelo à direção tubular, comparado aos valores (~18 GPa) obtidos quando o eixo da ponta do nanoindentador é perpendicular à direção do túbulo

3. PROPOSIÇÃO

3.1 Objetivo geral

Caracterizar o módulo elástico da dentina humana classificada como jovem e com idade avançada e das propriedades mecânicas de um compósito reforçado por fibras de vidro (CRFV) confeccionado em diferentes composições.

3.2 Objetivos específicos

1º - Caracterizar o módulo elástico de diferentes regiões da dentina humana, através do teste de nanoindentação. A hipótese testada é de que o módulo elástico é diferente de acordo com a região do substrato dentinário.

2º - Caracterizar o módulo elástico da dentina humana obtida de pacientes jovens e com idade avançada, através do teste de nanoindentação. A hipótese testada é de que o módulo elástico é menor em pacientes mais jovens.

3º - Caracterizar as propriedades mecânicas como dureza

Knoop, módulo elástico, razão de Poisson, resistência biaxial, resistência e módulo elástico flexural do CRFV confeccionado em diferentes concentrações de fibras de vidro, com e sem carga. A hipótese testada é que a modificação da composição altera as propriedades deste compósito.

4º - Comparar as propriedades elásticas obtidas para os tipos e regiões da dentina humana e com as dos CRFVs. A hipótese testada é de que um dos materiais testados será o mais indicado para substituir a dentina em testes de laboratório.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização desta pesquisa, um projeto foi qualificado e posteriormente submetido para apreciação do Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade de Passo Fundo (CEP-UPF) e aprovado sob parecer número 4.051.583 (Anexo I).

A metodologia desenvolvida neste trabalho está detalhada nos tópicos subtitulados, porém, para um melhor entendimento do desenvolvimento metodológico a *Figura 1* apresenta um fluxograma do tipo de amostra e os testes mecânicos realizados para obtenção das propriedades.

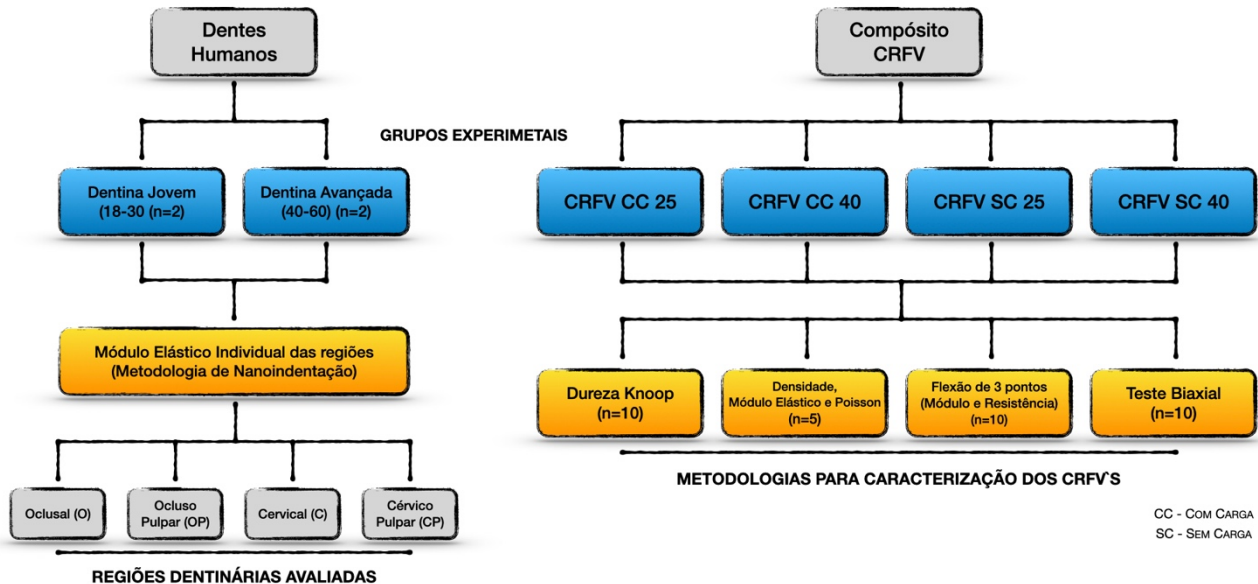


Figura 1 – Fluxograma metodológico para as amostras de dentina e dos tipos de CRFV.

4.1 Obtenção das amostras e armazenamento

4.1.1 Dentina humana

Os dentes humanos utilizados neste estudo foram obtidos de diferentes indivíduos e com indicação clínica para exodontia (doença periodontal grave, razões protéticas, razões ortodônticas, etc.). Os procedimentos cirúrgicos foram realizados em consultório particular na cidade de Passo Fundo - RS e também em ambiente clínico odontológico da Faculdade de Odontologia da UPF. Todo o procedimento cirúrgico foi explicado e detalhado ao paciente, ao qual então foi solicitado a doação do elemento dentário para a realização da pesquisa. As amostras de dentina (n=2) foram obtidas dos seguintes substratos: 2 molares de pacientes com idade entre 40 e 60 anos (dentina avançada) que estavam em função mastigatória; e 2 molares de pacientes com idade entre 18 e 30 anos (dentina jovem), que nunca estiveram em função mastigatória (terceiros molares inclusos).

Após as exodontias, as amostras foram imediatamente lavadas com solução fisiológica 0,9%, e os detritos cirúrgicos (tecidos moles, osso, placa e tártaro dental) removidos com o auxílio de curetas periodontais. Posteriormente, para o armazenamento das amostras, estas foram embebidas novamente em solução fisiológica 0,9%, e então armazenadas em estufa a 37°C até a etapa de confecção dos corpos de prova para posterior

realização dos testes mecânicos.

4.1.2 Compósito reforçado por fibras de vidro (CRFV)

O compósito reforçado por fibras de vidro (ISOCOMPÓSITOS, Três Cachoeiras, RS, Brasil), foi obtido através do processo de pultrusão, no qual as fibras de vidro são saturadas por uma resina termoativada, e progressivamente tensionadas para dentro de uma matriz (SUMERAK, 1997) (Figura 2). Para este estudo foram confeccionadas 4 composições diferentes de CRFV, obtidos de barras circulares $\approx \text{Ø}12.7\text{mm}$ (Figura 3), ambas confeccionadas com uma matriz resinosa isoftálica, modificando a concentração de fibras de vidro (mínima e máxima) com adição e sem adição de carga, resultando assim em 4 substratos sintéticos diferentes dispostos nos seguintes grupos experimentais: CRFV-CC25 (com carga e 25% de fibra); CRFV-CC40 (com carga e 40% de fibra); CRFV-SC25 (sem carga e 25% de fibra); CRFV-SC40 (sem carga e 40% de fibra).

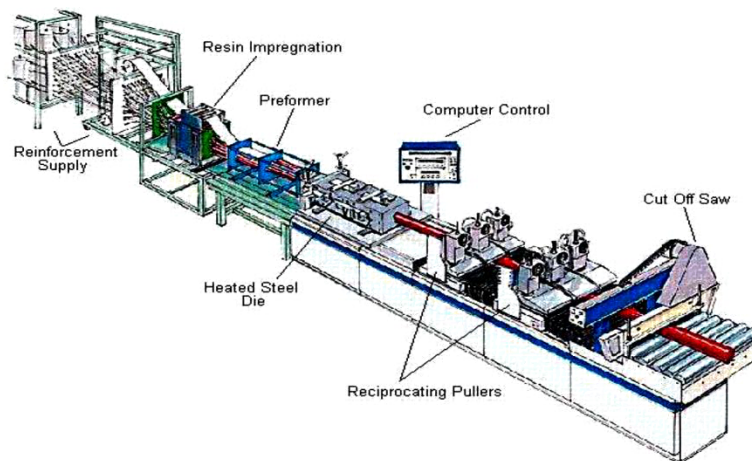


Figura 2 – Esquema do processo de pultrusão.



Figura 3 – Barras circulares de CRFV com $\approx 12.7\text{mm}$ de diâmetro.

4.2 Determinação do módulo elástico de diferentes regiões da dentina humana – Nanoindentação

A metodologia de nanoindentação foi empregada para avaliação do módulo elástico das diferentes regiões do substrato dentinário, seguindo a metodologia proposta por Oliver & Pharr (1992).

Após a obtenção e higienização das amostras dentais, as amostras foram divididas conforme o tipo de dentina: dentina jovem e dentina de idade avançada (n=2). As amostras foram incluídas em um cano de PVC de 20mm de diâmetro, que foi preenchido com resina acrílica quimicamente ativada. Após estabilização das amostras, o conjunto foi levado à uma cortadeira metalográfica (Miniton, Struers APS, Cotia, SP, Brasil) e seccionado com o auxílio de um disco de corte diamantado (IsoMet 15LC, Buehler, EUA), sob velocidade controlada de 150 RPM e refrigeração com água. Esse corte ocorreu no sentido mésio distal, a fim de se obter amostras com 3mm de espessura. Posteriormente, as superfícies das amostras foram regularizadas com o auxílio de lixas d'água de SiC de granulação fina (1200, 2000), até a obtenção final de uma amostra com 2mm de espessura (*Figura 4*). As amostras foram armazenadas em um recipiente contendo água destilada em estufa à uma temperatura de 37°C até a realização do teste.

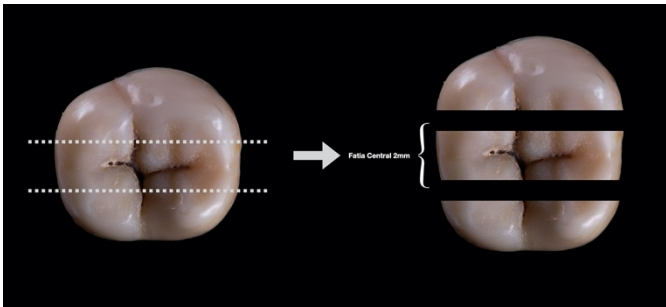


Figura 4 – Esquema de corte para obtenção da secção central das amostras dentais para o teste de nanoindentação no substrato dentinário.

Para a realização do teste, as amostras foram posicionadas em um aparelho microscópico de força atômica (AFM, Bioscope Catalyst, Bruker Corporation, Santa Barbara, CA) contendo um sensor de pico de força QNM (Quantitative Nanomechanical Property Mapping) para calcular o módulo de elasticidade nas diferentes regiões.

Foram realizadas indentações nas seguintes regiões: 3 indentações na região cervical próximo à JAD; 3 indentações na região cervico pulpar; 3 indentações na porção oclusal próximo a JAD, e 3 indentações na porção ocluso pulpar (*Figura 5*). O embasamento teórico para a obtenção do módulo elástico (E), foi guiado pela metodologia descrita por Oliver & Pharr (1992) e Oliver & Pharr (2004).

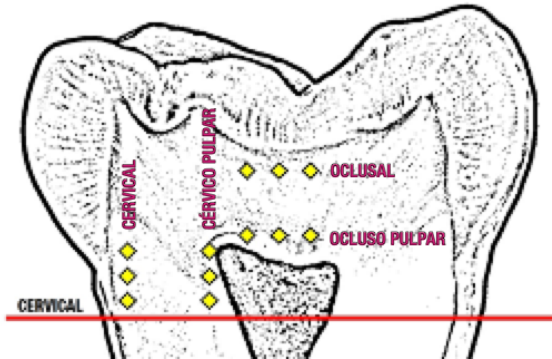


Figura 5 - Esquema das regiões e áreas analisadas para obtenção do módulo elástico.

Para a obtenção do módulo elástico, os parâmetros ilustrados na Figura 6 foram utilizados:

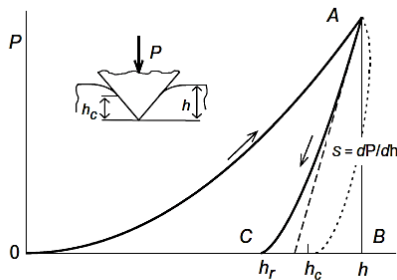


Figura 6 - Gráfico esquemático da obtenção da curva de profundidade de carga em um teste de indentação.

A partir do gráfico, foram obtidos os valores de P que é a carga; h , que é a profundidade total de penetração; h_c , que é a

profundidade de contato; hr , que é a profundidade residual após o descarregamento; e S , que é a rigidez de contato.

Com a obtenção da rigidez de contato e a área projetada da indentação, obteve-se o módulo elástico reduzido (E_r) através da equação (1):

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} S_{max}}{2\beta\sqrt{A}} \quad (1)$$

Onde β é o fator de correção para a forma geométrica do indentedor; neste caso, para o indentedor de Berkovich utilizou-se $\beta = 1.05$. S_{max} é a rigidez de contato e A é a área de contato projetada, também obtida no gráfico.

Calculado o parâmetro de E_r , foi definido o módulo elástico através da equação (2):

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu^2}{E} \quad (2)$$

Onde E_i e ν_i são o módulo elástico e a razão de Poisson do material do indentedor e ν é a razão de Poisson do material penetrado; neste estudo, para o substrato dentinário, utilizou-se $\nu=0.33$.

Os dados foram coletados e avaliados estatisticamente por *Kruskal-Wallis* e *post hoc* de *Dunn* ($\alpha=0,05$). O teste realizado acima contou com a colaboração da professora Susana M. Salazar Marocho, da UMMC (Jackson, EUA).

4.3 Propriedades elásticas dos CRFV's - Método Ultrassônico

4.3.1 Determinação da densidade (ρ) - Princípio de Arquimedes

Para a obtenção da densidade, as barras de CRFV foram posicionadas em uma cortadeira metalográfica (Miniton, Struers APS, Cotia, SP, Brasil) e seccionadas com um disco diamantado (IsoMet 15LC, Buehler, EUA) para obtenção de cinco amostras com aproximadamente 3 mm de espessura de cada composição ($n=5$). Posteriormente, as amostras foram regularizadas com lixas d'água numa sequência de granulometria decrescente (600, 800, 1200, 2000), até a obtenção de uma amostra com faces paralelas e com uma espessura final de 2mm, mensuradas com um paquímetro digital (500-196 30B, Mitutoyo, Japão). A ρ dos substratos foi determinada por meio do Princípio de Arquimedes, seguindo a norma ASTM B962 (2008). Segundo a norma, as massas dos CP's secos e imersos em água destilada são mensuradas em uma balança analítica. A partir disso, a densidade foi calculada a partir da equação (3):

$$\rho = \frac{m_{ar}}{m_{ar} - m_{\acute{a}gua}} \cdot \rho_{\acute{a}gua} \quad (3)$$

Onde m_{ar} e $m_{\acute{a}gua}$ são as massas dos CP's ao ar e imersas em água respectivamente, e $\rho_{\acute{a}gua}$ é a densidade da água em temperatura ambiente.

4.3.2 Determinação do módulo elástico (E) e razão de Poisson (ν)

Após a obtenção da densidade das amostras, o E e ν foram determinados pelo método dinâmico em um aparelho de transmissão de ondas ultrassônicas (pulso-eco) (Pulser- Receiver 5900PR, Panametrics, USA), com o auxílio de dois transdutores de onda, um longitudinal (V208-RM, Panametrics, EUA) e outro transversal (V222-BB-RM, Panametrics, EUA), ambos de 20 MHz. O tempo de voo do pulso ultrassônico foi determinado em um osciloscópio (TDS 1002, Tektronix, EUA). As equações (4) e (5) foram utilizadas para o cálculo das velocidades longitudinal e transversal do pulso ultrassônico:

$$V_T = \frac{2b}{t_T} \quad (4)$$

$$V_L = \frac{2b}{t_L} \quad (5)$$

Onde V é a velocidade, b é a espessura da amostra e t é o tempo de voo do pulso ultrassônico. T e L referem-se as ondas transversais e longitudinais, respectivamente.

Com os valores das velocidades dos transdutores determinados, o E e ν foram obtidos através das equações (6) e (7) propostas na norma ASTM E494-95 (2001):

$$E = \rho \cdot \left(\frac{3 \cdot V_T^2 \cdot V_L^2 - 4 \cdot V_T^4}{V_L^2 - V_T^2} \right) \quad \nu = 0,5 \cdot \frac{V_L^2 - 2 \cdot V_T^2}{V_L^2 - V_T^2}$$

(6)
(7)

Posteriormente a obtenção dos valores das propriedades elásticas, os dados foram avaliados estatisticamente por ANOVA *Two-way* e *post-hoc* de Tukey ($\alpha=0,05$).

4.4 Microdureza Knoop (HK) dos CRFV's

Para mensuração da microdureza Knoop das diferentes composições do CRFV, foram confeccionadas 5 amostras ($n=5$), obtidas com o auxílio de uma cortadeira metalográfica e com as superfícies regularizadas com lixas d'água (600, 1200 e 2000), como descrito previamente, resultando em amostras com espessura final de aproximadamente 4mm (*Figura 7*).



Figura 7 - Amostras confeccionadas com 4mm de espessura para o ensaio de microdureza Knoop.

Posteriormente a padronização das superfícies, as amostras foram posicionadas em um aparelho microdurômetro (Shimadzu HMV-G20ST, Kyoto, Japão) e realizado indentações com penetrador do tipo Knoop (*Figura 8*) utilizando uma carga de 100g com um tempo de penetração de 15s.

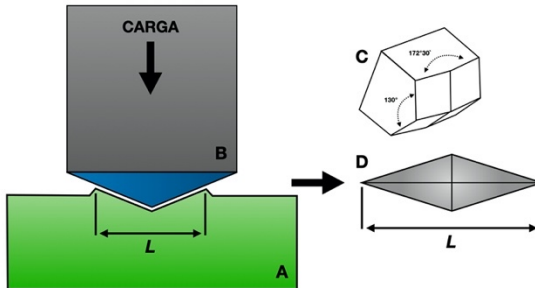


Figura 8 - Esquema microdureza Knoop (HK); (A - Amostra; B - Penetrador Knoop; C - Ponta do penetrador Knoop; D - Geometria do penetrador Knoop; L - Comprimento da penetração).

Dez penetrações foram efetuadas em cada amostra, com uma distância de 1mm entre elas. Os valores resultantes de microdureza foram obtidos através da equação (8), proposta na norma ASTM D1474 (2008):

$$HK = \frac{P}{C_p \cdot L^2} \quad (8)$$

Onde **P** é a carga aplicada em Kgf, **L** é o comprimento da impressão, **C_p** é uma constante de correção ao formato do penetrador (C=0,07028). Posteriormente a obtenção dos dados, estes foram avaliados e as médias de dureza Knoop obtidas para cada composição do CRFV e analisados estatisticamente por ANOVA *Two-way* e *post hoc* de Tukey.

4.5 Ensaio de resistência à Flexão por 3 pontos para determinação do Módulo Elástico

Para a realização da avaliação do módulo elástico através do ensaio de Flexão por 3 pontos, 10 amostras de cada tipo de CRFV (n=10), foram confeccionadas de acordo com a norma ISO 4049 (2009) (CALABRESE *et al.*, 2015), nas dimensões de 25×2×2 mm (comprimento, largura e altura respectivamente).

Os espécimes foram obtidos em uma cortadeira

metalográfica e posteriormente regularizados com lixas d'água em sequência decrescente de granulometria (600, 1200, 2000) (*Figura 9*).



Figura 9 - Barras de CRFV's confeccionadas para o ensaio de resistência à flexão por 3 pontos. (25x2x2mm)

Posteriormente à padronização das amostras, estas foram levadas à uma máquina de ensaio universal e posicionada em um dispositivo de ensaio de resistência à Flexão por 3 pontos (ODEME, Luzerna, SC, Brasil) (*Figura 10*). O dispositivo é composto por dois cilindros de apoio com 2mm de diâmetro, posicionados paralelamente a uma distância de 11mm. Um terceiro cilindro foi centralizado entre os outros dois e conectado a uma célula de carga, onde uma força de compressão foi aplicada em uma máquina de ensaio universal (INSTRON 23-10, São José dos Pinhais, PR, Brasil). O teste foi realizado com uma célula de carga de 500N à uma velocidade de 0.5mm/min e a deformação constante

e a deflexão mensuradas a partir do gráfico de força/tempo gerado pelo software (BLUEHILL 3, Instron, São José dos Pinhais, PR, Brasil) configurado à máquina de ensaios.

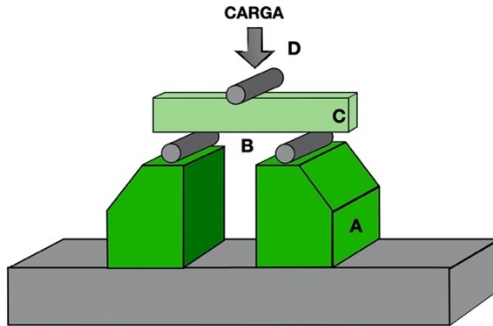


Figura 10 - Dispositivo de ensaio Flexão de 3 pontos; (A - Base; B - Cilindros de apoio com 2mm de diâmetro distantes 11mm; C - Amostra com dimensões 25mm x 2mm x 2mm; D - Cilindro de carga)

Posteriormente ao ensaio mecânico, o módulo elástico foi obtido através da equação (9):

$$E_f = \frac{F \cdot l^3}{4bh^3d} \quad (9)$$

Onde **F** é a carga em Newtons, **l** é a distância em mm dos suportes, **d** é a deflexão em mm na carga **F**, **b** e **h** são a largura e a altura em mm da amostra respectivamente. Posteriormente a coleta

dos dados, os mesmos foram avaliados estatisticamente por ANOVA *Two-way* e post-hoc de Tukey ($\alpha=0,05$).

4.6 Ensaio de Resistência à flexão biaxial dos CRFV's

Para a realização do ensaio de resistência à flexão biaxial, foram confeccionadas 10 amostras de cada grupo dos CRFVs ($n=10$). Para a obtenção das amostras, as barras de CRFVs foram posicionadas em uma cortadeira metalográfica e seccionadas para obtenção de amostras. Estas passaram por um processo de padronização com lixas d'água em ordem decrescente de granulometria (600, 1200, 2000), até a obtenção de amostras com dimensões finais correspondente à 12mm (diâmetro) x 1.2mm (espessura) (*Figura 11*), seguindo o proposto pela norma ISO 4049 (2009).



Figura 11 - Amostras confeccionadas com 1.2mm de espessura para o ensaio de resistência à flexão biaxial.

Para a realização do teste, os discos de CRFV's foram

levados à uma máquina de ensaio universal devidamente equipada com um dispositivo biaxial (ODEME, Luzerna, SC, Brasil) (*Figura 12*), o qual contém uma base com três esferas de aço com diâmetro de aproximadamente de 3.2 mm posicionadas equidistantes em um raio de 5mm controlado por um dispositivo metálico. Um pistão de ponta plana e formato circular com 1.4mm de diâmetro foi, então, posicionado centralmente sobre as amostras.

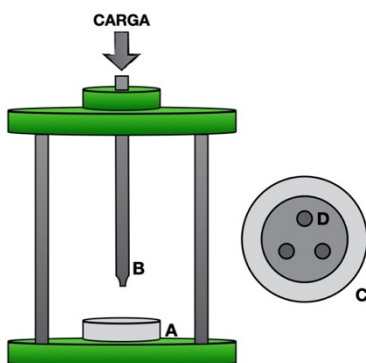


Figura 12 - Dispositivo de ensaio Biaxial (A - Base de posicionamento das amostras; B - Pistão de ponta plana e circular com 1.4mm de diâmetro; C - Base de posicionamento das amostras - vista superior; D - Esferas de apoio - 3.2mm de diâmetro equidistantes 5mm).

A máquina de ensaio universal foi configurada com uma célula de carga de 500N à uma velocidade compressiva de 0,5mm/min. Os dados foram coletados e a resistência à flexão

biaxial calculada através da equação (10):

$$\sigma_f = 0,238 \frac{7P(X - Y)}{b^2} \quad (10)$$

Onde P é a carga de fratura (N); b é a espessura da amostra (mm); X e Y são as seguintes relações:

$$X = (1+\nu) \ln(r_2/r_3) + [(1+\nu)/2](r_2/r_3)^2$$

$$Y = (1+\nu)[1 + \ln(r_1/r_3)^2] + (1-\nu)(r_1/r_3)^2$$

Onde ν é a razão de Poisson do material; r_1 é o raio do dispositivo de suporte (mm); r_2 é o raio da área de carga (mm); r_3 é o raio da amostra (mm). Posteriormente os dados de resistência biaxial foram avaliados estatisticamente por ANOVA *Two-way* e *post-hoc* de Tukey ($\alpha=0,05$).

5. RESULTADOS

5.1 Módulo elástico das regiões da dentina humana

Os resultados para os módulos elásticos das diferentes regiões da dentina jovem e com idade avançada estão dispostos nos *Gráfico 1 e Tabela 1* (idade avançada) e o *Gráfico 2 e Tabela 2* (idade jovem). No *Gráfico 3*, são apresentados os valores comparativos de módulo elástico das regiões testadas. Na *Tabela 3*, é apresentado a média de todos os valores obtidos para os diferentes tipos de dentina.

Nos resultados obtidos, observa-se que os valores médios de módulo elástico obtidos para a dentina avançada variaram de 14,9 GPa a 24,75 GPa, não havendo diferença estatística entre as regiões avaliadas. Os resultados obtidos para a dentina jovem variaram de 3,61 GPa a 25,0 GPa, sendo o menor valor obtido para a região cervical, estatisticamente diferente da região ocluso-pulpar.

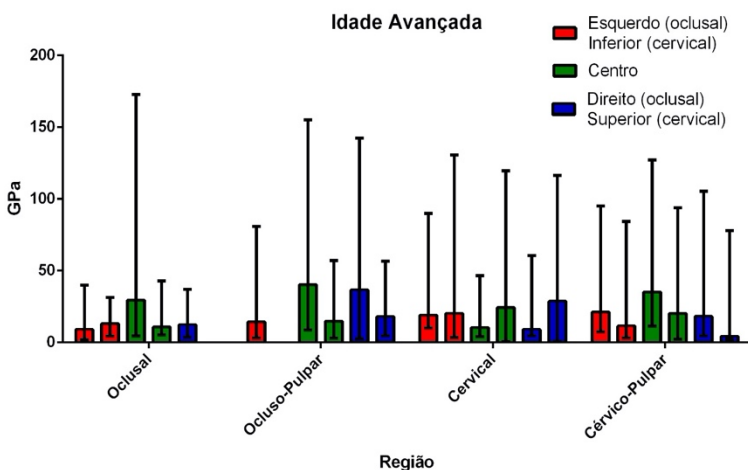


Gráfico 4 - Valores de módulo elástico das regiões mensuradas referentes à dentina de idade avançada.

Tabela 4 – Média, desvio padrão, mediana e intervalos interquartis das diferentes regiões da dentina de idade avançada. Kruskal-Wallis e post hoc de Dunn ($\alpha=0,05$). ($p=0,487$).

MÓDULO ELÁSTICO DAS REGIÕES DE DENTIINA (IDADE AVANÇADA)		
	Média ± DP	Mediana ± IIQ
REGIÃO	Oclusal	14,90 GPa ± 8,29
	Ocluso-Pulpar	24,75 GPa ± 12,59
	Cervical	18,58 GPa ± 7,68
	Cervico-Pulpar	18,36 GPa ± 10,38

*Letras diferentes na coluna indicam diferença estatística.

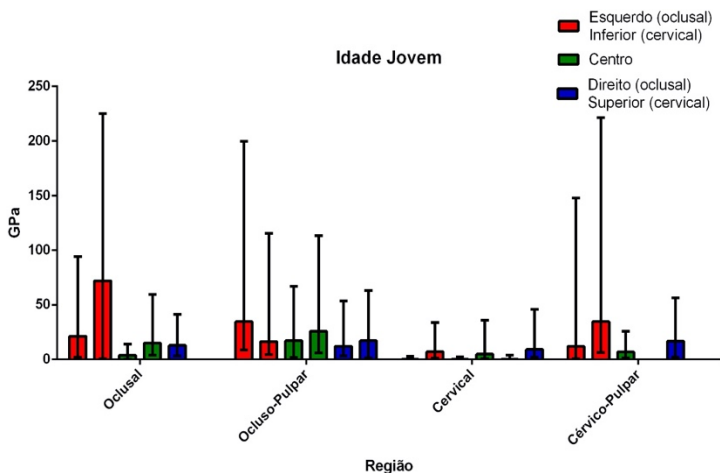


Gráfico 5 - Valores de módulo elástico das regiões mensuradas referentes à dentina de idade jovem.

Tabela 5 – Média, desvio padrão, mediana e intervalos interquartis das diferentes regiões da dentina de idade jovem. Kruskal-Wallis e post hoc de Dunn ($\alpha=0,05$). ($p=0,015$).

MÓDULO ELÁSTICO DAS REGIÕES DE DENTIINA (IDADE JOVEM)			
	Média ± DP	Mediana ± IIQ	
REGIÃO	Oclusal	25,0 GPa ± 27,0	15,0 ± 38,3 AB
	Ocluso-Pulpar	20,50 GPa ± 8,21	17,09 ± 12,64 A
	Cervical	3,61 GPa ± 0,17	2,54 ± 7,36 B
	Cervico-Pulpar	17,48 GPa ± 12,09	14,31 ± 22,07 AB

*Letras diferentes na coluna indicam diferença estatística.

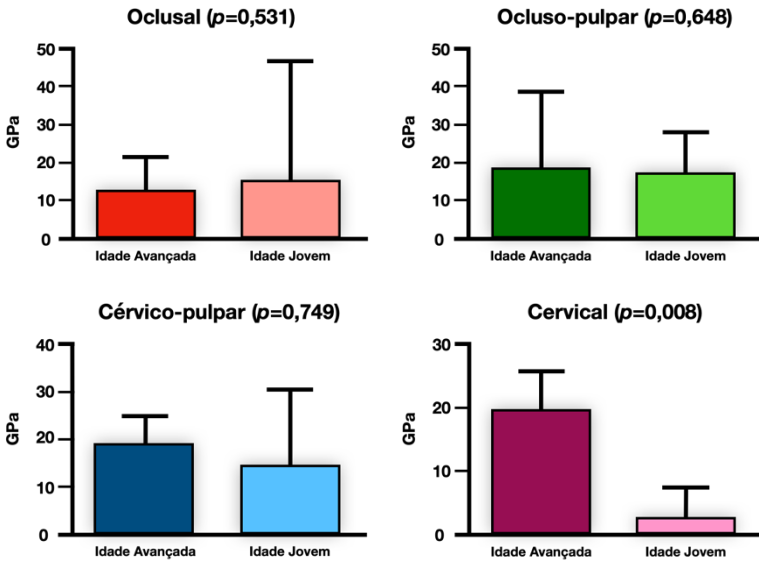


Gráfico 6 - Gráficos comparativos dos módulos elásticos das diferentes regiões das dentinas de idade jovem e avançada. Mann Whitney ($\alpha=0,05$).

Tabela 6 - Média e desvio padrão comparativo de todos os valores obtidos para o módulo elástico individual das regiões dentinárias de idade jovem e avançada.

MÉDIA E DESVIO PADRÃO COMPARATIVO DOS VALORES OBTIDOS		
Tipo de dentina	Média \pm DP	Valor de p
Jovem	19,09 GPa \pm 9,74	0,479
Avançada	16,16 GPa \pm 16,16	

5.2 Densidade, módulo elástico e razão de Poisson dos CRFV's

Os resultados obtidos para as propriedades mecânicas (densidade, módulo elástico e razão de Poisson) das diferentes composições dos CRFV's, estão dispostos na *Tabela 4*. Houve diferença estatística entre os grupos experimentais ($p=0,000$), onde podemos observar que os compósitos que possuem em sua composição uma quantidade maior de fibras de vidro, apresentaram densidade e módulo elástico maiores, independente da presença de carga na matriz.

Tabela 4 - Média e desvio padrão das propriedades mecânicas obtidas para os diferentes tipos de CRFV's. ANOVA Two-way e post hoc de Tukey ($\alpha=0.05$).

GRUPO		PROPRIEDADES MECÂNICAS		
		Densidade (g/cm ³)	Módulo Elástico (GPa)	Razão de Poisson
SEM CARGA	CRFV 25	1,61 ± 0,02 D	11,02 ± 0,78 D	0,45 ± 0,004 A
	CRFV 40	2,14 ± 0,01 A	20,94 ± 1,04 B	0,43 ± 0,002 B
COM CARGA	CRFV 25	1,84 ± 0,02 C	13,22 ± 1,17 C	0,43 ± 0,006 B
	CRFV 40	2,11 ± 0,01 B	23,04 ± 1,01 A	0,41 ± 0,005 C

*Letras diferentes na coluna indicam diferença estatística.

5.3 Microdureza Knoop dos CRFV's

Os resultados de média e desvio padrão para microdureza Knoop (HK) dos CRFV's, estão dispostos na *Tabela 5*. A análise de variância aponta diferença estatística entre os grupos experimentais ($p=0,003$).

Tabela 5 - Média de desvio padrão da dureza Knoop (HK) dos CRFV's. ANOVA Two-way e post hoc de Tukey ($\alpha=0.05$).

DUREZA KNOOP (HK) DOS CRFV's		
Grupo		Média ± DP
SEM	CRFV 25	113, 11 ± 60,92 B
CARGA	CRFV 40	147,33 ± 60,38 A
COM	CRFV 25	111,37 ± 47,30 B
CARGA	CRFV 40	130,72 ± 43,09 AB

*Letras diferentes na coluna indicam diferença estatística.

5.4 Resistência e módulo elástico flexural dos CRFV's

Os resultados obtidos de média e desvio padrão para a resistência e módulo elástico flexural, estão descritos na *Tabela 6*. A análise estatística aponta diferença entre os grupos experimentais ($p=0,000$).

Tabela 6 - Média e desvio padrão da resistência e módulo elástico flexural dos CRFV's. ANOVA Two-way e post hoc de Tukey ($\alpha=0,005$).

RESISTÊNCIA E MÓDULO ELÁSTICO FLEXURAL DOS CRFV's			
Grupo		Resistência Flexural (GPa)	Módulo flexural (GPa)
SEM	CRFV 25	406,2 ± 75,8 C	11,77 ± 3,00 C
CARGA	CRFV 40	502,7 ± 34,0 B	25,14 ± 4,26 A
COM	CRFV 25	552,2 ± 45,3 AB	16,24 ± 1,85 B
CARGA	CRFV 40	563,3 ± 29,7 A	22,32 ± 3,61 A

*Letras diferentes na coluna indicam diferença estatística.

5.5 Resistência à flexão biaxial dos CRFV's

Os resultados estatísticos obtidos para a resistência biaxial dos diferentes compósitos estão dispostos na *Tabela 7*. A análise estatística aponta diferença estatística entre os grupos experimentais ($p=0,000$).

Tabela 7 - Média e desvio padrão da resistência biaxial dos CRFV's. ANOVA Two-way e post hoc de Tukey ($\alpha=0.05$).

RESISTÊNCIA BIAxIAL (GPa) DOS CRFV's		
Grupo		Média ± DP (GPa)
SEM	CRFV 25	134,20 ± 13,85 B
CARGA	CRFV 40	77,49 ± 13,57 D
COM	CRFV 25	182,14 ± 11,95 A
CARGA	CRFV 40	100,93 ± 16,84 C

*Letras diferentes na coluna indicam diferença estatística.

6. DISCUSSÃO

6.1 Dentina humana (jovem e avançada)

O presente estudo objetivou avaliar o módulo elástico individual de diferentes regiões do substrato dentinário obtido de diferentes pacientes, levando em consideração a faixa etária (jovem e avançada), assim como, caracterizar as propriedades mecânicas de um compósito reforçado por fibras de vidro com modificações na composição estrutural, com a finalidade de obtenção de um material sintético com diferentes propriedades e composições para uso como análogo de diferentes substratos dentinário em testes mecânicos com materiais restauradores.

Conhecer as propriedades mecânicas e compreender o comportamento mecânico de cada estrutura dentária é importante para auxiliar no desenvolvimento de novos materiais (MEREDITH *et al.*, 1996; KINNEY *et al.*, 1996; KINNEY *et al.*, 1999; XU *et al.*, 1998; MYIAZAKI *et al.*, 2002). Propriedades mecânicas como módulo elástico e razão de Poisson são importantes para conhecer a resistência à deformação dos materiais e assim compreender o

comportamento mecânico frente à uma deformação. O módulo de elasticidade é considerado a rigidez ou a resistência do material à deformação elástica. Quanto maior for este módulo mais rígido será o material e menor será a deformação elástica resultante de uma tensão (CALLISTER & WILLIAM, 2012). A razão de Poisson é definida como a razão da contração lateral pelo alongamento por uma tensão axial em um sólido (TSCHOEGL *et al.*, 2002).

Cada estrutura dental possui sua composição microscópica, resultando assim, em diferentes materiais biológicos com comportamento e propriedades mecânicas diferentes. A dentina ocupa a maior quantidade na composição estrutural de um elemento dental, sua principal função é absorver e transportar a carga mastigatória sem sofrer nenhum dano permanente (WANG & WEINER, 1998).

A microestrutura da dentina humana é dependente da idade do indivíduo (RYOU *et al.*, 2015). Ocorre uma redução do diâmetro do lúmen dos túbulos (e aumento da espessura da dentina peritubular) com o avanço da idade (WEBER, 1974; VASILADIS *et al.*, 1983). O processo começa na terceira década de vida e parece progredir a uma taxa constante até a oclusão completa dos lúmens (AROLA, 2008). Composta por componentes orgânicos e inorgânicos, é considerada um material biológico híbrido e anisotrópico, ou seja, apresenta propriedades mecânicas diferentes

em toda a sua malha estrutural. A dentina humana é uma complexa estrutura biológica (MARSHALL JR, 1993; MARSHALL JR *et al.*, 1997), composta por uma fase tubular rica em minerais (70%), denominada dentina peritubular. Ao lado dela, existe uma fase de rede fibrilar rica em colágeno tipo I reforçada com cristais de hidroxiapatita (20%) denominada dentina intertubular (MARSHALL JR *et al.*, 1997; KINNEY *et al.*, 1999; ZISKIND *et al.*, 2011). Neste pensamento, o módulo elástico individual para diferentes regiões da dentina foi obtido pela metodologia de nanoindentação descrita por Oliver & Pharr (1992) e Oliver & Pharr (2004). Para a obtenção do módulo elástico das regiões dentinárias no presente estudo, a região mensurada foi a dentina intertubular.

Pode-se observar que os resultados de módulo de elasticidade obtidos para a dentina classificada como avançada não apresentaram diferença estatística para a dentina jovem ($p=0,479$). Mesmo na região ocluso pulpar, onde ocorre deposição de material mineral (hidroxiapatita) e conseqüente redução da câmara pulpar (MURRAY *et al.*, 2002), os resultados de módulo elástico permaneceram bastante semelhantes. Isso permite concluir que o módulo elástico das diferentes regiões da dentina não é influenciado pela idade, rejeitando-se a segunda hipótese do presente estudo.

Uma situação que destoou dos valores obtidos nas diferentes

regiões da dentina foi a região cervical da dentina jovem, onde o módulo elástico obtido para essa região foi de 3,61 GPa. O baixo valor obtido para o módulo elástico desta região pode ser justificado pela ocorrência da indentação interna do túbulo dentinário, resultando em um valor correspondente para o prolongamento dentinário odontoblástico.

Os valores de módulo elástico obtidos para as regiões dentinárias, comprova a grande heterogeneidade do tecido dentinário. Por ser um material bastante heterogêneo, há uma grande inconsistência nos valores de E existentes na literatura. Os valores de E para a dentina variam muito segundo achados da literatura, de 10,4 GPa até valor de 30 GPa, conforme os estudos de Craig & Peyton (1952), Gilmore *et al.* (1969), Huo *et al.* (2000), Palamara *et al.* (2000), Kinney *et al.* (1999), Kinney *et al.* (2001), Merlo *et al.* (2020).

6.2 CRFV's

Na obtenção das propriedades mecânicas dos diferentes tipos do CRFV, ambos confeccionados em diferentes composições por modificação do percentual de fibras de vidro (tipo roving), assim como a presença ou não de carga (carbonatos, silicatos, talco, caulim), observa-se que a densidade e o módulo elástico são maiores nos grupos com alta porcentagem de fibras de vidro na composição. Os valores de módulo elástico foram maiores para os

grupos CRFV-SC40 e CRFV-CC40, 20,94 GPa e 23,04 GPa respectivamente. A presença de carga na matriz influenciou menos no módulo elástico dos materiais, quando comparada com a porcentagem de fibras.

Os resultados obtidos para microdureza Knoop também indicam uma microdureza maior para os compósitos com alto percentual de fibras de vidro. O maior valor foi obtido para o grupo CRFV-SC40 ($147,33 \pm 60,38$), que não foi diferente do grupo CRFV-CC40 ($130,72 \pm 43,09$).

Os resultados obtidos para a resistência flexural por 3 pontos dos CRFV's, demonstram que a adição de carga aumenta a resistência flexural dos materiais, não interferindo muito no módulo elástico flexural. A resistência à flexão por 3 pontos dos CRFV's com menor porcentagem de fibras de vidro sofreu maior influência da presença de carga na matriz, quando comparado com os materiais com maior percentual de fibras de vidro. Ao contrário da resistência flexural, a resistência à flexão biaxial dos CRFV's foi maior para os grupos com baixo percentual de fibras de vidro, sendo o maior valor obtido para o CRFV-CC25 (182,14 GPa). Nesse teste, o sentido de carga foi longitudinal ao sentido das fibras de vidro.

Este estudo obteve o módulo elástico dos tipos de CRFV's através de diferentes metodologias. Para obtenção do módulo elástico flexural, leva-se em consideração as dimensões da amostra

(largura, altura e espessura), a distância no dispositivo de teste e a deflexão do material frente à uma carga. No teste ultrassônico, levando em consideração densidade do material, obtém-se o módulo elástico através da avaliação do tempo de voo de um pulso ultrassônico (MERLO *et al.*, 2020). Por serem metodologias diferentes, os resultados obtidos não são comparáveis; no entanto, a mesma tendência de distribuição de valores ocorreu (Tabela 4 e Tabela 6). Levando em consideração os resultados obtidos, o módulo elástico obtido pelo método ultrassônico apresentou desvio padrão menor para todos os grupos experimentais, com maior homogeneidade dos dados.

6.3 Comparação dos substratos

Os valores obtidos por este estudo nas 4 diferentes regiões da dentina jovem e com idade avançada, variaram de 3,61 GPa a 25 GPa. Considerando essa variação, todos os valores obtidos para os CRFVs estão contidos nesse intervalo e poderiam ser utilizados em testes de laboratório para substituir a dentina humana. Considerando apenas a porção oclusal, que é a região de maior carga mastigatória nos dentes posteriores, os valores de módulo elástico variaram de 14,9 GPa a 25 GPa. Nesse intervalo estão contidos os valores obtidos para os CRFVs com maior percentual de fibras de vidro na composição (CRFV-SC40 e CRFV-CC40), independente da presença de carga na matriz. A presença de carga

na composição melhora a resistência a flexão por 3 pontos do material. O maior número de fibras prejudica a resistência biaxial do material, porém a resistência biaxial do CRFV-CC40 (100,93 GPa) é maior que a resistência do NEMA G10 (84,1 GPa – MERLO *et al.* 2020), obtido previamente por este grupo de estudos.

Com os resultados obtidos por este estudo, o material indicado para trabalhar como análogo da dentina humana é o CRFV-CC40. Em casos de flexão biaxial, pode-se optar pelo CRFV-CC20, pois possui uma maior resistência, porém, sempre considerando seu módulo elástico menor.

Merlo *et al.* (2020), em estudo prévio, obtiveram resultado médio de módulo elástico para dentina humana de 21,7 GPa. Para o presente estudo, obteve-se valores próximos a isso para o CRFV-SC40 (20,94 GPa) e CRFV-CC40 (23,04 GPa). Esta comparação é importante, pois trata-se da obtenção de valores pela mesma metodologia e padronização das amostras. Os resultados semelhantes indicam que os compósitos manufaturados por este estudo podem apresentar comportamento mecânico semelhante a dentina humana.

7. CONCLUSÕES

Diante dos resultados obtidos, pode-se concluir que:

1° - A dentina humana apresenta valores semelhantes para módulo elástico nas regiões mensuradas por este estudo, apresentando diferença estatística somente na região cervical, rejeitando parcialmente a primeira hipótese do presente estudo;

2° - A dentina jovem e com idade avançada não possuem diferença de módulo de elasticidade, rejeitando a segunda hipótese do estudo;

3° - A modificação da composição altera as propriedades mecânicas do CRFV, aceitando a terceira hipótese do estudo;

4° - O CRFV com carga na matriz e com 40% de fibras mostrou ser o material mais indicado para substituir a dentina em testes de laboratório, aceitando a quarta hipótese do estudo.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Através dos resultados obtidos para as regiões dos substratos dentinários por este estudo, o mesmo colabora para um melhor entendimento das propriedades mecânicas e o comportamento da estrutura dentinária durante os esforços mastigatórios. Não distante, a caracterização de um material sintético, neste caso o CRFV confeccionado em diferentes composições, vem para colaborar na busca por materiais análogos do substrato dentinário para uso em testes laboratoriais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AROLA, D. Fracture and aging of dentine. *In*: CURTIS, R. V. e WATSON, T. F. **Dental Biomaterials**. Cambridge: Woodhead Publishing, 2008. p. 314-342.

ASTM B962. Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy Products Using Archimedes' Principle. 2008.

ASTM D1474 Standard test Methods for Indentation Hardness of organic Coatings. 2008.

ASTM E494-95. Standard practice for measuring ultrasonic velocity in materials. 2001.

BRAUER, D. S.; SAEKI, K.; HILTON, J. F.; MARSHALL, G. W.; MARSHALL, S. J. Effect of sterilization by gamma radiation on nano-mechanical properties of teeth. *Dent Mater.* v. 24, n. 8, p. 1137-1140. 2008.

BURROW, M. F.; TAKAKURA, H.; NAKAJIMA, M.; INAI, N.; TAGAMI, J.; TAKATSU, T. The influence of age and depth of dentin on bonding. *Dent Mater.* v. 10, n. 4, p. 241-246. 1994.

CALABRESE, L.; FABIANO, F.; BONACCORSI, L. M.; FABIANO, V.; BORSELLINO, C. Evaluation of the Clinical Impact of ISO 4049 in Comparison with Miniflexural Test on Mechanical Performances of Resin Based Composite. *Int J Biomater.* v. 2015, p. 149798. 2015.

CALLISTER, J. R., WILLIAM D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução.** Rio de Janeiro: LTC, 2012.

CLELLAND, N. L.; WARCHOL, N.; KERBY, R. E.; KATSUBE, N.; SEGHI, R. R. Influence of interface surface conditions on indentation failure of simulated bonded ceramic onlays. *Dent Mater.* v. 22, n. 2, p. 99-106. 2006.

COELHO, P.; BROMAGE, T. Challenges in engineering and testing of dental bioceramics. *In: FERENCZ, J. High strength ceramics: Interdisciplinary perspectives.* New York: Quintessence Publishing, 2014. p. 1-16.

CRAIG, R. G.; PEYTON, F. A. Elastic and mechanical properties of human dentin. *J Dent Res.* v. 37, n. 4, p. 710-718, 1952.

DIBNER, A. C.; KELLY, J. R. Fatigue strength of bilayered ceramics under cyclic loading as a function of core veneer thickness ratios. *J Prosthet Dent.* v. 115, n. 3, p. 335-340. 2016.

DURAND, L. B.; GUIMARÃES, J. C.; MONTEIRO JUNIOR, S.; BARATIERI, L. N. Effect of ceramic thickness and composite bases on stress distribution of inlays-a finite element analysis. *Braz Dent J.* v. 26, n. 2, p. 146-151. 2015.

FACENDA, J. C.; BORBA, M.; BENETTI, P.; DELLA BONA, A.; CORAZZA, P. H. Effect of supporting substrate on the failure behavior of a polymer-infiltrated ceramic network material. *J Prosthet Dent.* v. 121, n. 6, p. 929-934. 2019.

GILMORE, R. S.; POLLACK, R. P.; KATZ, J. L. Elastic properties of bovine dentine and enamel. *Arch Oral Biol.* v.15, n. 8, p. 787-796, 1969.

HOSOYA, Y.; MARSHALL, G. W. The nano-hardness and elastic modulus of sound deciduous canine dentin and young premolar dentin—Preliminary study. *J Mater Sci Mater Med.* v. 16, n. 1, p. 1-8. 2005.

HUO, B.; ZHENG, Q. S.; ZHANG, Q.; WANG, J. D. Effect of dentin tubules to the mechanical properties of dentin. Part II: Experimental study. *Acta Mechan Sinica.* v. 16, n. 1, p. 75-82, 2000.

ISO 6872: Dentistry-ceramic materials. Switzerland: International Organization for Standardization, 2008.

KELLY, J. R.; RUNGRUANGANUNT, P.; HUNTER, B.; VAILATI, F. Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* v. 104, n. 4, p. 228-238. 2010.

KINNEY, J.; BALOOCH, M.; MARSHALL, S.; MARSHALL JR, G.; WEIHS, T. Hardness and Young's modulus of human peritubular and intertubular dentine. *Arch Oral Biol.* v. 41, n. 1, p. 9-13. 1996.

KINNEY, J.; BALOOCH, M.; MARSHALL, G.; MARSHALL, S. A micromechanics model of the elastic properties of human dentine. *Arch Oral Biol.* v. 44, n. 10, p. 813-822. 1999.

KINNEY, J. H.; OLIVEIRA, J., HAUPT, D. L.; MARSHALL, G. W.; MARSHALL, S. J. The spatial arrangement of tubules in human dentin. *J Mater Sci. Mater Med.* v. 12, n. 8, p. 743-751, 2001.

KINNEY, J.; MARSHALL, S.; MARSHALL, G. The mechanical properties of human dentin: a critical review and re-evaluation of the dental literature. *Crit Rev Oral Biol Med.* v. 14, n. 1, p. 13-29. 2003.

LOPES, G. C.; VIEIRA, L. C.; ARAUJO, E.; BRUGGMANN, T.; ZUCCO, J.; OLIVEIRA, G. Effect of dentin age and acid etching time on dentin bonding. *J Adhes Dent.* v. 13, n. 2, p. 139-145. 2011.

LORENZONI, F. C.; MARTINS, L. M.; SILVA, N. R. F. A.; COELHO, P. G.; GUESS, P. C.; BONFANTE, E. A.; THOMPSON, V. P.; BONFANTE, G. Fatigue life and failure modes of crowns systems with a modified framework design. *J Dent.* v. 38, n. 8, p. 626-634. 2010.

MARSHALL JR, G. W. Dentin: Microstructure and characterization. *Quintessence Int.* v. 24, n. 9, p. 606-617. 1993.

MARSHALL JR, G. W.; MARSHALL, S. J.; KINNEY, J. H.; BALOOCH, M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent.* v. 25, n. 6, p. 441-458. 1997.

MEREDITH, N.; SHERRIFF, M.; SETCHELL, D. J.; SWANSON, S. A. V. Measurement of the microhardness and Young's modulus of human enamel and dentine using na indentation technique. *Archs oral Biol.* v. 41, n. 6, p. 539-545, 1996.

MERLO, E. G.; DELLA BONA, A.; GRIGGS, J. A.; JODHA, K. S.; CORAZZA, P. H. Mechanical behavior and adhesive potential of glass fiber-reinforced resin-based composites for use as dentin analogues. *Am J Dent.* v. 33, n. 6, p. 310-314. 2020.

MIYAZAKI, M.; INAGE, M.; ONOSE, H. Use the ultrasonic device for determination of elastic modulus of dentin. *J Oral Sci.* v. 44, n. 1, p. 19-26, 2002.

MURRAY, P. E.; STANLEY, H. R.; MATTHEWS, J.B.; SLOAN, A. J.; SMITH, A. J. Age-related odontometric changes of human teeth. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* v. 93, n. 4, p. 474-482. 2002.

OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res.* v. 7, n. 6, p. 1564-1583. 1992.

OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J Mater Res.* v. 19, n. 1, p. 3-20. 2004.

PALAMARA, J. E.; WILSON, P. R.; THOMAS, C. D.; MESSER, H. H. A new imaging technique for measuring the surface strains applied to dentine. *J Dentist.* v. 28, n. 2, p. 141-146, 2000.

PASHLEY, D.; OKABE, A.; PARHAM, P. The relationship between dentin microhardness and tubule density. *Dent Traumatol.* v. 1, n. 5, p. 176-179. 1985.

PASHLEY, D. H. Dentin: a dynamic substrate--a review. *Scanning Microsc.* v. 3, n. 1, p. 161-174. 1989.

RASMUSSEN, S. T.; PATCHIN, R. E.; SCOTT, D. B.; HEUER, A. H. Fracture properties of human enamel and dentin. *J Dent Res.* v. 55, n. 1, p. 154-164. 1976.

REZVANI, M. B.; ATAI, M.; HAMZE, F.; HAJREZAI, R. The effect of silica nanoparticles on the mechanical properties of fiber-reinforced composite resins. *J Dent Res Dent Clin Dent Prospects.* v. 10, n. 2, p. 112-117. 2016.

RYOU, H.; ROMBERG, E.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. R.; AROLA, D. Importance of age on the dynamic mechanical behavior of intertubular and peritubular dentin. *J Mech Behav Biomed Mater.* v. 42, p. 229-242. 2015.

SCHERRER, S.; DE RIJK, W. The fracture resistance of all-ceramic crowns on supporting structures with different elastic moduli. *Int J Prosthodont.* v. 6, n. 5, p. 462-467. 1993.

SUMERAK, J. E.; The Pultrusion Process for Continuous Automated Manufacture engineered Composite Profiles. In: MALLICK, J. K.; **Composite Engineering Handbook**. New York: Marcel Dekker Inc. 1997. p. 549-577.

TSCHOEGL, N. W.; KNAUSS, W. G.; EMRI, I. Poisson's ratio in linear viscoelasticity – a critical review. *Mech Time Depend Mater.* v. 6, n. 1, p. 3-51, 2002.

TSUJIMOTO, A.; BARKMEIER, W. W.; TAKAMIZAWA, T.; WATANABE, H.; JOHNSON, W. W.; LATTA, M. A.; MIYAZAKI, M. Relationship between mechanical properties and bond durability of short fiber-reinforced resin composite with universal adhesive. *Eur J Oral Sci.* v. 124, n. 5, p. 480-489. 2016.

VASILADIS., L.; DARLING, A.; LEVERS, B. The histology of sclerotic human root dentine. *Arch Oral Biol.* v. 28, n. 8, p. 693–700. 1983.

WANG, R.; WEINER, S. Human root dentin: structural anisotropy and Vickers microhardness isotropy. *Connect Tissue Res.* v. 39, n. 4, p. 269-279. 1998.

WANG, Y.; KATSUBE, N.; SEGHI, R. R.; ROKHLIN, S. I. Statistical failure analysis of adhesive resin cement bonded dental ceramics. *Eng Fract Mech.* v. 74, n. 12, p. 1838-1856. 2007.

WEBER, D. Human dentine sclerosis: a micro radiographic survey. *Arch Oral Biol.* v. 19, n. 2, p. 163– 169. 1974.

WEBBER, B.; MCDONALD, A.; KNOWLES, J. An in vitro study of the compressive load at fracture of Procera AllCeram crowns with varying thickness of veneer porcelain. *J Prosthet Dent.* v. 89, n. 2, p. 154-160. 2003.

XU, H. H.; SMITH, D. T.; JAHANMIR, S.; ROMBERG, E.; KELLY, J. R.; THOMPSON, V. P.; REKOW, E. D. Indentation damage and mechanical properties of human enamel and dentin. *J Dent Res.* v. 77, n. 3, p. 472-480. 1998.

YI, Y. J.; KELLY, J. R. Effect of occlusal contact size on interfacial stresses and failure of a bonded ceramic: FEA and monotonic loading analyses. *Dent Mater.* v. 24, n. 3, p. 403-409. 2008.

ZAYTSEV, D.; IVASHOV, A.; PANFILOV, P. Anisotropy of the mechanical properties of human dentin under shear testing. *Mat Let.* v. 138, p. 219-221. 2015.

ZISKIND, D.; FLEISCHER, S.; ZHANG, K.; COHEN, S. R.; DANIEL WAGNER, H. A novel experimental method for the local mechanical testing of human coronal dentin. *Dent Mater.* v. 26, n. 2, p. 179-184. 2010.

ZISKIND, D.; HASDAY, M.; COHEN, S. R.; WAGNER, H. D. Young's modulus of peritubular and intertubular human dentin by nano-indentation tests. *J Struct Biol.* v. 174, n. 1, p. 23-30. 2011.

ANEXOS

Anexo I - Parecer consubstanciado do CEP

UNIVERSIDADE DE PASSO
FUNDO/ VICE-REITORIA DE
PESQUISA E PÓS-
GRADUAÇÃO - VRPPG/ UPF



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Obtenção das propriedades elásticas da dentina humana em diferentes condições e de um compósito reforçado por diferentes concentrações de fibras de vidro

Pesquisador: Érlon Grando

Área Temática:

Versão: 1

CAAE: 31671920.0.0000.5342

Instituição Proponente: FUNDACAO UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 4.051.583

Apresentação do Projeto:

A estrutura dental é uma complexa estrutura, formada por diferentes tecidos: esmalte, dentina, cimento e polpa (tecido conjuntivo frouxo), sendo esmalte e dentina os tecidos de relevância para o desenvolvimento de materiais dentários restauradores com condições de simular o comportamento mecânico destas estruturas. Apesar da dentina ser caracterizada ao longo dos anos por diversas metodologias, não há um consenso na literatura acerca do real valor do seu módulo elástico.

Objetivo da Pesquisa:

O estudo tem como objetivo caracterizar as propriedades elásticas da dentina humana obtida em diferentes condições clínicas e de um compósito resinoso reforçado com fibras de vidro.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Segundo os pesquisadores, não existem riscos uma vez que todos os materiais biológicos (dentes humanos) utilizados serão devidamente manuseados e obtidos de um banco de dentes. Como benefício este estudo contribuirá para fornecer um substrato análogo à dentina para pesquisas laboratoriais com materiais dentários.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

O estudo é laboratorial com dentes humanos extraídos. Para obtenção das propriedades elásticas

Endereço: BR 285- Km 292 Campus I - Centro Administrativo/Reitoria 4 andar

Bairro: São José

CEP: 99.052-900

UF: RS

Município: PASSO FUNDO

Telefone: (54)3316-8157

E-mail: cep@upf.br

Continuação do Parecer: 4.051.583

da dentina, serão obtidos dentes molares hígidos (n=3) em duas condições: (1) molares em função há mais de 40 anos, e (2) molares inclusos ou em função há menos de 10 anos. Os dentes serão obtidos de um Biobanco. As propriedades elásticas da dentina serão mensuradas pela metodologia de nanoindentação.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

O protocolo foi instruído e apresentado de maneira completa e adequada. Os compromissos do pesquisador e das instituições estavam presentes. O projeto foi considerado claro em seus aspectos éticos, científicos e metodológicos. Dispensa TCLE.

Recomendações:

Após o término da pesquisa, o CEP UPF solicita: a) A devolução dos resultados do estudo aos sujeitos da pesquisa ou a instituição que forneceu os dados; b) Enviar o relatório final da pesquisa, pela plataforma, utilizando a opção, no final da página "Enviar Notificação"+ relatório final.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Diante do exposto, este Comitê, de acordo com as atribuições definidas na Resolução n. 466/12, do Conselho Nacional da Saúde, Ministério da Saúde, Brasil, manifesta-se pela aprovação do projeto de pesquisa na forma como foi proposto.

Considerações Finais a critério do CEP:

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_P ROJETO_1548887.pdf	11/05/2020 11:22:49		Aceito
Folha de Rosto	Folha_de_rosto.pdf	11/05/2020 11:22:06	Érlon Grando	Aceito
Outros	TCUD.pdf	08/05/2020 12:47:42	Érlon Grando	Aceito
Outros	Declaracao_pesquisa_nao_iniciada.pdf	08/05/2020 12:47:14	Érlon Grando	Aceito
Declaração de Manuseio Material Biológico / Biorepositório / Biobanco	Declaracao_banco_de_dentes.pdf	08/05/2020 12:46:50	Érlon Grando	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura	Projeto_Tese_Plataforma.pdf	08/05/2020 12:46:31	Érlon Grando	Aceito

Endereço: BR 285- Km 292 Campus I - Centro Administrativo/Reitoria 4 andar

Bairro: São José

CEP: 99.052-900

UF: RS

Município: PASSO FUNDO

Telefone: (54)3316-8157

E-mail: cep@upf.br

UNIVERSIDADE DE PASSO
FUNDO/ VICE-REITORIA DE
PESQUISA E PÓS-
GRADUAÇÃO - VRPPG/ UPF



Continuação do Parecer: 4.051.583

Investigador	Projeto_Tese_Plataforma.pdf	08/05/2020 12:46:31	Erlon Grando	Aceito
--------------	-----------------------------	------------------------	--------------	--------

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

PASSO FUNDO, 27 de Maio de 2020

Assinado por:
Felipe Cittolin Abal
(Coordenador(a))

Endereço: BR 285- Km 292 Campus I - Centro Administrativo/Reitoria 4 andar

Bairro: São José

CEP: 99.052-900

UF: RS

Município: PASSO FUNDO

Telefone: (54)3316-8157

E-mail: oep@upf.br

ARTIGO

Artigo nas normas Journal of Dentistry

PROPRIEDADES ELÁSTICAS DA DENTINA HUMANA E DE UM COMPÓSITO REFORÇADO POR FIBRAS DE VIDRO COMO ANÁLOGO

**Érlon Grando Merlo, DDS, MSc, PhD¹ / Kartikeya S. Jodha
DDS, MSc, PhD² / Susana Maria S. Marocho, DDS, MSc,
PhD² / Pedro Henrique Corazza, DDS, MSc, PhD¹**

¹ - Post-graduation Program in Dentistry, Dental School, University of Passo Fundo, Campus I, BR 285, Km 171, Passo Fundo, Rio Grande do Sul, Brasil.

² - Biomedical Materials Science, The University of Mississippi Medical Center School of Dentistry, 2500 North State Street, Room D528, Jackson, MS 39216-4505, USA.

Corresponding author

Pedro Henrique Corazza

Post-graduation Program in Dentistry, Dental School, University of Passo Fundo, Campus I, BR 285, Km 171, Passo Fundo, Rio Grande do Sul, Brasil.

ZIP: 99001-970. Tel: +55-54-3316-8395.

e-mail: pedrocorazza@upf.br

Propriedades elásticas da dentina humana e de um compósito reforçado por fibras de vidro como análogo

RESUMO

Objetivo: Avaliar as propriedades elásticas de dentina humana jovem e com idade avançada e as propriedades mecânicas de um compósito reforçado por fibras (CRFV) com diferentes composições. **Métodos:** Amostras com 2 mm de espessura de dentes hígidos extraídos foram obtidas de pacientes jovens (18-30 anos) e pacientes com idade avançada (40-60 anos) (n=2) para obtenção do módulo elástico por nanoindentação. Quatro diferentes regiões foram mensuradas: oclusal (O), oclusopulpar (OP), cervical (C) e cérvicopulpar (CP). Os dados avaliados estatisticamente por Kruskal-Wallis e post hoc de Dunn ($\alpha=0,05$). Um compósito reforçado por fibras de vidro obtido pelo processo de pultrusão foi confeccionado em 4 diferentes composições, com mudanças no percentual de fibras de vidro (25% e 40%) e presença (CC) ou não (SC) de carga na matriz, gerando os grupos CRFV-SC25, CRFV-SC40, CRFV-CC25, e CRFV-CC40. As propriedades mecânicas densidade (ρ) (n=5), módulo elástico (E) e razão de Poisson (ν) (n=5), microdureza Knoop (HK) (n=5), resistência por 3 pontos (σ) e módulo elástico flexural (E_f) (n=10) e resistência à flexão biaxial (σ_f) (n=10) foram avaliadas. Os dados foram avaliados estatisticamente por *Anova Two-way* e *post hoc* de *Tukey* ($\alpha=0,05$). **Resultados:** Os valores médios de módulo elástico obtidos para a dentina com idade avançada variaram de 14,9 GPa a 24,75 GPa, não havendo diferença estatística entre as regiões avaliadas. Os resultados obtidos para a dentina jovem variaram de 3,61 GPa a 25,0 GPa, sendo o menor valor obtido para a região cervical, estatisticamente diferente da região ocluso-pulpar. Houve diferença estatística para a média dos valores de ρ e E dos CRFV's, sendo os maiores valores obtidos para os CRFV's que possuem maior porcentagem de fibras de vidro na composição, independente da presença ou não de carga. Os CRFVs com 40% de fibras de vidro apresentaram maior HK e E_f que os CRFVs 25. Os CRFVs com 25% de fibras de vidro apresentaram maior resistência à flexão biaxial que os CRFVs com 40% de fibras de vidro. **Conclusão:** A dentina jovem e com idade avançada não possuem diferença de módulo de elasticidade. Com exceção da região cervical, não há diferença de módulo elástico nas regiões mensuradas por este estudo. A modificação da composição altera as propriedades mecânicas do CRFV, sendo que o CRFV-CC40 mostrou ser o material mais indicado para substituir a dentina em testes de laboratório.

Palavras chaves: dentina humana, propriedades mecânicas, módulo de elasticidade

1. INTRODUÇÃO

O dente é uma complexa estrutura formada por diferentes tecidos: esmalte, dentina, cemento e polpa (tecido conjuntivo frouxo), sendo esmalte e dentina os tecidos predominantes e de relevância para o desenvolvimento de materiais dentários restauradores com propriedades mecânicas e biológicas semelhantes a eles.

O esmalte dental é formado por cristais de hidroxiapatita (fase mineral - 96%), proteínas (fase orgânica - 3% a 4%) e água (1%) e possui um módulo elástico de ≈ 95 GPa [1]. Por outro lado, a dentina humana é uma complexa estrutura biológica [2,3], composta por uma fase tubular rica em minerais (70%), denominada dentina peritubular. Ao lado dela, existe uma fase de rede fibrilar rica em colágeno tipo I reforçada com cristais de hidroxiapatita (20%) denominada dentina intertubular [3-5]. Cada componente da estrutura dentinária apresenta diferentes propriedades elásticas, tornando a dentina um material biológico

híbrido e anisotrópico [5-7].

As diferentes propriedades mecânicas das estruturas dentinárias foram estudadas por muitos autores. Recentemente, Merlo *et al.* (2020) [8], avaliaram as propriedades mecânicas da dentina humana e outros 3 materiais análogos a ela. Dentre essas propriedades, o módulo elástico foi encontrado através de metodologia ultrassônica. Para a dentina, obteve-se o valor de 21,7 GPa. Kinney *et al.* (1996) [9], utilizando uma técnica de nanoindentação, constataram que o módulo de Young médio da dentina peritubular é de 29.8 GPa, enquanto que na dentina intertubular os valores variaram entre 17.7 e 21.1 GPa, com os menores valores obtidos para a dentina perto da polpa. Em uma revisão de literatura, Kinney *et al.* (2003) [10] verificaram que os valores de módulo elástico da dentina varia entre 2 e 30 GPa. No entanto, há duas características da dentina humana que são evidentes nas avaliações da microestrutura. Primeiro, existem variações espaciais na densidade dos túbulos dentinários: a densidade diminui de aproximadamente 60 mil lumens/mm² perto

da polpa, para 10 mil lumens/mm² na junção amelodentinária (JAD) [11,12]. A segunda característica é que a microestrutura da dentina humana é dependente da idade do indivíduo. Há uma redução no diâmetro dos túbulos dentinários com o aumento da idade do indivíduo [13].

Devido a essas modificações microestruturais, são desconhecidos os reais valores das propriedades elásticas da dentina nas diferentes condições de idade do indivíduo e região de mensuração. Uma das dificuldades atuais para pesquisa com materiais dentários que necessitem a utilização do substrato dentinário humano, pesquisadores tem buscado materiais alternativos com propriedades elásticas semelhantes ao substrato humano. Nos estudos de Clelland *et al.* (2006) [14] e Wang *et al.* (2007) [15], utilizou-se um polímero reforçado por fibras de vidro (Garolite G10), com módulo elástico de 12.6 GPa e razão de Poisson de 0.35, para simular o substrato dentinário durante os testes mecânicos. Posteriormente, Yi e Kelly (2008) [16] e Kelly *et al.* (2010) [10] também utilizaram um polímero de resina epóxi

reforçado com fibras de vidro (Nema Grade G10), com módulo elástico de 14.9 GPa e razão de Poisson de 0.31 para substituir o substrato dentinário durante os testes mecânicos. Em outro estudo [8], verificou-se que as resinas ortoftálica e isoftálica, reforçadas por fibras de vidro, também possuem comportamento adesivo e mecânico semelhante ao tecido dentinário.

Portanto, o presente estudo tem como objetivo avaliar o módulo elástico da dentina humana em diferentes regiões, levando em consideração a idade do substrato e caracterizar as propriedades mecânicas de um compósito resinoso reforçado com fibras de vidro (CRFV), realizando modificações na concentração de fibras e carga, e assim buscar um substrato que tenha propriedades mecânicas semelhantes à determinadas condições de dentina.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Amostras de dentina foram obtidas e divididas conforme o tipo de dentina: dentina jovem (18 - 30 anos) e dentina de idade avançada (40 - 60 anos) (n=2). As amostras foram incluídas em um

cano de PVC de 20mm de diâmetro, que foi preenchido com resina acrílica quimicamente ativada. Após estabilização das amostras, o conjunto foi levado à uma cortadeira metalográfica (Miniton, Struers APS, Cotia, SP, Brasil) e seccionado com o auxílio de um disco de corte diamantado (IsoMet 15LC, Buehler, EUA), sob velocidade controlada de 150 RPM e refrigeração com água. Esse corte ocorreu no sentido méso-distal, a fim de se obter amostras com 3mm de espessura. Posteriormente, as superfícies das amostras foram regularizadas com o auxílio de lixas d'água de SiC de granulação fina (1200, 2000), até a obtenção final de uma amostra com 2mm de espessura. As amostras foram armazenadas em um recipiente contendo água destilada em estufa à uma temperatura de 37°C até a realização do teste. Para a realização do teste, as amostras foram posicionadas em um aparelho microscópico de força atômica (AFM, Bioscope Catalyst, Bruker Corporation, Santa Barbara, CA) contendo um sensor de pico de força QNM (Quantitative Nanomechanical Property Mapping) para calcular o módulo de elasticidade nas diferentes regiões.

Foram realizadas indentações nas seguintes regiões: 3 indentações na região cervical próximo à JAD; 3 indentações na região cervico pulpar; 3 indentações na porção oclusal próximo a JAD, e 3 indentações na porção ocluso pulpar. O embasamento teórico para a obtenção do módulo elástico (E), foi guiado pela metodologia descrita por Oliver & Pharr (1992)[17] e Oliver & Pharr (2004)[18]. Os dados foram coletados e avaliados estatisticamente por *Kruskal-Wallis* e *post hoc* de *Dunn* ($\alpha=0,05$).

O compósito reforçado por fibras de vidro (ISOCOMPÓSITOS, Três Cachoeiras, RS, Brasil), foi obtido através do processo de pultrusão e modifica na concentração de fibras de vidro com adição e sem adição de carga, resultando assim em 4 substratos sintéticos diferentes dispostos nos seguintes grupos experimentais: CRFV-CC25 (com carga e 25% de fibra); CRFV-CC40 (com carga e 40% de fibra); CRFV-SC25 (sem carga e 25% de fibra); CRFV-SC40 (sem carga e 40% de fibra).

Para a obtenção da densidade (ρ), as barras de CRFV foram posicionadas em uma cortadeira metalográfica (Miniton, Struers

APS, Cotia, SP, Brasil) e seccionadas com um disco diamantado (IsoMet 15LC, Buehler, EUA) para obtenção de cinco amostras com aproximadamente 3 mm de espessura de cada composição (n=5). Posteriormente, as amostras foram regularizadas com lixas d'água numa sequência de granulometria decrescente (600, 800, 1200, 2000), até a obtenção de uma amostra com faces paralelas e com uma espessura final de 2mm, mensuradas com um paquímetro digital (500-196 30B, Mitutoyo, Japão). A ρ dos substratos foi determinada por meio do Princípio de Arquimedes, seguindo a norma ASTM B962 (2008) [19]. Após a obtenção da densidade das amostras, o E e ν foram determinados pelo método dinâmico em um aparelho de transmissão de ondas ultrassônicas (pulso-eco) (Pulser- Receiver 5900PR, Panametrics, USA), com o auxílio de dois transdutores de onda, um longitudinal (V208-RM, Panametrics, EUA) e outro transversal (V222-BB-RM, Panametrics, EUA), ambos de 20 MHz. As equações (1) e (2) foram utilizadas para o cálculo das velocidades longitudinal e transversal do pulso ultrassônico:

$$V_T = \frac{2b}{t_T}$$

(1)

$$V_L = \frac{2b}{t_L}$$

(2)

Onde V é a velocidade, b é a espessura da amostra e t é o tempo de voo do pulso ultrassônico. T e L referem-se as ondas transversais e longitudinais, respectivamente.

Com os valores das velocidades dos transdutores determinados, o E e ν foram obtidos através das equações (3) e (4) propostas na norma ASTM E494-95 (2001) [20]:

$$E = \rho \cdot \left(\frac{3 \cdot V_T^2 \cdot V_L^2 - 4 \cdot V_T^4}{V_L^2 - V_T^2} \right)$$

(3)

$$\nu = 0,5 \cdot \frac{V_L^2 - 2 \cdot V_T^2}{V_L^2 - V_T^2}$$

(4)

Posteriormente a obtenção dos valores das propriedades elásticas, os dados foram avaliados estatisticamente por ANOVA *Two-way* e *post-hoc* de Tukey ($\alpha=0,05$).

Para mensuração da microdureza Knoop das diferentes composições do CRFV, foram confeccionadas 5 amostras ($n=5$), como já descrito previamente, com espessura final de aproximadamente 4 mm. Posteriormente a padronização das

superfícies, as amostras foram posicionadas em um aparelho microdurômetro (Shimadzu HMV-G20ST, Kyoto, Japão) e realizado indentações com penetrador do tipo Knoop utilizando uma carga de 100g com um tempo de penetração de 15s. Os valores resultantes de microdureza foram obtidos através da equação (5), proposta na norma ASTM D1474 (2008) [21]:

$$HK = \frac{P}{C_p \cdot L^2} \quad (5)$$

Onde P é a carga aplicada em Kgf, L é o comprimento da impressão, C_p é uma constante de correção ao formato do penetrador ($C=0,07028$).

Para avaliação do módulo elástico através do ensaio de Flexão por 3 pontos, 10 amostras de cada tipo de CRFV ($n=10$) foram confeccionadas de acordo com a norma ISO 4049 (2009) [22]. O módulo elástico flexural foi obtido através da equação (6):

$$E_f = \frac{F \cdot l^3}{4bh^3d}$$

(6)

Onde **F** é a carga em Newtons, **l** é a distância em mm dos suportes, **d** é a deflexão em mm na carga **F**, **b** e **h** são a largura e a altura em mm da amostra respectivamente. Posteriormente a coleta dos dados, os mesmos foram avaliados estatisticamente por ANOVA *Two-way* e post-hoc de Tukey ($\alpha=0,05$).

Para a realização do ensaio de resistência à flexão biaxial, foram confeccionadas 10 amostras de cada grupo dos CRFVs ($n=10$). Para a realização do teste, os discos de CRFV's foram levados à uma máquina de ensaio universal devidamente equipada com um dispositivo biaxial (ODEME, Luzerna, SC, Brasil). Os dados foram coletados e a resistência à flexão biaxial calculada através da equação (7) [23]:

$$\sigma_f = 0,238 \frac{7P(X - Y)}{b^2}$$

(7)

Onde P é a carga de fratura (N); b é a espessura da amostra (mm); X e Y são as seguintes relações:

$$X=(1+\nu)\ln(r_2/r_3)+[(1+\nu)/2](r_2/r_3)^2$$

$$Y=(1+\nu)[1+\ln(r_1/r_3)^2]+(1-\nu)(r_1/r_3)^2$$

Onde ν é a razão de Poisson do material; r_1 é o raio do dispositivo de suporte (mm); r_2 é o raio da área de carga (mm); r_3 é o raio da amostra (mm). Posteriormente os dados de resistência biaxial foram avaliados estatisticamente por ANOVA *Two-way* e *post-hoc* de Tukey ($\alpha=0,05$).

3. RESULTADOS

3.1 Módulo elástico das regiões da dentina humana

Os resultados para os módulos elásticos das diferentes regiões da dentina jovem e com idade avançada estão dispostos nos *Gráfico 1* e *Tabela 1* (idade avançada) e o *Gráfico 2* e *Tabela 2* (idade jovem). No *Gráfico 3*, são apresentados os valores comparativos de módulo elástico das regiões testadas. Na *Tabela 3*, é apresentado a média de todos os valores obtidos para os

diferentes tipos de dentina.

Nos resultados obtidos, observa-se que os valores médios de módulo elástico obtidos para a dentina avançada variaram de 14,9 GPa a 24,75 GPa, não havendo diferença estatística entre as regiões avaliadas. Os resultados obtidos para a dentina jovem variaram de 3,61 GPa a 25,0 GPa, sendo o menor valor obtido para a região cervical.

3.2 Densidade, módulo elástico e razão de Poisson dos CRFV's

Os resultados obtidos para as propriedades mecânicas (densidade, módulo elástico e razão de Poisson) das diferentes composições dos CRFV's, estão dispostos na *Tabela 4*. Houve diferença estatística entre os grupos experimentais ($p=0,000$), onde observa-se que os compósitos que possuem em sua composição uma quantidade maior de fibras de vidro, apresentaram densidade e módulo elástico maiores, independente da presença de carga na matriz.

3.3 Microdureza Knoop, resistência e módulo elástico flexural (3 pontos), e resistência à flexão biaxial dos CRFV's

Os resultados de média e desvio padrão para microdureza Knoop (HK), resistência e módulo elástico flexural (3 pontos), e resistência à flexão biaxial dos CRFV's, estão dispostos nas *Tabelas 5, 6 e 7*. A análise de variância aponta diferença estatística entre os grupos experimentais ($p < 0,003$) para todas as propriedades.

DISCUSSÃO

A microestrutura da dentina humana é dependente da idade do indivíduo [6]. Ocorre uma redução do diâmetro do lúmen dos túbulos (e aumento da espessura da dentina peritubular) com o avanço da idade [24, 25]. O processo começa na terceira década de vida e parece progredir a uma taxa constante até a oclusão completa dos lúmens [13]. Composta por componentes orgânicos e inorgânicos, é considerada um material biológico híbrido e anisotrópico, ou seja, apresenta propriedades mecânicas diferentes

em toda a sua malha estrutural. Neste pensamento, o módulo elástico para diferentes regiões da dentina foi obtido pela metodologia de nanoindentação descrita por Oliver & Pharr (1992) [17] e Oliver & Pharr (2004) [18]. Para a obtenção do módulo elástico das regiões dentinárias no presente estudo, e a região mensurada foi a dentina intertubular.

Pode-se observar que os resultados de módulo de elasticidade obtidos para a dentina classificada como idade avançada não apresentaram diferença estatística para a dentina jovem ($p=0,487$). Mesmo na região ocluso pulpar, onde ocorre deposição de material mineral (hidroxiapatita) e consequente redução da câmara pulpar [25], os resultados de módulo elástico permaneceram bastante semelhantes. Isso permite concluir que o módulo elástico das diferentes regiões da dentina não é influenciado pela idade, rejeitando-se a segunda hipótese do presente estudo.

Uma situação que destoou dos valores obtidos nas diferentes regiões da dentina foi a região cervical da dentina jovem, onde o

módulo elástico obtido para essa região foi de 3,61 GPa. O baixo valor obtido para o módulo elástico desta região pode ser justificado pela ocorrência da indetação interna do túbulo dentinário, resultando em um valor correspondente para o prolongamento dentinário odontoblástico.

Os valores de módulo elástico obtidos para as regiões dentinárias, comprova a grande heterogeneidade do tecido dentinário. Por ser um material bastante heterogêneo, há uma grande inconsistência nos valores de E existentes na literatura. Os valores de E para a dentina variam muito segundo achados da literatura, de 10,4 GPa até valor de 30 GPa, conforme os estudos de Craig & Peyton (1952), Gilmore *et al.* (1969), Huo *et al.* (2000), Palamara *et al.* (2000), Kinney *et al.* (1999), Kinney *et al.* (2001), Merlo *et al.* (2020)[4, 8, 25, 26-30].

Na obtenção das propriedades mecânicas dos diferentes tipos do CRFV, ambos confeccionados em diferentes composições por modificação do percentual de fibras de vidro (tipo roving), assim como a presença ou não de carga (carbonatos, silicatos, talco,

caulim), observa-se que a densidade e o módulo elástico são maiores nos grupos com alta porcentagem de fibras de vidro na composição. Os valores de módulo elástico foram maiores para os grupos CRFV-SC40 e CRFV-CC40, 20,94 GPa e 23,04 GPa respectivamente. A presença de carga na matriz influenciou menos no módulo elástico dos materiais, quando comparada com a porcentagem de fibras. Os resultados obtidos para microdureza Knoop também indicam uma microdureza maior para os compósitos com alto percentual de fibras de vidro. O maior valor foi obtido para o grupo CRFV-SC40 ($147,33 \pm 60,38$), que não foi diferente do grupo CRFV-CC40 ($130,72 \pm 43,09$).

Os resultados obtidos para a resistência flexural por 3 pontos dos CRFV's, demonstram que a adição de carga aumenta a resistência flexural dos materiais, não interferindo muito no módulo elástico flexural. A resistência à flexão por 3 pontos dos CRFV's com menor porcentagem de fibras de vidro sofreu maior influência da presença de carga na matriz, quando comparado com os materiais com maior percentual de fibras de vidro. Ao contrário

da resistência flexural, a resistência à flexão biaxial dos CRFV's foi maior para os grupos com baixo percentual de fibras de vidro, sendo o maior valor obtido para o CRFV-CC25 (182,14 GPa). Nesse teste, o sentido de carga foi longitudinal ao sentido das fibras de vidro.

Este estudo obteve o módulo elástico dos tipos de CRFV's através de diferentes metodologias. Para obtenção do módulo elástico flexural, leva-se em consideração as dimensões da amostra (largura, altura e espessura), a distância no dispositivo de teste e a deflexão do material frente à uma carga. No teste ultrassônico, levando em consideração densidade do material, obtém-se o módulo elástico através da avaliação do tempo de voo de um pulso ultrassônico [8, 22]. Por serem metodologias diferentes, os resultados obtidos não são comparáveis; no entanto, a mesma tendência de distribuição de valores ocorreu (Tabela 4 e Tabela 6). Levando em consideração os resultados obtidos, o módulo elástico obtido pelo método ultrassônico apresentou desvio padrão menor para todos os grupos experimentais, com maior homogeneidade

dos dados.

Os valores obtidos por este estudo nas 4 diferentes regiões da dentina jovem e com idade avançada, variaram de 3,61 GPa a 25 GPa. Considerando essa variação, todos os valores obtidos para os CRFVs estão contidos nesse intervalo e poderiam ser utilizados em testes de laboratório para substituir a dentina humana. Considerando apenas a porção oclusal, que é a região de maior carga mastigatória nos dentes posteriores, os valores de módulo elástico variaram de 14,9 GPa a 25 GPa. Nesse intervalo estão contidos os valores obtidos para os CRFVs com maior percentual de fibras de vidro na composição (CRFV-SC40 e CRFV-CC40), independente da presença de carga na matriz. A presença de carga na composição melhora a resistência a flexão por 3 pontos do material. O maior número de fibras prejudica a resistência biaxial do material, porém a resistência biaxial do CRFV-CC40 (100,93 GPa) é maior que a resistência do NEMA G10 (84,1 GPa – MERLO *et al.* 2020), obtido previamente por este grupo de estudos.

Com os resultados obtidos por este estudo, o material indicado para trabalhar como análogo da dentina humana é o CRFV-CC40. Em casos de flexão biaxial, pode-se optar pelo CRFV-CC20, pois possui uma maior resistência, porém, sempre considerando seu módulo elástico menor.

Merlo *et al.* (2020) [8], em estudo prévio, obtiveram resultado médio de módulo elástico para dentina humana de 21,7 GPa. Para o presente estudo, obteve-se valores próximos a isso para o CRFV-SC40 (20,94 GPa) e CRFV-CC40 (23,04 GPa). Esta comparação é importante, pois trata-se da obtenção de valores pela mesma metodologia e padronização das amostras. Os resultados semelhantes indicam que os compósitos manufacturados por este estudo podem apresentar comportamento mecânico semelhante a dentina humana.

CONCLUSÃO

A dentina humana apresenta valores semelhantes para módulo elástico nas regiões mensuradas por este estudo, apresentando diferença estatística somente na região cervical,

rejeitando parcialmente a primeira hipótese do presente estudo. A dentina jovem e com idade avançada não possuem diferença de módulo de elasticidade, rejeitando a segunda hipótese do estudo. A modificação da composição altera as propriedades mecânicas do CRFV, aceitando a terceira hipótese do estudo. O CRFV com carga na matriz e com 40% de fibras mostrou ser o material mais indicado para substituir a dentina em testes de laboratório, aceitando a quarta hipótese do estudo.

REFERÊNCIAS

[1] P. Coelho, T. Bromage. Challenges in engineering and testing of dental bioceramics. In: J. Ferencz J (Ed.), High strength ceramics: Interdisciplinary perspectives. Quintessence Publishing, New York, 2014, pp. 1-16.

[2] G.W. Marshall Jr. Dentin: Microstructure and characterization. Quintessence Int. 24 (1993) 606-617.

[3] G.W. Marshall Jr, S.J. Marshall, J.H. Kinney, M. Balooch. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. J. Dent. 25 (1997) 441-58.

- [4] J. Kinney, M. Balooch, G. Marshall, S. Marshall. A micromechanics model of the elastic properties of human dentine. *Arch. Oral Biol.* 44 (1994) 813-22.
- [5] D. Ziskind, M. Hasday, S. R. Cohen, H. D. Wagner. Young's modulus of peritubular and intertubular human dentin by nano-indentation tests. *J. Struct. Biol.* 174 (2011) 23-30.
- [6] H. Ryou, E. Romberg, D. H. Pashley, F. R. Tay, D. Arola. Importance of age on the dynamic mechanical behavior of intertubular and peritubular dentin. *J. Mech. Beh. Biomed. Mater.* 42 (2015) 229-242.
- [7] D. Zaytsev, A. Ivashov, P. Panfilov. Anisotropy of the mechanical properties of human dentin under shear testing. *Materials Letters.* 138 (2015) 219-21.
- [8] E. G. Merlo, A. Della Bona, J. A. Griggs, K. S. Jodha, P. H. Corazza. Mechanical behavior and adhesive potential of glass fiber-reinforced resin-based composites for use as dentin analogues. *Am. J. Dent.* 33 (2020) 310-314.
- [9] J. Kinney J, M. Balooch, S. Marshall, G. Marshall Jr, T. Weihs. Hardness and Young's modulus of human peritubular and intertubular dentine. *Arch. Oral Biol.* 41 (1996) 9-13.
- [10] J. R. Kelly, P. Rungruanganunt, B. Hunter, F. Vailati. Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J. Prosthet. Dent.* 104 (2010) 228-38.
- [11] D. Pashley, A. Okabe, P. Parham. The relationship between dentin microhardness and tubule density. *Dent. Traumat.* 1 (1985) 176-179.
- [12] D. H. Pashley. Dentin: a dynamic substrate--a review. *Scanning Microsc.* 3 (1989) 161-174.

- [13] D. Arola. Fracture and aging of dentine. In: R. V. Curtis, T. F. Watson. *Dental Biomaterials*. Cambridge: Woodhead Publishing, 2008, pp. 314-342.
- [14] N. L. Clelland, N. Warchol, R.E. Kerby, N. Katsube, R. R. Seghi. Influence of interface surface conditions on indentation failure of simulated bonded ceramic onlays. *Dent. Mater.* 22 (2006) 99-106.
- [15] Y. Wang, N. Katsube, R. R. Seghi, S. I. Rokhlin. Statistical failure analysis of adhesive resin cement bonded dental ceramics. *Eng. Frac. Mech.* 74 (2007) 1838-1856.
- [16] J. Yi Y, J. R. Kelly. Effect of occlusal contact size on interfacial stresses and failure of a bonded ceramic: FEA and monotonic loading analyses. *Dent. Mater.* 24 (2008) 403-409.
- [17] W. C. Oliver, G. M. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* 7 (1992) 1564-1583.
- [18] W. C. Oliver, G. M. Pharr. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J. Mater. Res.* 19 (2004) 3-20.
- [19] ASTM B962. Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy Products Using Archimedes' Principle. 2008.
- [20] ASTM E494-95. Standard practice for measuring ultrasonic velocity in materials. 2001.
- [21] ASTM D1474 Standard test Methods for Indentation Hardness of organic Coatings. 2008.

- [22] L. Calabrese, F. Fabiano, L. M. Bonaccorsi, V. Fabiano, C. Borsellino. Evaluation of the Clinical Impact of ISO 4049 in Comparison with Miniflexural Test on Mechanical Performances of Resin Based Composite. *Int. J. Biomater.* 2015 (2015) 149798.
- [23] ISO 6872: Dentistry-ceramic materials. Switzerland: International Organization for Standardization, 2008.
- [24] D. WEBER. Human dentine sclerosis: a micro radiographic survey. *Arch. Oral Biol.* 19 (1974) 163– 169.
- [25] L. Vasiliadis, A. Darling, B. Levers. The histology of sclerotic human root dentine. *Arch. Oral Biol.* 28 (1983) 693–700.
- [26] J. Kinney, J. Oliveira, D. Haupt, G. Marshall, S. Marshall. The spatial arrangement of tubules in human dentin. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 12 (2001) 743-51.
- [27] R. G. Craig, F. A. Peyton. Elastic and Mechanical Properties of Human Dentin. *J. Dent. Res.* 37 (1958) 710-718.
- [28] J. Palamara, P. Wilson, C. Thomas, H. Messer. A new imaging technique for measuring the surface strains applied to dentine. *J. Dent.* 28 (2000) 141-146.
- [29] B. Huo, Q. S. Zheng, Q. Zhang, J. D. Wang. Effect of dentin tubules to the mechanical properties of dentin. Part II: Experimental study. *Acta Mechan. Sinica.* 16 (2000) 75-82.
- [30] R. S. Gilmore, R. P. Pollack, J. L. KATZ. Elastic properties of bovine dentine and enamel. *Arch. Oral Biol.* (1969) 787-796.

Results

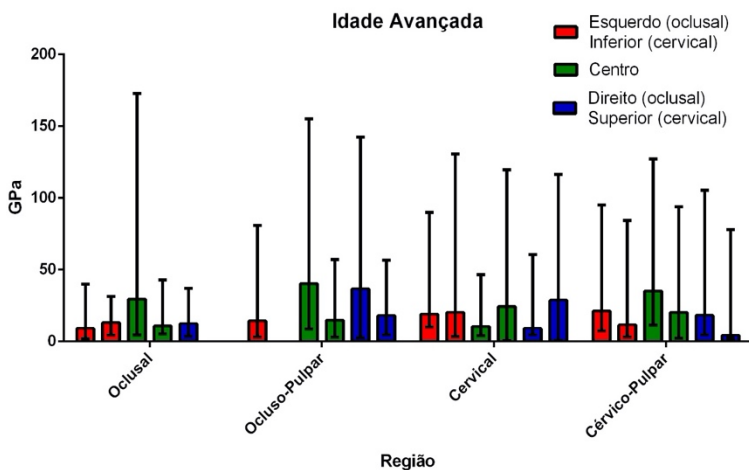


Gráfico 7 - Valores de módulo elástico das regiões mensuradas referentes à dentina de idade avançada.

Tabela 7 – Média, desvio padrão, mediana e intervalos interquartis das diferentes regiões da dentina de idade avançada. Kruskal-Wallis e post hoc de Dunn ($\alpha=0,05$). ($p=0,487$).

MÓDULO ELÁSTICO DAS REGIÕES DE DENTIINA (IDADE AVANÇADA)		
	Média ± DP	Mediana ± IIQ
REGIÃO	Oclusal	14,90 GPa ± 8,29
	Ocluso-Pulpar	24,75 GPa ± 12,59
	Cervical	18,58 GPa ± 7,68
	Cérvico-Pulpar	18,36 GPa ± 10,38

*Letras diferentes na coluna indicam diferença estatística.

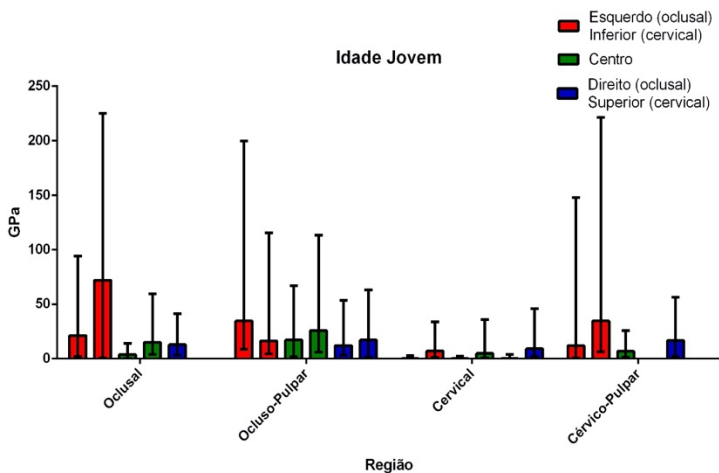


Gráfico 8 - Valores de módulo elástico das regiões mensuradas referentes à dentina de idade jovem.

Tabela 8 – Média, desvio padrão, mediana e intervalos interquartis das diferentes regiões da dentina de idade jovem. Kruskal-Wallis e post hoc de Dunn ($\alpha=0,05$). ($p=0,015$).

MÓDULO ELÁSTICO DAS REGIÕES DE DENTIINA (IDADE JOVEM)			
	Média ± DP	Mediana ± IIQ	
REGIÃO	Oclusal	25,0 GPa ± 27,0	15,0 ± 38,3 AB
	Ocluso-Pulpar	20,50 GPa ± 8,21	17,09 ± 12,64 A
	Cervical	3,61 GPa ± 0,17	2,54 ± 7,36 B
	Cervico-Pulpar	17,48 GPa ± 12,09	14,31 ± 22,07 AB

*Letras diferentes na coluna indicam diferença estatística.

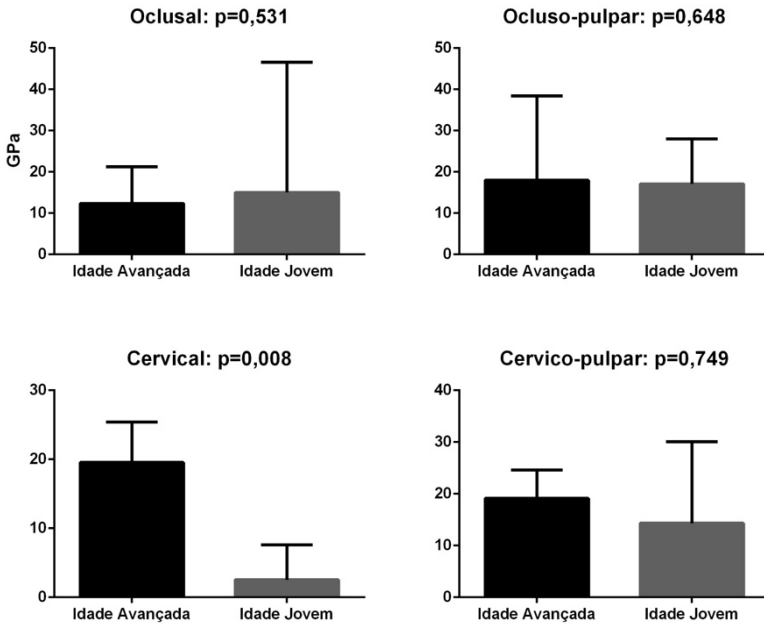


Gráfico 9 - Gráficos comparativos dos módulos elásticos das diferentes regiões das dentinas de idade jovem e avançada. Mann Whitney ($\alpha=0,05$).

Tabela 9 - Média e desvio padrão comparativo de todos os valores obtidos para o módulo elástico individual das regiões dentinária de idade jovem e longeva.

MÉDIA E DESVIO PADRÃO COMPARATIVO DOS VALORES OBTIDOS		
Tipo de dentina	Média \pm DP	Valor de <i>p</i>
Jovem	19,09 GPa \pm 9,74	0,479
Avançada	16,16 GPa \pm 16,16	

Tabela 4 - Média e desvio padrão das propriedades mecânicas obtidas para os diferentes tipos de CRFV's. ANOVA Two-way e post hoc de Tukey ($\alpha=0.05$).

GRUPO		PROPRIEDADES MECÂNICAS		
		Densidade (g/cm ³)	Módulo Elástico (GPa)	Razão de Poisson
SEM CARGA	CRFV 25	1,61 ± 0,02 D	11,02 ± 0,78 D	0,45 ± 0,004 A
	CRFV 40	2,14 ± 0,01 A	20,94 ± 1,04 B	0,43 ± 0,002 B
COM CARGA	CRFV 25	1,84 ± 0,02 C	13,22 ± 1,17 C	0,43 ± 0,006 B
	CRFV 40	2,11 ± 0,01 B	23,04 ± 1,01 A	0,41 ± 0,005 C

*Letras diferentes na coluna indicam diferença estatística.

Tabela 5 - Média de desvio padrão da dureza Knoop (HK) dos CRFV's. ANOVA Two-way e post hoc de Tukey ($\alpha=0.05$).

DUREZA KNOOP (HK) DOS CRFV's		
Grupo		Média ± DP
SEM CARGA	CRFV 25	113, 11 ± 60,92 B
	CRFV 40	147,33 ± 60,38 A
COM CARGA	CRFV 25	111,37 ± 47,30 B
	CRFV 40	130,72 ± 43,09 AB

*Letras diferentes na coluna indicam diferença estatística.

Tabela 6 - Média e desvio padrão da resistência e módulo elástico flexural dos CRFV's. ANOVA Two-way e post hoc de Tukey ($\alpha=0,005$).

RESISTÊNCIA E MÓDULO ELÁSTICO FLEXURAL DOS CRFV's			
	Grupo	Resistência Flexural (GPa)	Módulo flexural (GPa)
SEM	CRFV 25	406,2 ± 75,8 C	11,77 ± 3,00 C
CARGA	CRFV 40	502,7 ± 34,0 B	25,14 ± 4,26 A
COM	CRFV 25	552,2 ± 45,3 AB	16,24 ± 1,85 B
CARGA	CRFV 40	563,3 ± 29,7 A	22,32 ± 3,61 A

*Letras diferentes na coluna indicam diferença estatística.

Tabela 7 - Média e desvio padrão da resistência biaxial dos CRFV's. ANOVA Two-way e post hoc de Tukey ($\alpha=0.05$).

RESISTÊNCIA BIAxIAL (GPa) DOS CRFV's		
	Grupo	Média ± DP (GPa)
SEM	CRFV 25	134,20 ± 13,85 B
CARGA	CRFV 40	77,49 ± 13,57 D
COM	CRFV 25	182,14 ± 11,95 A
CARGA	CRFV 40	100,93 ± 16,84 C

*Letras diferentes na coluna indicam diferença estatística.