

Efeito das dimensões dos corpos de prova na resistência à flexão de compósitos restauradores

Sybilla Cristine do Couto SANTOS^a, Filipe de Oliveira ABI-RACHED^b,
Antonio Alves de ALMEIDA-JÚNIOR^c, Carlos Alberto dos Santos CRUZ^d

^aGraduanda em Odontologia, Faculdade de Odontologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, 14801-903 Araraquara - SP, Brasil

^bMestrando em Reabilitação Oral, Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, Faculdade de Odontologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, 14801-903 Araraquara - SP, Brasil

^cDoutorando em Reabilitação Oral, Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, Faculdade de Odontologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, 14801-903 Araraquara - SP, Brasil

^dProfessor Adjunto, Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, Faculdade de Odontologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, 14801-903 Araraquara - SP, Brasil

Santos SCC, Abi-Rached FO, Almeida-Júnior AA, Cruz CAS. Effect of specimen size on flexural strength of restorative composites. Rev Odontol UNESP. 2011; 40(2): 64-68.

Resumo

O objetivo deste estudo foi avaliar, em relação à norma ISO, o efeito da redução das dimensões dos corpos de prova na resistência à flexão, em três pontos, dos compósitos restauradores de nanopartículas (Filtek Supreme - 3M ESPE) e micro-híbrido (Filtek Z-250 - 3M ESPE). Foram confeccionados 40 corpos de prova para cada material com as seguintes dimensões de comprimento, largura e espessura (n = 10): 1) 20 × 2 × 2 mm (ISO 4049); 2) 10 × 2 × 1 mm; 3) 10 × 1 × 1 mm; 4) 8 × 0,8 × 0,8 mm. Os compósitos foram inseridos em único incremento em matrizes metálicas bipartidas, correspondentes a cada dimensão avaliada, e fotoativados. Os corpos de prova foram armazenados a 37 ± 1 °C, em ambiente seco e protegido de luz, durante 7 dias. Posteriormente, foi realizado o ensaio de resistência à flexão, em três pontos, usando o equipamento MTS 810, com célula de carga de 10 kN e velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados mostraram variabilidade significativa para as dimensões avaliadas (p = 0,00), com valores, em relação à norma ISO (116,700 MPa), estatisticamente superiores para os corpos de prova de 10 × 1 × 1 mm (142,530 MPa), semelhantes para os de 10 × 2 × 1 mm (115,815 MPa) e inferiores para os de 8 × 0,8 × 0,8 mm (86,650 MPa). Houve igualdade estatística (p = 0,08) para os compósitos estudados (Filtek Supreme, 125,270 MPa; Filtek Z-250, 108,130 MPa). Corpos de prova de 10 × 2 × 1 mm proporcionaram, com menor consumo de material, energia e tempo, valores de resistência à flexão equivalentes àqueles obtidos nas dimensões preconizadas pela norma ISO 4049.

Palavras-chave: Dimensão de corpos de prova; resistência à flexão; compósitos restauradores.

Abstract

The aim of this study was to evaluate the influence of specimen size, in comparison with the ISO Standard, on the three point flexural strength of resin composite restorative materials Filtek Supreme and Filtek Z-250. Forty specimens were fabricated for each material with the following length, width and thickness measurements (n = 10): 1) 20 × 2 × 2 mm (ISO 4049); 2) 10 × 2 × 1 mm; 3) 10 × 1 × 1 mm; 4) 8 × 0.8 × 0.8 mm. The composites were inserted in a single increment into two-piece metal device and light-polymerized. The specimens were dry stored at 37 ± 1 °C and protected from light for 7 days. After this period, flexural strength was measured by three-point flexure test using MTS 810 equipment, with a load cell of 10 kN at a speed of 0.5 mm/min. For the evaluated sizes, the results showed significant variability (p = 0.00) with values when compared with the ISO Standard (116.700 MPa), being statistically higher for the test specimens measuring 10 × 1 × 1 mm (142.530 MPa), similar for those of 10 × 2 × 1 mm (115.815 MPa) and lower for those of 8 × 0.8 × 0.8 mm (86.650 MPa). There was statistical equality (p = 0.08) for the studied composites (Filtek Supreme, 125.270 MPa; Filtek Z-250, 108.130 MPa). Specimens measuring 10 × 2 × 1 mm provided flexural strength values equivalent to those obtained in the sizes recommended by the ISO 4049 standard, with lower consumption of material, energy and time.

Keywords: Specimen size; flexural strength; restorative composites.

INTRODUÇÃO

Ensaio mecânicos têm sido frequentemente utilizados para a avaliação de compósitos restauradores fotoativados, particularmente, como medida indireta do grau de conversão. Dentre eles, o ensaio de resistência à flexão tem se destacado, uma vez que é fortemente correlacionado com a tenacidade à fratura e, conseqüentemente, com o desempenho clínico e a longevidade destes materiais¹⁻⁴.

A resistência à flexão das resinas compostas depende, fundamentalmente, de sua composição: combinação monomérica e conteúdo de partículas^{1,5,6}. Contudo, pode ser influenciada pelo modo de ativação: quanto menor o grau de conversão, menor o valor da resistência à flexão⁶⁻⁹.

Diversos fatores podem influenciar o grau de conversão de um compósito, como: composição e quantidade de fotoiniciadores; comprimento de onda e intensidade de luz do aparelho fotopolimerizador; tempo de exposição; temperatura ambiente; cor, translucidez e espessura do material irradiado^{7,10-14}. O aumento do tempo de exposição pode compensar tanto a baixa intensidade de luz como a baixa translucidez ou mesmo camadas mais espessas do material restaurador. Por outro lado, profundidades inferiores a 1 mm podem não ser afetadas por estas variações¹⁰.

Os corpos de prova recomendados pela norma ISO 4049¹⁵, para o ensaio de resistência à flexão em três pontos, devem possuir dimensões de 25 × 2 × 2 mm, para comprimento, largura e espessura, respectivamente, pois são carregados sobre apoios cilíndricos distantes 20 mm entre si (span), resultando em dimensões úteis de 20 × 2 × 2 mm, para este ensaio mecânico. Apesar de tais parâmetros serem comumente adotados como padrão ou referência na literatura¹⁶⁻²⁰, menor consumo de material, energia e tempo, tem sido argumento de outros trabalhos para o emprego de corpos de prova com dimensões inferiores^{21,22}.

Em 1991, Peutzfeldt, Asmussen²³ utilizaram corpos de prova com dimensões úteis de 10 × 2 × 2 mm e encontraram valores maiores de resistência à flexão, em relação aos previamente reportados pela literatura. Contrariamente, em 2005, Muench et al.²², avaliando corpos de prova com dimensões úteis de 10 × 2 × 2 mm, 8 × 2 × 2 mm e 8 × 2 × 1 mm, não encontraram diferenças estatísticas entre as dimensões testadas, particularmente, quando comparadas àquelas preconizadas pela norma ISO 4049¹⁵ (20 × 2 × 2 mm).

O objetivo deste estudo foi avaliar, em relação à norma ISO 049¹⁵, o efeito da redução das dimensões dos corpos de prova na resistência à flexão, em três pontos, dos compósitos restauradores de nanopartículas (Filtek Supreme - 3M ESPE) e micro-híbrido (Filtek Z-250 - 3M ESPE).

MATERIAL E MÉTODO

Os compósitos restauradores utilizados neste estudo estão apresentados na Tabela 1. As informações relativas à composição foram fornecidas pelo fabricante (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA).

Tabela 1. Compósitos restauradores empregados

	Filtek supreme	Filtek Z-250
Fase orgânica	Bis-GMA/UDMA Bis-EMA/TEGDMA	Bis-GMA/UDMA Bis-EMA/TEGDMA
Fase inorgânica	Nanopartículas zircônia/silica 5-20 nm (0,005-0,02 µm) aglomerados 0,6-1,4 µm 59,5% em volume	Micro-híbrido zircônia/silica 10-3500 nm (0,01-3,5 µm) tamanho médio 0,6 µm 60% em volume
Cor	A 3,5	A 3,5
Lote de fabricação	3WA	OCW

Os corpos de prova foram obtidos a partir de matrizes metálicas bipartidas, constituídas por pares de lâminas, encaixadas em base única, possibilitando a obtenção de cavidades correspondentes a cada dimensão avaliada. As dimensões de comprimento, largura e espessura das matrizes utilizadas neste estudo foram respectivamente: 1) 25 × 2 × 2 mm (norma ISO 4049¹⁵); 2) 12 × 2 × 1 mm; 3) 12 × 1 × 1 mm; 4) 10 × 0,8 × 0,8 mm, resultando em corpos de prova com dimensões úteis de: 1) 20 × 2 × 2 mm (norma ISO 4049¹⁵); 2) 10 × 2 × 1 mm; 3) 10 × 1 × 1 mm; 4) 8 × 0,8 × 0,8 mm, respectivamente, para distância entre os apoios (span), largura e espessura. Dez réplicas foram confeccionadas para cada condição experimental.

A resina composta foi inserida em único incremento, por meio de espátulas de aço inoxidável, e recoberta com tira matriz de poliéster, seguida de lâmina de vidro para microscopia e peso de 1 kgf, com abertura central para permitir a passagem da luz. A fotoativação foi realizada por meio do aparelho Curing Light XL 3000 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), com intensidade mínima de luz de 600 mW.cm⁻², aferida por radiômetro. Nos corpos de prova com comprimento útil de 20 mm, a luz foi aplicada no centro e, em seguida, em cada uma das extremidades, por 40 segundos, totalizando 120 segundos nesta superfície; nos demais, apenas nas extremidades, também por 40 segundos, totalizando 80 segundos para esta superfície. Após a remoção da matriz, cada corpo de prova recebeu exposição complementar, na face oposta, do mesmo modo e por igual período de tempo.

Os corpos de prova foram armazenados a 37 ± 1 °C por 7 dias, em ambiente seco e protegido de luz e, então, submetidos ao ensaio de resistência à flexão em equipamento MTS 810 (MTS Systems Corp, Eden Prairie, MN, EUA), com célula de carga de 10 kN e velocidade de 0,5 mm/min. Os valores de resistência à flexão foram calculados a partir da Equação 1:

$$R_f = \frac{3LF}{2bh^2} \quad (1)$$

Em que:

- R_f = tensão de flexão, em MPa;
- L = distância entre os suportes (span), em mm;
- F = força, em N, no momento da fratura;
- b = largura do espécime, em mm;
- h = espessura, em mm.

Os valores obtidos foram submetidos à Análise de Variância a dois critérios e teste de Tukey. O nível de significância foi estabelecido em 5%, sendo os fatores de variação: 'dimensão' e 'compósito restaurador'.

RESULTADO

A Análise de Variância indicou diferença estatisticamente significativa apenas para o fator 'dimensão' ($p = 0,00$). O fator 'compósito restaurador' e a interação entre ambos mostraram variabilidade não significativa (respectivamente, $p = 0,45$ e $p = 0,08$). Desta forma, foram construídas as Tabelas 2 e 3, que apresentam, respectivamente, médias, erros-padrão e valores críticos, pelo teste de Tukey, para o fator 'dimensão', isoladamente, e para o fator 'compósito restaurador', analisado, em interação, nas dimensões preconizadas pela norma ISO.

A Tabela 2 evidencia que apenas os corpos de prova com dimensões de $10 \times 2 \times 1$ mm mostraram valores de resistência à flexão (115,815 MPa) estatisticamente semelhantes àqueles confeccionados dentro da norma ISO 4049¹⁵ ($20 \times 2 \times 2$ mm; 116,700 MPa). Com a finalidade de permitir comparações com os resultados relatados na literatura, a Tabela 3 destaca, dentro das dimensões preconizadas pela norma ISO, a igualdade estatística observada entre os compósitos restauradores: Filtek Supreme (125,270 MPa) e Filtek Z-250 (108,130 MPa).

DISCUSSÃO

Corpos de prova com 25 mm de comprimento, 2 mm de largura e 2 mm de espessura, recomendados pela norma ISO 4049¹⁵, são necessários para cobrir a distância de 20 mm, entre os apoios (span), durante o ensaio de resistência à flexão em três pontos. Entretanto, apresentam, como principal desvantagem, a necessidade de fotoativação em diferentes locais ao longo do espécime. Considerando-se o diâmetro médio de 8 ou 10 mm da ponta ativa das unidades fotoativadoras, várias exposições devem ser efetuadas para adequada polimerização^{18,21}. Este modelo experimental, embora padrão, demanda maior consumo de material e tempo²², além de dificultar sua aplicação em estudos nos quais se pretende avaliar o efeito de diferentes quantidades de energia, irradiada de uma única vez sobre o compósito.

Tabela 2. Médias de resistência à flexão, erro-padrão e valor crítico para o fator 'dimensão' (MPa)

$20 \times 2 \times 2$	$10 \times 2 \times 1$	$10 \times 1 \times 1$	$8 \times 0,8 \times 0,8$
116,700 (b)	115,815 (b)	142,530 (a)	86,650 (c)

erro-padrão = 3,98; Valor crítico a 5% = 14,832.

Tabela 3. Médias de resistência à flexão, erro-padrão e valor crítico para o fator 'compósito restaurador' (MPa)

Filtek supreme	Filtek Z-250
125,270 (a)	108,130 (a)

erro-padrão = 6,98; Valor crítico a 5% = 27,94.

A simples redução da distância entre os apoios tem se mostrado pouco eficiente, uma vez que Peutzfeldt, Asmussen²³, utilizando dimensões úteis de $10 \times 2 \times 2$ mm, relataram valores de resistência à flexão superiores aos descritos previamente na literatura. Da mesma forma, Huysmans et al.²⁴ avaliaram dimensões úteis de $12 \times 2 \times 2$ mm e obtiveram valores de resistência à flexão (161,0 MPa), cerca de 40% maiores, em relação aos encontrados por Miyazaki et al.¹⁸ (entre 110,0 e 114,3 MPa), que estudaram o mesmo compósito restaurador (Herculite XRV), nas dimensões úteis determinadas pela norma ISO 4049¹⁵ ($20 \times 2 \times 2$ mm).

Por outro lado, Muench et al.²², utilizando corpos de prova com dimensões úteis de $10 \times 2 \times 2$ mm, $8 \times 2 \times 2$ mm e $8 \times 2 \times 1$ mm, do compósito Heliomolar, não encontraram, comparativamente, diferenças estatísticas entre estas amostras e aquelas confeccionadas de acordo com a norma. Entretanto, de maneira semelhante ao descrito por Eliades et al.¹⁰, os autores destacaram o efeito negativo proporcionado pela subexposição à luz, em corpos de prova com 2 ou 4 mm de espessura, irradiados em apenas uma face.

No presente estudo, em que todos os corpos de prova receberam fotoativação complementar, buscando-se o máximo grau de conversão, na temperatura ambiente²⁵⁻²⁷, apenas os espécimes com dimensões úteis de $10 \times 2 \times 1$ mm proporcionaram valores de resistência à flexão estatisticamente semelhantes àqueles dimensionados pela norma ISO 4049¹⁵ ($20 \times 2 \times 2$ mm). O mesmo resultado, entretanto, não foi alcançado pelos demais grupos experimentais: enquanto dimensões úteis de $10 \times 1 \times 1$ mm produziram valores maiores em relação à norma, corpos de prova de $8 \times 0,8 \times 0,8$ mm resultaram em menor média de resistência à flexão.

A diminuição em escala do corpo de prova, mantendo-se sua forma geométrica original, com igual percentual de redução em todas as dimensões, não resulta na redução proporcional da força de ruptura e, desta forma, não se obtêm valores semelhantes de resistência à flexão. Por outro lado, modificações geométricas, como a utilização de corpos de prova com secção retangular, podem permitir a obtenção de valores estatisticamente semelhantes aos obtidos pela norma. Matematicamente, é preciso considerar o efeito que cada dimensão (distância entre os apoios, numerador; largura, denominador; espessura, denominador ao quadrado) exerce sobre a força de ruptura e, conseqüentemente, sobre o cálculo da resistência à flexão. Adicionalmente, relações geométricas entre as dimensões do corpo de prova (área de secção sob ação da força e volume de material na região de fratura) devem, também, ser investigadas. Novos ensaios, com variações seriadas, em todas as dimensões, estão claramente indicados.

Os resultados deste estudo mostraram igualdade estatística entre os compósitos restauradores estudados. Os valores encontrados (125,270 MPa, para a resina Filtek Supreme, e 108,130 MPa, para a resina Filtek Z-250) são compatíveis com os relatos da literatura¹⁶⁻²⁰ para compósitos com igual conteúdo de carga (ao redor de 60% em volume) e ensaiados dentro da norma ISO 4049¹⁵.

Estudos²⁸⁻³⁰ têm sugerido que as propriedades de um compósito são influenciadas por: composição e grau de conversão

da fase orgânica; fração volumétrica; tamanho e distribuição das partículas de carga, e estabilidade da união destas à matriz aglutinante. Filtek Supreme (nanopartículas) e Filtek Z-250 (micro-híbrido) possuem, segundo o fabricante, a mesma composição monomérica e conteúdo de carga, porém, diferentes tamanhos de partículas. Desta forma, parece não haver influência desse último fator na resistência à flexão dos compósitos estudados. Do ponto de vista clínico, entretanto, a redução do tamanho das partículas proporciona melhor polimento e maior resistência ao desgaste à restauração.

CONCLUSÃO

1. Corpos de prova de $10 \times 2 \times 1$ mm proporcionaram, com menor consumo de material, energia e tempo, valores de resistência à flexão equivalentes àqueles obtidos nas dimensões preconizadas pela norma ISO 4049;
2. Houve igualdade estatística entre os compósitos restauradores micro-híbrido Filtek Z-250 e de nanopartículas Filtek Supreme.

REFERÊNCIAS

1. Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res*. 1986; 20: 121-31.
2. Ferracane JL, Mitchem JC. Properties of posterior composite: results of round robin testing for a specification. *Dent Mater*. 1994; 10: 92-9.
3. Gregory WA, Berry S, Duke E, Dennison JB. Physical properties and repair bond strength of direct and indirect composite resins. *J Prosthet Dent*. 1992; 68: 406-11.
4. Nambu T, Watanabe C, Tani Y. Influence of water on the transverse strength of posterior composite resins. *Dent Mater J*. 1991; 10: 138-48.
5. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dent Mater*. 1998; 14: 51-6.
6. Peutzfeldt A, Sahafi A, Asmussen E. Characterization of resin composites polymerized with plasma arc curing units. *Dent Mater*. 2000; 16: 330-6.
7. Li J, Nicander I, von Beetzen M, Sundström F. Influence of paste temperature at curing on conversion rate and bending strength of light-cured dental composites. *J Oral Rehabil*. 1996; 23: 298-301.
8. Munksgaard EC, Peutzfeldt A, Asmussen E. Elution of TEGDMA and BisGMA from a resin and a resin composite cured with halogen or plasma light. *Eur J Oral Sci*. 2000; 108: 341-5.
9. Palin WM, Fleming GJ, Burke FJ, Marquis PM, Randall RC. Monomer conversion versus flexure strength of a novel dental composite. *J Dent*. 2003; 31: 341-51.
10. Eliades GC, Vougiouklakis GJ, Caputo AA. Degree of double bond conversion in light-cured composites. *Dent Mater*. 1987; 3: 19-25.
11. Hansen EK, Asmussen E. Visible-light curing units: correlation between depth of cure and distance between exit window and resin surface. *Acta Odontol Scand*. 1997; 55: 162-6.
12. Hirabayashi S, Hood JA, Hirasawa T. The extent of polymerization of Class II light-cured composite resin restorations; effects of incremental placement technique, exposure time and heating for resin inlays. *Dent Mater J*. 1993; 12: 159-70.
13. Park SH. Comparison of degree of conversion for light-cured and additionally heat-cured composites. *J Prosthet Dent*. 1996; 76: 613-8.
14. Park SH, Lee CS. The difference in degree of conversion between light-cured and additional heat-cured composites. *Oper Dent*. 1996; 21: 213-7.
15. International Organization for Standardization Dentistry – resin-based filling materials. Switzerland: ISO; 1988. 11p. (ISO 4049:1988).
16. Blackham JT, Vandewalle KS, Lien W. Properties of hybrid resin composite systems containing prepolymerized filler particles. *Oper Dent*. 2009; 34: 697-702.
17. Catelan A, Padilha AC, Salzedas LM, Coclete GA, dos Santos PH. Effect of radiotherapy on the radiopacity and flexural strength of a composite resin. *Acta Odontol Latinoam*. 2008; 21: 159-62.
18. Miyazaki M, Oshida Y, Moore BK, Onose H. Effect of light exposure on fracture toughness and flexural strength of light-cured composites. *Dent Mater*. 1996; 12: 328-32.
19. Rocha SS, Adabo GL, Vaz LG, Vido RN. Resistência à flexão de compósitos diretos utilizados em restaurações posteriores. *ROBRAC: Rev Odontol Brasil Central*. 2004;13:24-7.
20. Yesilyurt C, Yoldas O, Altintas SH, Kusgoz A. Effects of food-simulating liquids on the mechanical properties of a silorane-based dental composite. *Dent Mater J*. 2009; 28: 362-7.
21. Firoozmand LM, Pagani C. Influence of bleaching treatment on flexural resistance of hybrid materials. *Acta Odontol Latinoam*. 2009; 22: 75-80.
22. Muench A, Correa IC, Grande RH, João M. The effect of specimen dimensions on the flexural strength of a composite resin. *J Appl Oral Sci*. 2005; 13: 265-8.
23. Peutzfeldt A, Asmussen E. Mechanical properties of three composite resins for the inlay/onlay technique. *J Prosthet Dent*. 1991; 66: 322-4.

24. Huysmans MC, van der Varst PG, Lautenschlager EP, Monaghan P. The influence of simulated clinical handling on the flexural and compressive strength of posterior composite restorative materials. *Dent Mater.* 1996; 12: 116-20.
25. Hinoura K, Miyazaki M, Onose H. Effect of irradiation time to light-cured resin composite on dentin bond strength. *Am J Dent.* 1991; 4: 273-6.
26. Peutzfeldt A, Asmussen E. Effect of temperature and duration of post-cure on selected mechanical properties of resin composite containing carboxylic anhydrides. *Scand J Dent Res.* 1992; 100: 296-8.
27. Peutzfeldt A, Asmussen E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. *J Dent.* 2000; 28: 447-52.
28. Condon JR, Ferracane JL. In vitro wear of composite with varied cure, filler level, and filler treatment. *J Dent Res.* 1997; 76: 1405-11.
29. Venhoven BA, de Gee AJ, Werner A, Davidson CL. Influence of filler parameters on the mechanical coherence of dental restorative resin composites. *Biomaterials.* 1996; 17: 735-40.
30. Xu HH, Schumacher GE, Eichmiller FC, Peterson RC, Antonucci JM, Mueller HJ. Continuous-fiber preform reinforcement of dental resin composite restorations. *Dent Mater.* 2003; 19: 523-30.

AUTOR PARA CORRESPONDÊNCIA

Carlos Alberto dos Santos Cruz

Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, Faculdade de Odontologia de Araraquara,

UNESP – Univ Estadual Paulista, Rua Humaitá, nº 1680, 4º andar, sala 414, 14801-903 Araraquara - SP, Brasil

e-mail: cruz@foar.unesp.br

Recebido: 31/10/2010

Aceito: 16/04/2011