



FACULTAD DE ODONTOLOGIA

EVALUACIÓN IN VITRO DE LA MICRODUREZA PROFUNDA EN RESINA NANOHÍBRIDA USANDO DOS LÁMPARAS LED CON DIFERENTES TIEMPOS DE EXPOSICIÓN

Línea de investigación:

BIOMATERIALES

Tesis para optar el título profesional de Cirujano Dentista

Autora:

Salinas Saavedra, Talia Agustina

Asesora:

Medina y Mendoza, Julia Elbia

ORCID: 0000-0002-7176-4417

Jurado:

García Rupaya, Carmen Rosa

Oliva Chuman, José Gilberto

Chacón Gonzales, Doris Maura

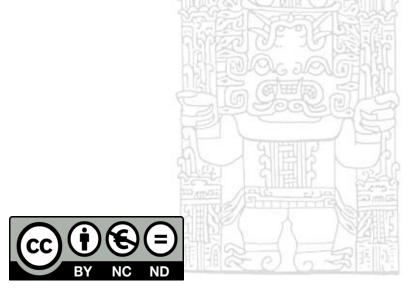
Lima - Perú

2021



Referencia:

Salinas, S. (2021). Evaluación in vitro de la microdureza profunda en resina nanohibrida usando dos lamparas led con diferentes tiempos de exposición [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Federico Villarreal]. Repositorio Institucional UNFV. http://repositorio.unfv.edu.pe/handle/UNFV/5670



Reconocimiento - No comercial - Sin obra derivada (CC BY-NC-ND)

El autor sólo permite que se pueda descargar esta obra y compartirla con otras personas, siempre que se reconozca su autoría, pero no se puede generar obras derivadas ni se puede utilizar comercialmente.

http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/





FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

EVALUACIÓN *IN VITRO* DE LA MICRODUREZA PROFUNDA EN RESINA NANOHÍBRIDA USANDO DOS LÁMPARAS LED CON DIFERENTES TIEMPOS DE EXPOSICIÓN

Línea de Investigación: Biomateriales

Tesis para optar el Título Profesional de Cirujano Dentista

Autora

Salinas Saavedra, Talia Agustina

Asesora Medina y Mendoza, Julia Elbia ORCID: 0000-0002-7176-4417

Jurado

García Rupaya, Carmen Rosa

Oliva Chuman, José Gilberto

Chacón Gonzales, Doris Maura

Lima - Perú

2021

AGRADECIMIENTO

Agradezco a Dios porque con él todo es posible, a mi madre Antonia Saavedra Pérez por su esfuerzo y su apoyo incondicional durante toda la carrera, a los docentes y amigos que fueron participe de mi evolución académica, a mi asesora la Dra. Julia Elbia Medina y Mendoza por su paciencia y entrega durante todo el desarrollo de mi investigación.

DEDICATORIA

Dedico la siguiente investigación a mi madre que ha sido mi fortaleza a lo largo de toda mi carrera, a mi hermano y mis primos por su constaste apoyo tanto emocional como económico y a todos aquellos que de alguna manera me impulsaron a iniciar mi experiencia universitaria.

ÍNDICE

Resumen

Abstract

I. Introducción	1
1.1 Descripción y formulación del problema	2
1.2 Antecedentes	4
1.3 Objetivos	6
- Objetivo General	6
- Objetivos Específicos	6
1.4 Justificación	7
1.5 Hipótesis	7
- Hipótesis General	7
II. Marco Teórico	8
2.1 Bases teóricas sobre el tema de investigación	8
III. Método	18
3.1 Tipo de investigación	18
3.2 Ámbito temporal y espacial	18
3.3 Variables	18
3.4 Población y muestra	19
3.5 Instrumentos	20
3.6 Procedimientos	20
3.7 Análisis de datos	22
3.8 Consideraciones éticas	22
IV. Resultados	23
V. Discusión de resultados	31

VI. Conclusiones	33
VII. Recomendaciones	34
VIII. Referencias	35
IX. Anexos	41
Anexo A. Ficha de recolección de datos	41
Anexo B. Declaración Jurada	43
Anexo C. Matriz de consistencia	44
Anexo D. Normas ISO 4049	46
Anexo E. Normativa ASTM E384	51
Anexo F. Certificado de calibración durómetro micro Vickers digital	60
Anexo G. Ejecución	62

Resumen

El propósito de este estudio in vitro fue evaluar la microdureza en bloques de resina fotopolimerizadas con dos lámparas de luz Led a 10 y 20 segundos y una lámpara de luz halógena a 40 segundos (grupo control). Se evaluaron 50 espécimen divididas en 5 grupos. Grupo 1, especímenes fotopolimerizados con lámpara de luz halógena ultra-lite5 por 40 segundos. Grupo 2, especímenes fotopolimerizados con lámpara Led Woodpecker por 10 segundos. Grupo 3, especímenes fotopolimerizados con lámpara Led Woodpecker por 20 segundos. Grupo 4, especímenes fotopolimerizados con lámpara Led Gnatus por 10 segundos y grupo 5, especímenes fotopolimerizados con lámpara Led Gnatus por 20 segundos. Se registraron las intensidades de luz de las lámparas Led Gnatus 400 mW/cm2 y en la lámpara Woodpecker 1000 mW/cm2, para la confección de los especímenes se utilizó cilindros preformados de 2mm de profundidad y después de 60 días se realizó el pulido; se realizó la prueba de durometría en la superficie inferior de cada espécimen. Los resultados muestran que el grupo 4 obtuvo el mayor valor de microdureza y el grupo 3 el menor valor. El análisis estadístico fue realizado por prueba t de Student, Anova, prueba de comparación múltiple post hoc de bonferroni con un nivel de significancia de 0.05. Se concluye que el grupo 4 (Led Gnatus por 10 segundos) obtuvieron los mayores valores de microdureza pese a tener el menor tiempo de exposición e intensidad de luz. Justificándose en que su irradiancia es más centrípeta.

Palabras clave: fotopolimerizada, microdureza, espécimen, irradiancia.

Abstract

The purpose of this in vitro study was to evaluate the microhardness in photopolymerized resin blocks with two Led light lamps at 10 and 20 seconds and a halogen light lamp at 40 seconds (control group). 50 specimens divided into 5 groups were evaluated. Group 1, specimens light-cured with an ultra-lite halogen lamp5 for 40 seconds. Group 2, specimens light-cured with Led Woodpecker lamp for 10 seconds. Group 3, specimens light-cured with Led Woodpecker lamp for 20 seconds. Group 4, specimens light-cured with a Led Gnatus lamp for 10 seconds and group 5, specimens light-cured with a Led Gnatus lamp for 20 seconds. The light intensities of the Led Gnatus 400 mW / cm2 lamps and the Woodpecker 1000 mW / cm2 lamp were recorded. For the preparation of the specimens, preformed cylinders of 2mm depth were used and after 60 days the polishing was carried out; durometry test was performed on the lower surface of each specimen. The results show that group 4 obtained the highest microhardness value and group 3 the lowest value. Statistical analysis was performed by Student's t test, Anova, Bonferroni post hoc multiple comparison test with a significance level of 0.05. It is concluded that group 4 (Led Gnatus for 10 seconds) obtained the highest microhardness values despite having the shortest exposure time and light intensity. Justifying itself that its irradiance is more centripetal.

Keywords: photopolymerized, microhardness, specimen, irradiance.

I. INTRODUCCIÓN

En el presente trabajo de investigación, se desarrolló el tema como microdureza profunda en bloques de resinas nanohíbridas fotopolimerizadas con lámparas Led en tiempos cortos. Motivado por la falta de estudios que no otorgan conclusiones claras para tomarlas como normas o leyes para el problema estudiado. Tuvo como designio la envergadura del tiempo de exposición de las lámparas Led como factor influyente de una correcta polimerización y así lograr una adecuada microdureza profunda de las resinas nanohíbridas; procedimiento que garantice la longevidad de las restauraciones.

Este trabajo presentará evidencia teórica y aporte clínico el cual permitirá al cirujano dentista optimizar tiempo y dinero en la elección de una lámpara de fotocurado y el procedimiento de restauraciones con resina en periodos cortos sin disminuir la calidad de estas.

La presente investigación fue de tipo experimental, comparativo, diseño que permitió alcanzar respuestas claras a las interrogantes que fueron planteadas en el desarrollo de este estudio.

Para su mayor compresión se revisaron literaturas actualizadas sobre polimerización, longitud de onda, irradiancia, fotoiniciadores, microdureza, tipo de fuente de luz y su clasificación.

Durante los últimos años las diferentes investigaciones sobre microdureza y fotopolimerización brindaron la información necesaria para un correcto procedimiento empleado en esta investigación, teniendo en cuenta la norma ISO 4049 y la normativa ASTM E384 para constatar los objetivos y responder el problema planteado.

1.1 Descripción y Formulación del Problema

Debido a la constante demanda estética dental se fue dejando de usar materiales restaurativos como la amalgama que no requerían fuentes de luz, obligándonos a los cirujanos dentista el uso de lámparas de polimerización y que ésta a su vez emita una luz que llegue a todas las áreas y profundidades de una restauración.

El inicio comercial de las resinas en los años 70, influyó en la aparición de las lámparas de fotocurado, inicialmente fueron lámparas luz ultravioleta luego las halógenas, plasma, laser y en los últimos años las lámparas de luz azul; las lámparas LED (Anusavice et al., 2013).

Existe una amplia variedad de lámparas LED, los fabricantes ofrecen al cirujano dentista lámparas que garantizan polimerizar resinas en 3 segundos, pero con una alta intensidad de luz, pero en la práctica podemos ver que estas fuentes emiten menos intensidad de luz; esto podría solucionarse aumentado el tiempo de exposición siempre y cuando el profesional tenga la certeza de salida real de luz. Es por ello que los fabricantes han integrado un medidor de intensidad de luz (radiómetros) en dichas lámparas las cuales no tenemos la certeza de que dicha intensidad sea la que marca el medidor (Abalos et al., 2004).

El objetivo principal del tratamiento restaurador es la adecuada polimerización, que garantice la supervivencia de las restauraciones. Este proceso químico infiere que los monómeros de las resinas se agrupen entre sí y formen un polímero (Flury et al., 2014).

La intensidad de radiación, longitud de onda y tiempo de exposición son elementos que aseguran el éxito de la Fotopolimerización (Knezevic et al., 2001).

La Profundidad de polimerización es una de las formas de evaluar la polimerización, el cual indica el tamaño del cuerpo de una resina que al ser fotopolimerizable mantiene una

conversión del monómero mayor al 50%, sin embargo, esto depende de muchos factores como el tamaño del grosor y tipo de resina, la intensidad lumínica, tiempo de exposición y la activación de fotoiniciadores (Heintze y Zimmerli, 2011).

Abalos et al. (2004) indican que el grado de conversión determina las propiedades físicas, mecánicas y biológicas del material restaurador.

Melara et al. (2008) refieren que "la cantidad de energía aportada por la lámpara se define como el producto de la intensidad por el tiempo de exposición" nosotros lo conocemos como irradiancia; por lo tanto, la cantidad de energía lumínica que recibe el material fotopolimerizable se relaciona con el grado de conversión y la dureza máxima de cada resina.

El poco interés en leer las especificaciones técnicas del material restaurativo antes de realizar un tratamiento induce a seguir un mismo protocolo para cualquier material sin respetar el máximo grosor de polimerización, tipo de lámpara y tiempo de exposición a utilizar; entonces será posible aplicar menos tiempo de exposición y obtener las mismas características mecánicas de las resinas. Una de las propiedades mecánicas es la dureza, la cual se puede evaluar tanto a nivel macro como micro mediante métodos rápidos y sencillos.

Para tal efecto es necesario responder la siguiente pregunta ¿Se obtendrá diferencias en el valor de microdureza profunda en la resina nanohíbrida utilizando dos lámparas Led a diferentes tiempos de exposición?

Frente a esta problemática planteada el propósito principal de este trabajo es determinar la microdureza profunda de las resinas nanohíbridas utilizando dos tipos de lámparas LED a diferentes tiempos de exposición.

1.2 Antecedentes

Málaga (2016) en Lima se publicó un estudio donde se comparó la microdureza en una resina compuesta nanoparticulada, se confeccionaron 90 muestras 10mm por 2mm divididos en tres subgrupos, Luz Baja (Soft star), luz Intermitente (Blinking light) y luz Intensa (bright light), se utilizó durómetro ZWICK / ROLL Indentec ZHV, con una carga de 500g. Los resultados se obtuvieron con análisis de ANOVA y pruebas de comparación múltiple y se encontró diferencia significativa entre los grupos. Se concluye que la resina nanoparticulada con técnica Soft star presentó mayor microdureza.

De Freitas et al. (2015) en Brasil se publicó un estudio en donde se evaluó la microdureza en una resina compuesta utilizando diferentes fuentes de luz. Se utilizó resina Filtek Z250 (3M) en moldes de teflón. Fueron utilizadas tres fuentes de luz, dos LED: Optilight CL (Gnatus®) y Radii (SDI®) y una luz halógena: Ultralux® (Dabialtante) por 40 segundos y se almacenaron durante 24 horas, se utilizó el microdurómetro de la marca Shimadzu® Micro Hardness Testers, con una carga de 300 gramos por 15 segundos con tres indentaciones. Para los resultados se utilizó el análisis de variancia ANOVA y test de Tukey-Kramer (p<0,05). Estadísticamente no proporcionó diferencia significativa entre las fuentes de luz, sin embargo, Ultralux® obtuvo valores superiores de dureza.

Nevárez et al. (2010) en Colombia se publicó un estudio donde se evaluó la microdureza profunda en una resina compuesta fotopolimerizada por diferentes fuentes de luz de diferentes potencias (halógena 440nW/cm2, led 810 mW/cm2 y laser 174 mW/cm2). Se confeccionaron 12 moldes de dos diferentes espesores y se fotocuraron por 40 segundos con las 3 lámparas. El análisis de durometría fue posterior a los 60 días en la superficie inferior. Se obtuvo diferencias significativas con la prueba ANOVA, mayor microdureza con la fuente de luz halógena y más baja con fuente de láser. Se concluye que los mayores niveles de

microdureza se obtuvieron con la lámpara halógena 440nW/cm2 a una profundidad de 2.5mm.

De Assunção et al. (2009) en Brasil se publicó un estudio cuyo objetivo fue evaluar la microdureza de resinas compuestas de uso directo (rcd) e indirecto (rci). Se confeccionaron matrices metálicas de 5,0mm de diámetro y 2,0mm de profundidad, el grupo estuvo conformado por tres resinas de uso directo: Gr1- Z250 de 3M, Gr2- W3D de Wilcos y Gr3-Esthetic X de Dentisply y cuatro de uso indirecto: Gr4- Resilab Master de Wilcos, Gr5- Vita VM LC de Vita Zahnfabrik, Gr6- Vita Zeta de Vita Zahnfabrik y Gr7-Sinfony de 3M. Las muestras de las rcd se realizaron con técnica incremental y se fotocuraron por 40 segundos y las muestras de rci con técnica según indicación del fabricante los cuales se almacenaron en agua destilada a 37°C por un día. La prueba de microdureza se realizó con microdurómetro digital (Future-Tech, Modelo FM 700), con una carga de 50 Kgf por 15 segundos. Los resultados se analizaron utilizando la prueba no paramétrica de Kruskal-Wallis y el de comparación múltiple de Dunn (p <0.05). Se verificó que no existe diferencia significativa de la microdureza de las rcd e indirectas. Se concluye que la única resina que alcanzo valores mayores de microdureza Vickers fue la rcd Z250.

Del Carmen y Morales (2017) en Brasil publicaron un estudio que tuvo como objetivo comparar la Resistencia Compresiva y la Dureza Superficial en resina monoincremental e incremental. Se confeccionaron 2 grupos de 18 moldes cada una. La durometría se obtuvo con durómetro de Rockwell HRa y la resistencia compresiva con Tensómeter. Se obtuvo como resultados diferencia significativas con prueba T Student. Se concluye que la resistencia compresiva fue mayor en resina incremental; sin embargo, la dureza fue similar en ambos grupos.

Gutarra (2018) en Perú se publicó un estudio que tuvo como objetivo comparar la microdureza superficial de una resina Bulk Fill según los días posteriores al pulido. La muestra estuvo conformada por 20 especímenes divididos en 2 subgrupos de 10 unidades cada una, el material elegido fue FiltekTM Bulk Fill 3M ESPE, según la ISO 4049. Un grupo con pulido inmediato y el otro grupo a las 24 horas. La durometría Vickers fue realizada con carga de 60 kg y el análisis fue con la prueba T-student. Los resultados favorecieron a los especímenes pulidos a las 24 horas con mayor microdureza superficial (147.7±19.88) con respecto a los especímenes pulidos inmediatamente (121.3±20.01) siendo estadísticamente significativo (P=0.0084), se concluye que cuanto mayor sea el tiempo posterior a la polimerización para realizar el pulido, mayor valor de microdureza se alcanzará.

1.3 Objetivos

- Objetivo General

Determinar la microdureza profunda de la resina nanohíbrida utilizando diferentes lámparas Led con diferentes tiempos de exposición.

- Objetivos Específicos

Comparar la microdureza profunda entre las dos lámparas LED a los 10 segundos.

Comparar la microdureza profunda entre las dos lámparas LED a los 20 segundos.

Comparar la microdureza profunda entre el control y la lámpara LED Woodpecker a los 10 segundos.

Comparar la microdureza profunda entre el control y la lámpara LED Woodpecker a los 20 segundos.

Comparar la microdureza profunda entre el control y la lámpara LED Gnatus a los 10 segundos.

Comparar la microdureza profunda entre el control y la lámpara LED Gnatus a los 20 segundos.

Comparar el grupo control y las dos lámparas a los 10 segundos.

Comparar el grupo control y las dos lámparas a los 20 segundos.

1.4 Justificación

Este estudio brinda aporte teórico ya que existen pocas investigaciones que comprueben si la microdureza profunda pueda ser afectada por el uso de lámparas Led en tiempos cortos; por ello este estudio busca crear nuevo conocimiento y ampliar conceptos en la comunidad científica de odontología y servir de base para nuevos estudios que determinen al tiempo de exposición como factor influyente en la microdureza profunda de las resinas nanohíbridas.

Adicionalmente nos brinda un aporte practico social ya que esto permitirá al odontólogo optimizar el tiempo de tratamiento sin disminuir la calidad de las restauraciones con consideraciones nuevas al realizar en el procedimiento clínico donde el tiempo de exposición debe ser considerado como factor influyente en la en la microdureza de las restauraciones.

Además del beneficio económico del paciente y su familia, logrando mayor longevidad de las restauraciones en la cavidad bucal.

1.5 Hipótesis

- Hipótesis General

A mayor tiempo de exposición de las resinas nanohíbridas se obtendrán mayores valores de microdureza profunda en la resina nanohíbrida.

II. MARCO TEÓRICO

2.1 Bases Teóricas sobre el Tema de Investigación

2.1.1 Historia de las Resinas

Desde los inicios el objetivo odontológico era mejorar siempre la estética; motivo por el cual siempre se están creando nuevos materiales dentales; así inicialmente los únicos materiales estéticos disponibles eran el silicato con baja resistencia al degaste, después surgirían las resinas acrílicas cuya dimensión térmica era variable y a la larga provocaba filtración marginal.

Bowen hizo estudios con Bis-GMA en 1962 para formar otras cadenas en las resinas y así poder potenciar sus propiedades (Hervás et al., 2006).

El color era inestable debido a la manipulación inadecuada de la base y el catalizador es por esto que hace casi 50 años utilizamos materiales activados con luz, inicialmente luz ultravioleta con resultados perjudiciales y posteriormente activados por luz visible (Hofmann et al., 2002).

2.1.2 Resinas Compuestas

Rodríguez y Pereira (2007) menciona que las resinas compuestas se obtienen por mezclar resinas y rellenos utilizando el silano como nexo.

- **2.1.2.1** Composición de las Resinas. Vasudeva (2009) expone la composición de las resinas por una matriz orgánica o fase orgánica, matriz inorgánica o material de relleno o fase dispersa y un silano o agente de unión.
- La Matriz Orgánica o Fase Orgánica. Responsable de la estabilidad del color y el reblandecimiento; además propiedades como la contracción a la polimerización y la

absorción de agua dependen de ella, factor influyente también para la fuerza, rigidez y resistencia a la abrasión (Vasudeva, 2009).

Está constituida básicamente por 4 elementos.

- Sistema de monómeros mono, di- o trifuncionales, ofrece la viscosidad necesaria para la manipulación, el monómero más utilizado es representado por el Bis-GMA; este al ser de alta viscosidad se ve obligado a agregar otros monómeros como TEGDMA, UDMA para obtener la menor contracción (Ferracane, 1995; Ferracane, 2011).
- Sistema (camforoquinona), el cual es precursor de la polimerización de los radicales
 libres cuyo rango de longitud de onda está entre 450 y 500 nm, siendo su pico más alto de
 470nm (Chen, 2010).
- Sistema de estabilizadores o inhibidores, responsables de la máxima durabilidad durante la manipulación y estabilidad después de la polimerización siendo el representante el éter monometílico de hidroquinona (Hervás et al., 2006; Vasudeva, 2009).
- Absorbentes de la luz ultravioleta, responsable de la estabilidad del color evitando decoloraciones a mediano y largo plazo, el protagonista es la 2- hidroxi-4metoxibenzofenona (Hervás et al., 2006; Vasudeva, 2009).
- La Matriz Inorgánica, Material de Relleno o Fase Dispersa. Aumenta la Fuerza, el módulo de elasticidad y reduce la contracción y el coeficiente de expansión térmica; estos rellenos pueden ser cuarzo, sílice coloidal y vidrio de sílice con elementos como bario, estroncio y zirconio (Chen, 2010).

El tamaño, distribución y cantidad de relleno influye en las propiedades mecánicas y físicas de las resinas compuestas (Terry, 2004).

- Agente de Unión. Chen (2010) refiere que el abanderado es el silano, 3-metacriloxipropiltrimetoxysilano (MPTS) debido a función bipolar de relleno y matriz.

El cual participa también en las propiedades mecánicas (Vasudeva, 2009).

2.1.2.2 Clasificaciones de las Resinas Compuestas según el Tamaño. Ferracane (2011) clasifica a las resinas en: resinas de macrorelleno (10-50 μm) a pesar de ser muy resistentes se tuvieron que dejar de usar por su difícil pulido, rugosidad y facilidad a la pigmentación. Las resinas de microrelleno (40-50 μm) son partículas microscópicas con alto valor estético sin embargo débiles para restauraciones en dientes con mayor función masticatoria.

Luego surgen las resinas híbridas (10-50 µm + 40 nm). Son partículas aún más pequeñas su agregado de sílice dificulta el pulido (Ferracane, 2011).

Las resinas de minirelleno o microhíbridas (0.6-1 µm + 40 nm) su uso en restauraciones anteriores y posteriores le confiere valor de universales, las cuales tiene un efecto mejorado en fuerza y pulido (Echeverría y Pumarola, 2008).

La buena proporcionalidad de las partículas prometía un mejor manejo clínico; posee 60%- 70% de relleno en volumen (lo que equivale a un 77%-84% en peso). Resistente al desgaste y a la fractura, con el defecto de la pérdida del pulido en un tiempo reducido (Sakaguchi y Powers, 2012).

Resinas nanorelleno (5-10nm) que no es más que una resina microhíbrida con más nanopartículas y rellenos prepolimerizados que otorgan alta translucidez y pulido superior (Fahl, 2010; Ferracane, 2011).

2.1.3 Dureza

Barceló y Palma (2004) definen como la resistencia a la penetración, al desgaste o al rayado evitando la deformación plástica; además determina la deformación y resistencia a la indentación confrontado a la estructura dental.

Los valores de dureza antedicho en Vickers son: esmalte (348HV) y dentina (80 HV) (Chinelatti et al., 2006).

2.1.3.1 Sistemas de medición de dureza.

- Sistema Brinell. Consta de la presión que se ejerce con la bolilla de acero o carburo de tungsteno sobre el material, la impresión es de forma de un casquete esférico la cual se mide directamente en la máquina, no sirve para materiales frágiles, no tiene en cuenta la recuperación elástica (Callister, 1994).
- Sistema Rockwell. La dureza se precisa con el grado de penetración del penetrador pequeño que es una bolilla de acero o un cono de diamante, este sistema otorga menor carga y no necesita usar fórmula, es más rápido, aunque ofrece menos garantía de exactitud (Callister, 1994).

Macchi (1993) señala que los métodos más exactos son sistema knoop y Vickers, cuyos indentadores son de diamante de forma específica.

- Sistema Knoop. La dureza se determina a razón de la carga aplicada y el área de la impronta dejada en la superficie, esta no tiene en cuenta la recuperación elástica del material. La medida de la dureza es registrada en la diagonal mayor a causa de la recuperación del volumen del material al retirar el penetrador (Santos et al., 2001).

 Sistema Vickers. El ensayo Vickers es más preciso, porque logra una deformación inferior del penetrador, para durezas que sobrepasan los 500 Brinell (Macchi, 1993).

Las mediciones se pueden realizar en muestras muy pequeñas debido a que la huella es microscópica, se puede determinar la dureza de materiales bastante frágiles como lo son los materiales dentarios. La ventaja de la prueba Knoop sobre Vickers es poder medir laminas mucho más delgadas siendo en Vickers 0.2 mm la medida mínima, suficiente para medidas en materiales dentales (Anusavice et al., 2013).

El método Vickers mide la dureza basado en la formación de una muesca muy pequeña mediante una fuerza relativamente baja, el diamante tiene una geometría específica con una fuerza de 1 a 1000 gf. Es una prueba de microindentación que se realiza para cuantificar las variaciones en la dureza que ocurren sobre pequeñas distancias con pequeñas sangrías. La fuerza debe ser exacta, el sistema óptico debe ser de alta calidad. El indentador Vickers no es alterado por la elección de la fuerza de prueba, de 25 a 1000 gf, porque la geometría de sangría es constante en función de la sangría profundidad. El plano de la superficie de la muestra de ensayo debe ser perpendicular al eje del indentador y la dirección de la fuerza. La superficie de la muestra de ensayo debe ser plano, y sin relieve de superficie, para obtener una prueba válida (Anexo E).

El tiempo desde el inicio de la fuerza hasta la fuerza de prueba total, no debe exceder de 10 s con una velocidad entre 15 y 70 μm / s la cual no es ajustable por el usuario. La fuerza de prueba completa se aplicará durante 10 a 15 s. El indentador Vickers es un material altamente pulido, Diamante piramidal de punta cuadrada con ángulos de cara 136 ° las cuatro caras del indentador Vickers serán igualmente inclinado al eje del indentador (dentro de 6 30 °) y deberá reunirse en un punto afilado (Anexo E).

2.1.4 Fuentes de Fotopolimerización

La luz ultravioleta fue la primera fuente de luz entre los años 70, con desventajas como escasa capacidad de penetración, lentitud de fotoactivación y riesgo a daño a la piel y la visión y fue sustituida por la lámpara halógena la cual duro hasta los años 90 (Gagliani et al., 2002).

2.1.4.1 Lámparas Luz Halógena. Estas lámparas desprendían una luz blanca con filtro de 100nm de banda que oscilaba entre 400 y 500 nm, esta luz ejercía acción sobre la camforoquinona y se disipaba en forma de calor el cual obligó a los fabricantes incluir un ventilador que al ser activado producía contaminación del área, el filtro se astillaba y duraba poco tiempo, pero eran más económicas (Mirabella et al., 2008).

Para reducir la contracción se tuvo que incluir el método soft-start, que es un sistema el en cual se incrementa la intensidad automáticamente debido a que los materiales resinosos necesitaban mayor tiempo de fotopolimerización y esto conllevaba más contracción (Hasegawa et al., 2001).

- 2.1.4.2 Lámparas de Plasma. Las radiaciones con esta lámpara eran muy altas 2400mW/cm2 debido a sus componentes como el tungsteno y el xenón reduciendo el tiempo de trabajo sin embargo no redujo la contracción. Su longitud de onda oscilaba entre 460 y 480nm, su luz tenía un espectro de 20nm, pero si se encontraba con otro fotoiniciadores no tenía la misma función. También necesitaba de ventiladores duro pocos años (Chaple et al., 2016).
- **2.1.4.3 Lámparas Laser.** La primera fabricación fue realizada por Charles W. Hull en 1986 poseía una alta intensidad reduciendo el tiempo de trabajo con longitudes de onda

450-514nm y pico más alto 488nm cercano a la camforoquinona generando mayor profundidad de polimerización (Chaple et al., 2016).

Bouschlicher et al. (1997) han demostrado mejora en las propiedades físicas de los composites fotopolimerizados, ya que poseen una alta especificidad de la longitud de onda 40nm, a pesar de que la temperatura era menor la contracción aumentaba en la interface resina/diente dando lugar a una mayor microfiltración, además eran muy costoso.

2.1.4.4 Lámpara LED. Ya se utilizaba poco antes del siglo XXI, el n y p-estimulado semiconductores que al recibir la electricidad creaban un espacio de intercambio libre de electrones siendo la donación del n-estimulado al p-estimulado dando lugar a una luz característica de hoy en día y transforma el 90% de energía en luz. El intervalo de absorción de la camforoquinona va de 360 y 520nm y su pico máximo 465nm, debido a que la mayoría de fotones interactuaban esto explicaba que sea mayor la profundidad y conversión del fotocurado con respecto a las lámparas de luz halógena, aún funcionando a intensidades de 100mW/cm2 siendo ineficiente con otros fotoiniciadores. Estas lámparas evitaron el uso de ventiladores por poseer en su estructura un agente disipador de calor, el aluminio; en la actualidad nos brindan ventajas como practicidad, menor ruido y bajo costo (Chaple et al., 2016).

2.1.5 Clasificación de las Generaciones LED

2.1.5.1 Led de Primera Generación. A pesar de su fracaso en la fabricación en 1995 surge el primer prototipo a finales del 2000; brindaban un chip que proporcionaba 30–60 mW en una matriz plana con emisión única de 5mm, se logró disminuir el tiempo de polimerización debido a que la energía era suficiente para activar camforoquinona, esta generación tenía mayor salida de radiación (450-470 nm) en relación a las lámparas de cuarzo-tungsteno-halógeno (QTH). Sus desventajas fueron las baterías de NiCad de pobre

rendimiento y efecto memoria. En promedio la polimerización era menor que las otras fuentes de la época (Rueggeberg, 2011).

2.1.5.2 Led de Segunda Generación. Rueggeberg (2011) refiere que estas lámparas tenían varias matrices emisoras en un solo chip de 1 W específicos para odontología hoy llamadas lámparas de luces azules.

Luxeon (Philips Lumileds Lighting Company) utilizaba 2 tipos de chip; un Chip de 1W (Luxeon LXHL-BRD1 o –MRD1 que genera 140mW de salida) y el 5Wchip (Luxeon LXHL-PRD5 o –MRD5, que genera 600mW de salida). La potencia de salida de luz era mayor casi unas 10-20 veces mayor a las de la primera generación. No tenían la capacidad de fotocurar materiales con iniciadores que utilizan longitudes cortas. Poseen batería NiMH, estas también poseen disipador de calor, pero utilizado menor tiempo (Rueggeberg, 2011).

2.1.5.3 Led de Tercera Generación. Surgen debido a la limitación de solo fotocurar materiales con camforoquinona; estas lámparas tienen chip que emitían varias extensiones de onda logrando fotocurar otros materiales. La primera lámpara poseía un Chip central de 5W blue LED y alrededor cuatro de baja potencia. LEDS violetas (alrededor de 400 nm). Poseen batería NiMH o Li-ion. Proporciona irradiancia suficiente para fotopolimerizar cualquier material (Rueggeberg, 2011).

2.1.6 Polimerización

Knezevic et al. (2001) definen la polimerización como el nivel de transformación del material a usar, decisivos para potenciar propiedades físicas, mecánicas y biológicas al aplicarle la fuente de luz que brinda factores de envergadura como la intensidad de radiación, longitud de onda y tiempo de exposición en la polimerización.

Carrillo y Monroy (2009) refieren que existen 4 procesos durante la polimerización las cuales son la activación, iniciación, propagación y Terminado.

Abalos et al. (2004) indican que la intensidad de la luz es un tema aún desconocido y crucial para obtener la óptima polimerización.

2.1.7 Energía de la Lámpara

Resulta de la multiplicación de la intensidad por el tiempo de exposición. Esta se transmite en forma de onda del aire al sólido traslúcido. Tiene relación directa con la polimerización y la dureza máxima del material (Melara et al., 2008).

2.1.8 Trecho entre Material y Fuente de Luz

Esta distancia pose una relación indirectamente proporcional a la intensidad de fotopolimerización y la penetración (Melara et al., 2008).

2.1.9 Fotoiniciadores

Después de la radiación los fotoactivadores producen radicales libres, competente sobre el monómero sucesores de la reacción (Schneider et al., 2006).

Están compuesto por dos elementos; el fotoiniciador, absorbente derechamente de luz y el coiniciador, el cual interactúa con el iniciador activado dando lugar a radicales libres generando la polimerización (Ogunyinka et al., 2007).

El abanderado es la camforoquinona, (di-2,3-diketo-1, 7, 7-trimetilnorcanfano) el cual posee un rango de absorción (400 y 500 nm), con una máxima cumbre de 470 nm, esta requiere un cedente de electrones: amina terciaria alifática (dimetil-amino-etil-metacrilato = DMAEMA) (Ogunyinka et al., 2007).

Remotamente se ha introducido al mercado materiales con nuevos iniciadores como el 1-fenil-1,2-propanedione (PPD de 393 nm) y el benzil (BZ 385 nm). La absorción cumbre de estos últimos fotoiniciadores se inclina más a la luz ultravioleta y se alarga tenuemente a la zona de luz visible. Si utilizamos lámparas con longitud de onda de (430-480 nm) esto dará lugar a una pobre generación de radicales libres por la tanto un fracaso en la polimerización; se recomendaría el uso de lámpara de luz halógena las cuales expresan rangos de longitudes de onda más extenso (400-500 nm) (Neumann et al., 2006).

2.1.10 Energía Total o Luz Útil

Es la luz emitida por la lámpara el cual el fotoiniciador capta (Ogunyinka et al., 2007). Así mismo Halvorson et al. (2002) definen como la energía que capta el material. Si lo plasmamos en una ecuación sería el resultado de multiplicar intensidad de la luz y tiempo de exposición. Como lección el producto de 20 segundos x 800 mW/ cm2 = 16,000 mWs/cm2, equivalente a 16 J/cm2. Estudios indican que 24 J/ cm2 es la dosis mínima para adecuada polimerización y varia por la particularidad de cada resina.

Vigentemente 16 J/cm2 es la dosis aceptable para polimerizar 2mm de espesor totalmente (Pfeifer et al., 2009).

2.1.11 Irradiancia

Rueggeberg (2011) refiere a la irradiancia como "Energía total entregada durante una duración de exposición dada en la punta radiar" en mW/cm2.

III. MÉTODO

3.1 Tipo de Investigación

Enfoque: Cuantitativo, porque las variables pueden ser medidas en unidades Vickers.

Diseño: Experimental, porque se formaron grupos de manera aleatoria.

Comparativo: se toma valores de diferentes lámparas y diferentes tiempos de polimerización registra las diferencias entre las medidas de las variables.

Tiempo de ocurrencia de los hechos: Prospectivo, porque se recogen los datos a los 10 y 20 segundos.

Registro de la información: los datos serán medidos y recolectados por el investigador.

Periodo y secuencia de estudio: transversal, se tomará en diferentes tiempos de 10 y 20 segundos.

3.2 Ámbito Temporal y Espacial

Temporal: High Technology Laboratory Certificate SAC, Eusebio Teheran Robert Nick.

Espacial: Jr. Las sensitivas Mz. D lote 6 Urb. los jardines san juan de Lurigancho, Lima-Perú.

3.3 Variables

- Variable independiente: tiempo de fotoactivación
- Variable dependiente: microdureza profunda

Operacionalización de variables

Variables	Definición Conceptual	Indicadores	Escala	Valor
Variable	Es el grado de	Indentación en		
dependiente:	resistencia de un	forma romboidal en		Unidades
Microdureza	material a la	el espécimen de	Razón	Vickers=HV
profunda	deformación plástica	resina		Kg/mm2
	después de someterse			
	a una fuerza.			
Variable	Tiempo de	Tiempo	Nominal	10segundos
independiente:	exposición con la	programado por la		20segundos
Tiempo de	lámpara medida en	lámpara		
fotoactivación	segundos.			

3.4 Población y Muestra

3.4.1 Población de Estudio

Espacimenes de resina.

3.4.2 Muestra

Constituida por 50 especímenes de resina de acuerdo con ISO 4049 (Anexo D).

3.4.3 Unidad de Análisis

Especímenes de resina.

3.4.4 Muestreo

Se asignó aleatoriamente 10 especímenes para cada grupo de estudio.

3.4.5 Criterios de Selección

Criterios de Inclusión.

Especímenes totalmente fotopolimerizados.

Especímenes pulidos.

Especímenes de un solo material de resina de la marca 3M Z250.

Criterios de Exclusión.

Especímenes que presenten lesiones durante la fotopolimerización (burbujas).

Especímenes con superficies irregular.

3.5 Instrumentos

Se utilizó el durómetro digital micro Vickers modelo HV-1000 indentación 8975 calibrado (Anexo F) carga (100gf/10segundos).

3.6 Procedimientos

3.6.1 Preparación de la Muestra

Se utilizó lámparas cuyas especificaciones técnicas son: lámpara led Gnatus Optilight color Verde con longitud de onda: 420 − 480nm, potencia de la luz: ≥ 1200mw/cm2 y lámpara Led Woodpecker led f (curing light) longitud de onda 420-480 nm y alta potencia: 1000mw/cm2.

Se realizó la medición de las intensidades de luz de las lámparas Led siendo 400 mW/cm2 en la lámpara Gnatus y 1000 mW/cm2 en la lámpara Woodpecker (ver Anexo G) para la confección de los especímenes se confeccionaron 50 bloques de resina en dispositivos preformados de la marca Dentsply de la siguiente manera.

Grupo 1, especímenes fotopolimerizados con lámpara de luz halógena ultra-lite5 por 40 segundos. Grupo 2, especímenes fotopolimerizados con lámpara Led Woodpecker por 10 segundos. Grupo 3, especímenes fotopolimerizados con lámpara Led Woodpecker por 20 segundos. Grupo 4, especímenes fotopolimerizados con lámpara Led Gnatus por 10 segundos. Grupo 5, especímenes fotopolimerizados con lámpara Led Gnatus por 20 segundos. Las cuáles fueron apoyadas en una platina de vidrio después se depositó las resinas en los moldes de 2mm luego se colocará un cubre objetos y se procedió a polimerizar durante 10 segundos a una distancia de 1mm; se retiró del molde y con ayuda de una espátula se retiró el material no polimerizado según ISO 4049 (ver Anexo D) y se realizó lo mismo con el tiempo de exposición de 20 segundos con lámpara Led Gnatus y Woodpecker. El grupo control se realizó el mismo procedimiento con la lámpara de luz halógena ultra-lite5 por 40 segundos.

3.6.2 Pulido de la Superficie

Después de 60 días se realizó el pulido en la superficie inferior con lijas de agua de N° 400 hasta 1500 (ver Anexo G) hasta obtener una superficie lisa y brillosa para obtener valores confiables en la prueba de durometría en la superficie inferior de cada espécimen.

3.6.3 Prueba de Durometría

Se evaluó en la superficie inferior de cada espécimen en el durómetro digital micro Vickers modelo HV-1000 indentación 8975, se registró 3 indentaciones por superficie mediante la normativa ASTM E384 (ver Anexo E) se registró la diagonal mayor y menor dando como resultado el valor absoluto de durometría en cada indentación y se obtuvo el promedio. Después se registraron las fotografías en el microscopio 20x del mismo durómetro (ver Anexo G).

3.7 Análisis de Datos

Se elaboraron tablas de resumen con medidas descriptivas (media, desviación estándar, mínimo, máximo), se elaboraron gráficos de barras con sus barras de error.

Para comparar entre dos grupos se utilizó la prueba t de Student y para comparar más de dos grupos se utilizó la técnica del análisis de varianza (ANOVA), al encontrar diferencias significativas, se realizó la prueba de comparación múltiple post hoc de Bonferroni (para muestras pequeñas) para determinar entre que pares hay diferencias significativas. Todos los análisis se realizaron con un nivel de significancia de 0.05. Para el análisis de datos se utilizó el programa estadístico Stata v15.0.

3.8 Consideraciones Éticas

- Normas ISO 4049 (ver Anexo D).
- Normativa ASTM E384 (ver Anexo E).
- Declaración de conflicto de intereses (ver Anexo B).
- La presente investigación deslinda cualquier tipo de conflictos de intereses con las empresas y marcas utilizadas en el presente trabajo.
 - Respeto a la autoría, citas APA y lineamientos UNFV.

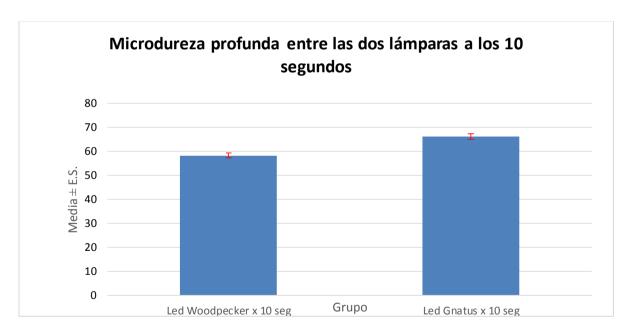
IV. RESULTADOS

Tabla 1Comparación de la microdureza profunda entre las dos lámparas LED a los 10 segundos

Grupo	Nº	Media	E.S.	D.S.	[Interval (Conf. 95%]	t	P
Led Woodpecker x	10	58.28	1.09	3.44	55.82	60.74		
10 segundos Led Gnatus x 10							-4.725	0.0002
segundos	10	66.18	1.27	4.01	63.31	69.05		

Figura 1

Comparación de la microdureza profunda entre las dos lámparas LED a los 10 segundos



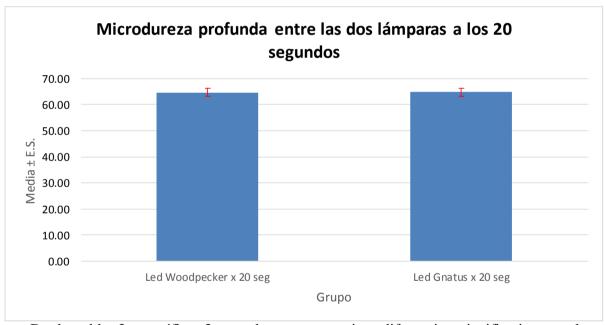
Nota. De la tabla 1 y gráfico 1, se observa que existe diferencias significativas en la microdureza profunda promedio entre las dos lámparas led a los 10 segundos, siendo mayor en la lámpara Gnatus, P < 0.05.

Tabla 2Comparación de la microdureza profunda entre las dos lámparas LED a los 20 segundos

Grupo	Nº	Media	E.S.	D.S.	[Interval	Conf. 95%]	t	P
Led Woodpecker x	10	64.72	1.43	4.52	61.49	67.95		
20 segundos							-0.0343	0.973
Led Gnatus x 20 segundos	10	64.79	1.45	4.60	61.50	68.08	-0.0343	0.713

Figura 2

Comparación de la microdureza profunda entre las dos lámparas LED a los 20 segundos



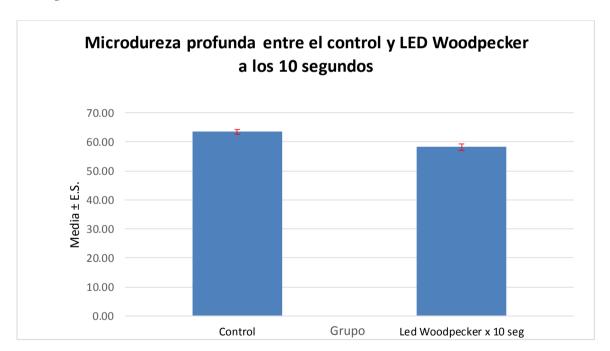
Nota. De la tabla 2 y gráfico 2, se observa que existe diferencias significativas en la microdureza profunda promedio entre las dos lámparas a los 20 segundos, siendo mayor en la lámpara Gnatus, P > 0.05. Siendo los promedios similares.

Tabla 3Comparación de la microdureza profunda entre el control y la lámpara LED Woodpecker a los 10 segundos

Grupo	Nº	Media	E.S.	D.S.	[Intev. Con	f. 95%]	t	P
Control	10	63.46	0.88	2.80	61.46	65.46		
Led Woodpecker x 10 segundos	10	58.28	1.09	3.44	55.82	60.74	3.6929	0.0017

Figura 3

Comparación de la microdureza profunda entre el control y la lámpara LED Woodpecker a los 10 segundos



Nota. De la tabla 3 y gráfico 3, se observa que se encuentran diferencias significativas en la microdureza profunda entre control y LED Woodpecker a los 10 segundos, siendo mayor en el grupo control, P < 0.05.

Tabla 4Comparación de la microdureza profunda entre el control y la lámpara LED Woodpecker a los 20 segundos

Grupo	Nº	Media	E.S.	D.S.	[95% Conf.	Interval]	t	P
Control	10	63.46	0.88	2.80	61.46	65.46		
Led								
Woodpecker x	10	64.72	1.43	4.52	61.49	67.95	-0.7496	0.4632
20 segundos								

Figura 4

Comparación de la microdureza profunda entre el control y la lámpara LED Woodpecker a los 20 segundos.



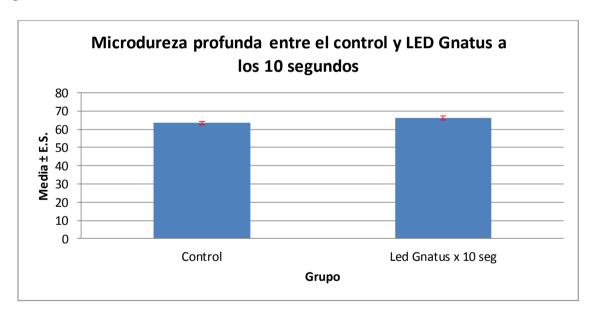
Nota. De la tabla 4 y gráfico 4, se observa que no se encuentran diferencias significativas en la microdureza profunda entre control y LED Woodpecker a los 20 segundos, siendo similares los promedios, P > 0.05.

Tabla 5Comparación de la microdureza profunda entre el control y la lámpara LED Gnatus a los 10 segundos

Grupo	Nº	Media	E.S.	D.S.	[Interv. C	onf. 95%]	t	P
Control	10	63.46	0.88	2.80	61.46	65.46	-1.7579	0.0958
Led Gnatus x 10 segundos	10	66.18	1.27	4.01	63.31	69.05		

Figura 5

Comparación de la microdureza profunda entre el control y la lámpara LED Gnatus a los 10 segundos

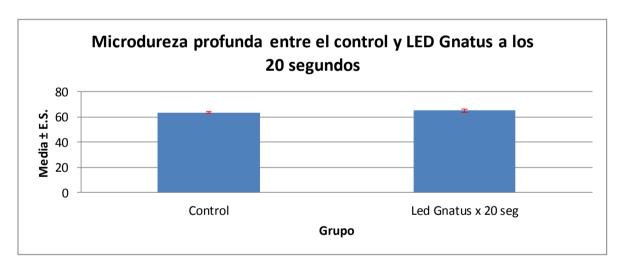


Nota. De la tabla 5 y gráfico 5, se observa que no se encuentran diferencias significativas en la microdureza profunda entre control y LED Gnatus a los 10 segundos, siendo ligeramente mayor en LED Gnatus a los 10 segundos, P > 0.05.

Tabla 6Comparación de la microdureza profunda entre el control y la lámpara LED Gnatus a los 20 segundos

Grupo	Nº	Media	E.S.	D.S.	[Intev. C	Conf. 95%]	t	P
Control	10	63.46	0.885	2.798	61.458	65.462	-0.781	0.445
Led Gnatus x 20	10	64.79	1.455	4.601	61.499	68.081		
segundos	10	U 1 .//	1.433	4.001	01. 4 77	00.001		

Figura 6Comparación de la microdureza profunda entre el control y la lámpara LED Gnatus a los 20 segundos



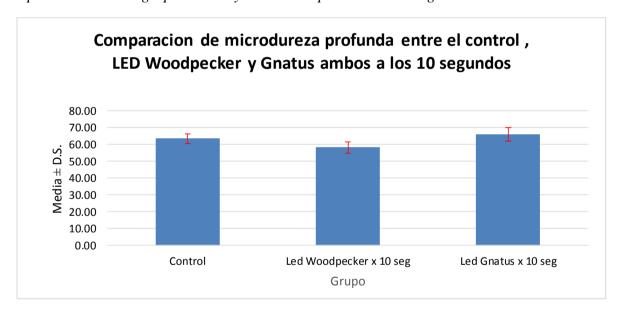
Nota. De la tabla 6 y gráfico 6, se observa que no se encuentran diferencias significativas en la microdureza profunda entre control y LED Gnatus a los 20 segundos, siendo ligeramente mayor en LED Gnatus a los 20 segundos, P > 0.05.

Tabla 7Comparación entre el grupo control y las dos lámparas a los 10 segundos

Grupo	N^o	Media	D.S.	F	P
Control	10	63.46	2.80		
Led Woodpecker x 10 segundos	10	58.28	3.44	13.500	0.0001
Led Gnatus x 10 segundos	10	66.18	4.01		

Figura 7

Comparación entre el grupo control y las dos lámparas a los 10 segundos



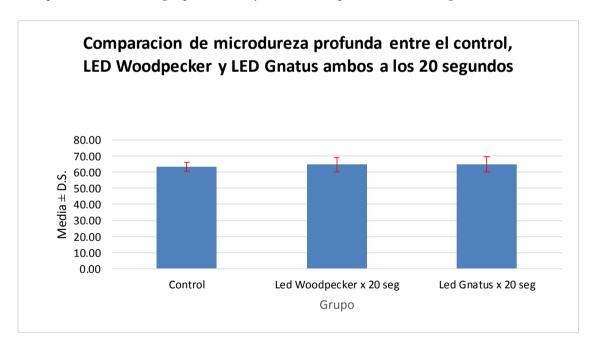
Nota. De la tabla 7 y gráfico 7, se observa que se encuentran diferencias altamente significativas entre las dos lámparas a los 10 segundos y el grupo control, P < 0.05. Al evaluar entre quienes son las diferencias significativas se encontró que el grupo de resina con LED Woodpecker a los 10 segundos es diferente en promedio de la microdureza con el control y con LED Gnatus a los 10 segundos, P < 0.05.

Tabla 8Comparación entre el grupo control y las dos lámparas a los 20 segundos

Grupo	Nº	Media	D.S.	F	P
Control	10	63.46	2.80		
Led Woodpecker x 20 segundos	10	64.72	4.52	0.340	0.7147
Led Gnatus x 20 segundos	10	64.79	4.60		

Figura 8

Comparación entre el grupo control y las dos lámparas a los 20 segundos



Nota. De la tabla 8 y gráfico 8, se observa que no se encuentran diferencias significativas en la microdureza profunda entre las dos lámparas a los 20 segundos y el grupo control, P > 0.05. Pero se puede describir que el grupo control es el que presenta menor promedio.

V. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La microdureza de las resinas propiedad inherente a estas, es poco estudiada a pesar de los múltiples lanzamientos al mercado en lámparas de uso odontológico; propiedad importante para preservar la longevidad de las restauraciones.

La Hipótesis general se rechaza ya que este estudio obtuvo mayores valores de microdureza en los especímenes fotopolimerizados con menor tiempo de exposición.

En esta investigación se realizó la evaluación de la microdureza profunda de resina nanohíbridas con dos lámparas Led a diferentes tiempos de exposición, los resultados obtenidos muestran diferencias significativas al comparar las lámparas y los tiempos lo cual difieren con algunas investigaciones.

De Freitas et al. (2015) concluyó que con la lámpara de luz halógena Ultralux consiguió mayores valores de microdureza que con la lámpara Gnatus; en este estudio los mayores valores se obtuvieron con la lámpara Gnatus a los 10 segundos de exposición.

Nevárez et al. (2010) indicó que la microdureza fue mayor en halógena 440nW/cm2 > LED 810 mW/cm2> laser 174 mW/cm2; en este estudio los especímenes fotopolimerizados con la lámpara con luz Led fue mayor en comparación con la luz halógena. Esta investigación indica que, si existe diferencias altamente significativas entre las dos lámparas a los 10 segundos y el grupo control, P < 0.05.

De Assunção et al. (2009) verificó que los valores de microdureza de las rcd analizadas no diferían estadísticamente entre sí.

La microdureza profunda es mayor en los especímenes fotocurado con lámpara Led

Gnatus por 10 segundos en comparación con los estudios de Del Carmen y Morales difieren
encontrando similitud en la microdureza

Gutarra (2018) indicó que las muestras pulidas 24 horas después obtuvieron mayores valores de microdureza; las muestras en este estudio fueron pulidas dos meses después y los valores obtenidos de microdureza fueron superiores

VI. CONCLUSIONES

- Los especímenes que presentaron mayores valores de microdureza profunda fueron los fotopolimerizados con la lámpara de luz Led Gnatus durante 10 segundos de exposición.
- Los especímenes presentaron valores similares de microdureza profunda con la fotopolimerización de las lámparas de luz Led Gnatus y Woodpecker durante 20 segundos de exposición.
- Los especímenes que presentaron mayores valores de microdureza profunda fueron los fotopolimerizados con la lámpara de luz Halógena durante 40 segundos de exposición, en comparación a la luz Led Woodpecker durante 10 segundos de fotopolimerización.
- Los especímenes presentaron valores similares de microdureza profunda con la fotopolimerización de las lámparas de luz Halógena por 40 segundos y Luz Led Woodpecker durante 20 segundos de fotopolimerización.
- Los especímenes que presentaron mayores valores de microdureza profunda fueron los fotopolimerizados con la lámpara de luz Led Gnatus por 10 segundos de exposición, en comparación a la luz Halógena por 40 segundos de fotopolimerización.
- Los especímenes que presentaron mayores valores de microdureza profunda fueron los fotopolimerizados con la lámpara de luz Led Gnatus por 20 segundos de exposición, en comparación a la luz Halógena por 40 segundos de fotopolimerización.
- El grupo de resina fotopolimerizada con luz LED Woodpecker a los 10 segundos es diferente en promedio de la microdureza con el control y con LED Gnatus a los 10 segundos.
- No se encuentran diferencias significativas en la microdureza profunda entre las dos lámparas a los 20 segundos y la luz halógena por 40 segundos de Fotopolimerización.

VII. RECOMENDACIONES

- Al elegir una resina para una restauración, esta sea manipulada siguiendo las indicaciones del fabricante para potenciar sus propiedades.
- Se recomienda que al utilizar las lámparas Led de segunda generación los tiempos de exposición no sean menores de 20 segundos y con bloques de resinas no mayores de 2mm.
- No es obligatorio que al optar por una lámpara odontológica esta posea una intensidad de luz alta, sino que dicha luz se distribuya de manera uniforme desde la superficie superior hasta la inferior.
- Dejo abierta esta investigación para utilizarla con lámparas y tiempos diferentes, también usar nuevos protocolos con resinas con diferentes iniciadores y lámparas de última tecnología.

VIII. REFERENCIAS

- Abalos, C., Jiménez, A., Hernández, J. y Jiménez, E. (2004). Comportamiento de la intensidad de la luz en las lámparas halógenas a través de la resina compuesta.

 *Dentum, 4(2), 44-49. https://docplayer.es/56154963-Actualizacion-de-los-diferentes-tipos-de-lamparas-de-fotopolimerizacion-revision-de-la-literatura.html
- Anusavice, K. J., Chiayi, S. y Rawls, H. R. (2013). *Phillip's Science of Dental Materials* (11^a ed.). Elsevier.
- Barceló, F. H. y Palma, J. M. (2004). *Materiales dentales: Conocimientos básicos aplicados*.

 Trillas.
- Bouschlicher, M., Vargas, M. y Boyer, D. (1997). Effect of composite type, light intensity, configuration factor and laser polymerization on polymerization contraction forces.

 American journal of dentistry, 10(2), 88-96.
- Callister, W. A. (1994). Materials Science and engineering Mechanical properties of metals (3^a ed.). Reverté.
- Carrillo, C. y Monroy, A. (2009). Materiales de resinas compuestas y su polimerización. *Revista ADM*, 65(4), 10-17.
- Chaple, A., Montenegro, Y. y Álvarez, J. (2016). Evolución histórica de las lámparas de fotopolimerización. *Revista Habanera de Ciencias Médicas*, 15(1), 8-16.
- Chen, M. (2010). Update on dental nanocomposites. *Journal of dental research*, 89(6), 549-560.

- Chinelatti, M. A., Chimello, T. D. y Ramos, P. R. (2006). Avaliação da dureza superficial de resinas compostas antes e após o polimento em diferentes tempos. *Journal Applied oral Science*, *14*(3), 188-192.
- De Assunção, R., De Araújo, S. y Villaça, L. (2009). Evaluación de la dureza Vickers de resinas compuestas de uso directo e indirecto. *Ciencia Odontológica*, 12(1), 23-30.
- De Freitas, L., Tavares, C. y de Souza, A. (2015). Evaluation of different light units used in the polymerization of dentistry composites. *Acta odontológica Venezolana*, 53(2), 5-6.
- Del Carmen, J. y Morales, R. (2017) Comparación del grado de Resistencia Compresiva y Dureza Superficial de resinas compuestas monoincrementales y resinas compuestas incrementales en el periodo comprendido de Octubre 2016 a Febrero del año 2017 [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua]. http://www.scielo.org.ve/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0001-63652008000400011&lng=es
- Echeverría, J. y Pumarola, J. (2008). Manual de odontología (2 ed.). Elsevier Masson.
- Fahl, N. (2010). Mastering Composite Artistry to Create Anterior Masterpieces Part 1.

 **Journal of Cosmetic Dentistry, 26(3), 56-68.
- Ferracane, J. (1995). Current trends in dental composites. *Critical reviews in oral biology and medicine*, 6(4), 302-318.
- Ferracane, J. (2011). Resin composite-state of the art. *Dental materials*, 27(1), 29-38. doi:10.1016/j.dental.10.020

- Flury, S., Peutzfeldt, A. y Lussi, A. (2014). Influence of increment thickness on microhardness and dentin bond strength of bulk fill resin composites. *Dental materials*, 30(10), 1104-1112.
- Gagliani, M., Fadini, L. y Ritzmann, J. (2002). Depth of cure efficacy of high-power curing devices vs traditional halogen lamps. *The journal of adhesive dentistry*, *4*(1), 41-47.
- Gutarra, J. (2018). Microdureza superficial in vitro de una resina bulk fill según el momento de pulido [Tesis pregrado, Universidad Privada Anterior Orrego]

 http://repositorio.upao.edu.pe/bitstream/upaorep/3775/1/RE_ESTO_JESUS.GUTARR

 A MICRODUREZA.SUPERFICIAL DATOS.PDF
- Halvorson, R., Erickson, R. y Davidson, C. (2002). Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dental materials*, *18*(6), 463-469.
- Hasegawa, T., Itoh, K., Yukitani, W., Wakumoto, S. y Hisamitsu, H. (2001). Effects of soft-start irradiation on the depth of cure and marginal adaptation to dentin. *Operative dentistry*, 26(4), 389-395.
- Heintze, S. y Zimmerli, B. (2011). Relevance of in vitro tests of adhesive and composite dental materials, a review in 3 parts; part 1: approval requirements and standardized testing of compositematerials according to ISO specifications. *Schweiz Monatsschr Zahnmed*, 121(9), 804-816.
- Henostroza, G. (2006). Estética en Odontología restauradora. Ripano.
- Hervás, A., Martínez, M., Cabanes, J., Barjau, A. y Fos, P. (2006). Resinas compuestas. Revisión de los materiales e indicaciones clínicas. *Medicina Oral, Patología Oral y Cirugía Bucal*, 11(2), 215-220.

- Hofmann, N., Hugo, B. y Klaiber, B. (2002). Effect of irradiation type (LED or QTH) on photo-activated composite shrinkage strain kinetics, temperature rise, and hardness. *European journal of oral sciences*, 110(6), 471-479.
- Knezevic, A., Tarle, Z., Meniga, A., Sutalo, J. y Pichler, G. (2001). Degree of conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes. *Journal of oral rehabilitation*, 28(6), 586-591. https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11422686
- Macchi, R. (1993). *Materiales dentales. Fundamentos para su estudio* (2ª ed.). Editorial Panamericana S.A.
- Málaga, J. (2016). Additional curing techniques in evaluating microhardness in a composite resin of nanoparticles. *Revista Kiru*, 13(1), 51-59.
- Melara, A., Arregui, M., Guinot, F., Sáez, S. y Bellet, L. (2008). Actualización de los diferentes tipos de lámparas de fotopolimerización. *Odontología Pediátrica*, 16(3), 140-152.
- Mirabella, D., Spena, R., Scognamiglio, G., Luca, L., Gracco, A. y Siciliani, G. (2008). LED vs halogen light-curing of adhesive-precoated brackets. *The Angle orthodontist*, 78(5), 935-940.
- Neumann, M., Schmitt, C., Ferreira, G. y Correa, I. (2006). The initiating radical yields and the efficiency of polymerization for various dental photoinitiators excited by different light curing units. *Dental materials*, 22(6), 576-584.
- Nevárez, A., Bologna, R., Serena, E., Orrantia, E., Makita, M. y Nevárez, M. (2010).

 Microdureza profunda en una resina compuesta fotopolimerizada por diferentes fuentes de luz. *Rev. CES odontología*, 23(2), 25-32.

- Ogunyinka, A., Palin, W., Shortall, A. y Marquis, P. (2007). Photoinitiation chemistry affects light transmission and degree of conversion of curing experimental dental resin composites. *Dental materials*, 23(7), 807-813.
- Organización internacional de normalización. (2019). ISO 4049: *Dentistry polymer-base* restorative materials. https://www.sis.se/api/document/preview/80012057/
- Pfeifer, C., Ferracane, J., Sakaguchi, R. y Braga, R. (2009). Photoinitiator content in restorative composites: influence on degree of conversion, reaction kinetics, volumetric shrinkage and polymerization stress. *American journal of dentistry*, 22(4), 206-210. http://scielo.isciii.es/scielo.php?script=sci arttext&pid=S1698-69462006000200023
- Rueggeberg, F. (2011). State of the art: Dental photocuring: A review. *Dental materials*, 27(1), 39-52.
- Rodríguez, G. y Pereira, S. (2007). Evolución y tendencias actuales en resinas compuestas.

 **Acta Odontológica Venezolana, 43(3), 3-19.*

 https://www.actaodontologica.com/ediciones/2008/3/art-26/
- Sakaguchi, R. y Powers, J. (2012). Craig's Restorative Dental Materials (13ª ed.). Elsevier.
- Santos, E., Yenque, D., Rojas, O. y Rosales, U. (2001). Acerca del ensayo de dureza. *Notas Científicas. Industrial data*, 2(4), 73-80.
- Schneider, L., Consani, S., Ogliari, F., Correr, A., Sobrinho, L. y Sinhoreti, M. (2006). Effect of time and polymerization cycle on the degree of conversion of a resin compostite.

 Operative dentistry, 31(4), 489-495.

- Terry, D. (2004). Application of nanotechnology. *Practical procedures & aesthetic dentistry*, 16(3), 220-222.
- Vasudeva, G. (2009). Monomer systems for dental composites and their future: a review. *Journal of the California Dental Association*, 37(6), 389-398.

IX. ANEXOS

Anexo A. Ficha de recolección de datos

Se registró todas las medidas en los especímenes fotopolimerizados con:

Lámpara de luz halógena ultra lite-5 por 40seg

Lámpara Led Woodpecker 10 y 20 seg.

Lámpara Led Gnatus 10 y 20 seg.

Espécimen	1ra medida	2da medida	3ra medida	Promedio
N° 1				
N° 2				
N° 3				
N° 4				
N° 5				
N° 6				
N° 7				
N° 8				
N° 9				
N° 10				



LABORATORIO ESPECIALIZADO EN ENSAYOS MECÁNICOS DE MATERIALES.
 LABORATORIO ESPECIALIZADO EN CALIBRACIONES.

INFORME DE ENSAYO N°	IE-0046-2	019	EDICION N° 1	Página 1 de 4		
ENSAYO DE DUREZA MI	CROVICKER	S EN RE	SINA COMPUESTA	ODONTOLOGICA		
I. TESIS	"EVALUACIÓN IN VITRO DE LA MICRODUREZA PROFUNDA EN RESINA NANOHÍBRIDA USANDO DOS LÁMPARAS LED CON DIFERENTES TIEMPOS DE EXPOSICIÓN"					
2. DATOS DEL SOLITANTE		-	alla Assatian Dallace Dansas	to a		
NOMBRE Y APELLIDOS		- 14	alia Agustina Salinas Salavec 44231451	ira .		
DIRECCIÓN	-	**	HH. Indoamerica Mz. C. LI	48		
CIUDAD	+	AA	San Juan de Miraflores	. 15		
3. EQUIPOSUTILIZADOS			San Juan de Miranores			
INSTRUMENTO		Microdiay	metro Vickers Electronico –	Marca I G		
MODELO		HV-1000				
APROXIMACIÓN	1 um - 40X					
4.RECEPCION DE MUESTRAS						
FECHA DE INGRESO	12		Junio	2019		
LUGAR DE ENSAYO		Jr. Las Ser	nsitivas Mz D Lt 6 Urb. Los ja	ardines SJL		
CANTIDAD			5 Grupos			
DESCRIPCIÓN	Mi	uestras de o	fiscos de Resina Compuesta	Odontológica		
	Grupo 1 fotoactivadas con lámpara de luz halógena Ultra-Lite 5 a 40se					
	Grupo 2	fotos	ctivadas con lámpara Led V	Voodpecker por 10 seg		
IDENTIFICACIÓN	Grupo 3 fotoactivadas con lámpara Led Woodpecker por 20 seg					
	Grupo 4	fo	toactivadas con lámpara Leo	Gnatus por 10 seg		
	Grupo 5	fotoscti vadas con lámpara Led Gnatus por 20 seg				
5.REPORTE DE RESULTADOS		ħ.	40.	VA		
FECHA DE EMISION DE INFORME	1	8	Junio	2019		

43

Anexo B. Declaración Jurada

Lima 01 marzo del 2019

Yo, Talia Agustina Salinas Saavedra identificada con DNI 44231451 de nacionalidad peruana, bachiller de la Facultad de Odontología de la Universidad Nacional Federico Villarreal, declaro la ausencia de conflictos de intereses que pueda estar afectada por otro interés secundario, como el beneficio financiero, promoción personal o profesional, ni académico a la fecha. Declaro que no existe ninguna circunstancia que pueda afectar mi objetividad en el proceso. Además, Declaro no haber recibido ningún tipo de beneficio económico de alguna empresa que pudiera tener interés en los resultados de la investigación "Evaluación in vitro de la microdureza profunda en resina nanohíbrida usando dos lámparas led con diferentes tiempos de exposición"

Atentamente,

Talia Agustina Salinas Saavedra

DNI: 44231451

Anexo C. Matriz de consistencia

Problema	Objetivo	Hipótesis	Variable	Diseño	Análisis
			indicadores		estadístico
Problema general	Objetivo general	Hipótesis general	Variable 1	Tipo de	Descriptiva:
Se obtendrá	Determinar la microdureza	A mayor tiempo de	Microdureza	estudio	Creación de bases de
diferencias en el	profunda de la resina	exposición se	profunda		datos en Excel y
valor de microdureza	nanohíbrida utilizando	obtendrán mayores		Cuantitativo	luego spss.
profunda en la resina	diferentes lámparas Led con	valores de		experimental	se utilizó medida de
nanohíbrida	diferentes tiempos de	microdureza		comparativo	tendencia central
utilizando dos	exposición.	profunda		Prospectivo	Los resultados se
lámparas Led a				Transversal	presentaron mediante
diferentes tiempos de					tablas y gráficos de
exposición					acuerdo a la variable
	Objetivos específicos		Variable 2:		Inferencial: Para
	- Comparar la microdureza		tiempo de		evaluar la
	profunda entre las dos		fotoactivación		profundidad de
	lámparas LED a los 10				polimerización se
	segundos.				realizó la con un
	- Comparar la microdureza				nivel de confianza de
	profunda entre las dos				95 %.
	lámparas LED a los 20				
	segundos.				

	, , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,		Т	
	- Comparar la microdureza			
	profunda entre el control y la			
	lámpara LED Woodpecker a			
	los 10 segundos			
	- Comparar la microdureza			
	profunda entre el control y la			
	lámpara LED Woodpecker a			
	los 20 segundos.			
	- Comparar la microdureza			
	profunda entre el control y la			
	lámpara LED Gnatus a los 10			
	segundos.			
	- Comparar la microdureza			
	profunda entre el control y la			
	lámpara LED Gnatus a los 20			
	segundos.			
	- Comparar el grupo control y			
	las dos lámparas a los 10			
	segundos.			
	- Comparar el grupo control y			
	las dos lámparas a los 20			
	segundos.			
L	1		l	

Provläsningsexemplar / Preview

INTERNATIONAL STANDARD

ISO 4049:2019(E)

Dentistry - Polymer-based restorative materials

1 Scope

This document specifies requirements for dental polymer-based restorative materials supplied in a form suitable for mechanical mixing, hand-mixing, or intra-oral and extra-oral external energy activation, and intended for use primarily for the direct or indirect restoration of the teeth and for luting.

The polymer-based luting materials covered by this document are intended for use in the cementation or fixation of restorations and appliances such as inlays, onlays, veneers, crowns and bridges. This document does not cover those polymer-based luting materials that have an adhesive component within the structure of the material (see ISO/TS 16506).

The document does not cover polymer-based materials intended to prevent caries (see ISO 6874), core materials or those used for veneering metal sub-frames (see ISO 10477).

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 1942, Dentistry — Vocabulary

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use - Specification and test methods

ISO 7491:2000, Dental materials - Determination of colour stability

ISO 8601-1:2019, Date and time —Representations for information interchange Part — 1: Basic rules

ISO 8601-2:2019, Date and time -Representations for information interchange Part - 2: Extensions

ISO 13116:2014, Dentistry — Test method for determining radio-opacity of materials

ISO 17304:2013, Dentistry — Polymerization shrinkage: Method for determination of polymerization shrinkage of polymer-based materials

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in ISO 1942 and the following apply.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- ISO Online browsing platform: available at https://www.iso.org/obp
- IEC Electropedia: available at http://www.electropedia.org/

3.1

opaque

shade of an intensely pigmented polymer-based restorative material of low translucency

32

outer pack

form of packaging used to combine a number of single dose containers or capsules

ISO 4049:2019(E)

3.3

outermost packaging

form of packaging used to combine material and additional items, including instructions for use and any proportioning or mixing devices, that are supplied with the material

3.4

container

capsule

primary packaging of the material

4 Classification

4.1 Type

For the purposes of this document, dental polymer-based restorative materials are classified into the following types.

- Type 1: Polymer-based restorative materials claimed by the manufacturer as suitable for restorations involving occlusal surfaces;
- Type 2: All other polymer-based restorative materials, and luting materials.

4.2 Class

The three classes of dental polymer-based restorative materials are as follows:

- Class 1: Materials whose setting is effected by mixing an initiator and activator ("Self-curing" materials).
- Class 2: Materials whose setting is effected by the application of energy from an external source, such as blue light or heat, ("external-energy-activated" materials, see also <u>Table 4</u>, items 9 and 20). They are subdivided as follows:
 - 1) Group 1: Materials whose use requires the energy to be applied intra-orally;
 - Group 2: Materials whose use requires the energy to be applied extra-orally. When fabricated, these materials will be luted into place.

Certain materials may be claimed by manufacturers to be both Group 1 and Group 2. In this event the material shall fulfil the requirements for both groups.

NOTE Class 2 luting materials fall into Group 1 only.

 Class 3: Materials that are cured by the application of external energy, and also have a self-curing mechanism present ("dual-cure" materials).

5 Requirements

5.1 Biocompatibility

For guidance on biocompatibility see ISO 7405 and ISO 10993-1.

5.2 Physical and chemical properties

5.2.1 General

If a restorative material is supplied by the manufacturer in various shades, each shade, including opaque shades, shall be capable of satisfying all the requirements for sensitivity to the dental operating light

(5.2.7), depth of cure (5.2.8), shade (5.3) and colour stability (5.4) appropriate to the material type and class. If the material is supplied such that it can be "tinted" or "blended" to the user's prescription, the material shall conform to the requirements both when used alone and when used with the maximum recommended proportion of tint or blender (see <u>Table 4</u>, item 19). Depth of cure (5.2.8) of luting materials shall not be tested.

Colour stability (5.4) of luting materials shall not be tested unless the manufacturer claims such a property.

In respect of the other requirements of 5.2 and those of 5.5, only one representative shade of restorative materials shall be tested. This representative shade shall be either that classified by the manufacturer as "Universal" or, in the event that no shade is so classified, that shade corresponding to "A3" in the Vita®1) classification of shade. However, if the manufacturer claims a higher value for radio-opacity (see 5.5 and Table 4, item 28) for any other shade, this claim shall be tested.

The requirements are summarized in Tables 1, 2 and 3.

5.2.2 Film thickness, luting materials

The film thickness of luting materials when determined in accordance with 7.5 shall be no more than 10 μ m above any value claimed by the manufacturer and in any event shall be no greater than 50 μ m.

5.2.3 Working time, Class 1 and Class 3 restorative materials, excluding luting materials

The working time for Class 1 and Class 3 restorative materials, excluding luting materials, determined in accordance with $\underline{7.6}$, shall be no less than 90 s.

5.2.4 Working time, Class 1 and Class 3 luting materials

When tested in accordance with Z.Z. the material shall be capable of forming a thin layer; during its formation there shall be no detectable change in its homogeneity.

5.2.5 Setting time, Class 1 materials

The setting time for Class 1 restorative materials, excluding luting materials, determined in accordance with 7.8, shall be no more than 5 min. The setting time for Class 1 luting materials, determined in accordance with 7.8, shall be no more than 10 min.

5.2.6 Setting time, Class 3 materials

The setting time for Class 3 materials, determined in accordance with 7.8, shall be no more than 10 min.

5.2.7 Sensitivity to light, Class 2 materials

When tested in accordance with 7.9, the material shall remain physically homogeneous.

5.2.8 Depth of cure, Class 2 materials excluding luting materials

When determined in accordance with <u>7.10</u>, the depth of cure of Class 2 restorative materials shall be no less than 1 mm if they are labelled by the manufacturer as opaque, or no less than 1,5 mm for other restorative materials.

In any event, the values for all materials shall not be more than 0.5 mm below the value stated by the manufacturer.

Vita® is a trade name of Vita Zahnfabrik, H Rauter GmbH & Co K G, Postfach 1338, D-79704 Bad Saeckingen, Germany. This information is given for the convenience of the users of this document and does not constitute an endorsement of this system by ISO.

Provläsningsexemplar / Preview

ISO 4049:2019(E)

5.2.9 Flexural strength

The flexural strength of polymer-based restorative materials determined in accordance with $\underline{7.11}$, shall be equal to or greater than the limits specified in $\underline{\text{Table 1}}$.

Table 1 - Flexural strength

Restorative	Flexural strength MPa minimum	
Type 1	Class 1	80
	Class 2, Group 1	80
	Class 2, Group 2	100
	Class 3	80
Type 2	Class 1	50
(including luting materials)	Class 2, Group 1	50
	Class 3	50

5.2.10 Water sorption and solubility

When determined in accordance with 7.12:

- a) the water sorption of all materials shall be equal to or less than 40 μg/mm³.
- b) the solubility of all materials shall be equal to or less than 7,5 μg/m m³.

5.3 Shade of restorative materials

When the material is assessed in accordance with 7.13 and ISO 7491, the shade of the set material shall closely match that of the manufacturer's shade guide. If a shade guide is not supplied by the manufacturer, then the manufacturer shall nominate a commercially available shade guide that shall be used in assessing conformance with this requirement (see Table 4, items 13 and 25). In addition, the set material shall be evenly pigmented when viewed without magnification.

5.4 Colour stability after irradiation and water sorption

When the material is tested in accordance with 7.13 and ISO 7491, no more than a slight change in colour shall be observed. In respect of luting materials, colour stability shall be tested only in the event of a manufacturer's claim for colour stability. In the event of such a claim, no more than a slight change in colour shall be observed when the material is tested in accordance with 7.13 and ISO 7491.

5.5 Radio-opacity

- **5.5.1** If the manufacturer claims that the material is radio-opaque (see <u>Table 4</u>, items 16 and 28), the radio-opacity, determined in accordance with <u>7.14</u>, shall be equal to or greater than that of the same thickness of aluminium and no less than 0,5 mm below any value claimed by the manufacturer.
- 5.5.2 This test shall be performed on a "universal" shade (see 5.2.1) but if the manufacturer claims a value for another shade or shades that is at least twice the "universal" shade value, this other shade or shades shall be tested as described in 5.5.1 (see <u>Table 4</u>, item 28).

NOTE Aluminium has a radio-opacity equivalent to that of dentine. Thus 1 mm of material having a radio-opacity equivalent to 1 mm of aluminium has a radio-opacity equivalent to that of dentine.

Table 2 — Physical and chemical property requirements for restorative materials, excluding luting materials

(see Table 1 for minimum flexural strength)

	Requirement (subclause)							
Material Class	Working time (5.2.3) s minimum	Setting time (5.2.5, 5.2.6) min maximum	(5.2.8) mm minimum	Water sorp- tion (5.2.10) µg/mm ³ maximum	Solubility (5.2.10) µg/mm ³ maximum			
Class 1	90	5 (5.2.5)	-	40	7,5			
Class 2	-	_	1,0 (opaque shade) 1,5 (others)	40	7,5			
Class 3	90	10 (5.2.6)	-	40	7,5			

Table 3 — Physical and chemical property requirements for luting materials

	Requirement (subclause)							
Material Class	Film thickness ^a (5.2.2) μm maximum	Working time (5.2.4) s	Setting time (5.2.5, 5.2.6) min maximum	Water sorption (5.2.10) μg/mm ³ maximum	(5.2.10) µg/mm ³ maximum			
Class 1	50	60	10 (5.2.5)	40	7,5			
Class 2	50	_	_	40	7,5			
Class 3	50	60	10 (5.2.6)	40	7,5			

6 Sampling

The test sample shall consist of packages prepared for retail sale from the same batch containing enough material to carry out the specified tests, plus an allowance for repeat tests, if necessary. 50 g should be sufficient.

7 Test methods

7.1 General reagent - Water

For the tests, use water prepared in accordance with ISO 3696:1987 Grade 2.

7.2 Test conditions

Unless otherwise specified by the manufacturer, prepare and test all specimens at (23 ± 2) °C. Control the relative humidity to ensure that it remains greater than 30 % and less than 70 % at all times. If the material was refrigerated for storage, allow it to attain (23 ± 2) °C before testing.

Anexo E. Normativa ASTM E384

national standard was developed in accordance with internationally exceptioned principles on standardization established in the Decision on Principles for the lopment of International Standards, Cuides and Recommendations leased by the World Trude Organization Technical Harriers to Trude (THT) Committee.



Designation: E384 - 17

Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials¹

This standard is instead under the fixed designation 1034; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript qualities (a) indicates an efficient change since the last revision or mapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the U.S. Department of Defense.

1. Scope*

- 1.1 This test method covers determination of the microindentation hardness of materials.
- 1.2 This test method covers microindentation tests made with Knoop and Vickers indenters under test forces in the range from 9.8 × 10⁻³ to 9.8 N (1 to 1000 gf).
- 1.3 This test method includes an analysis of the possible sources of errors that can occur during microindentation testing and how these factors affect the precision, bias, repeatability, and reproducibility of test results.
- 1.4 Information pertaining to the requirements for direct verification and calibration of the testing machine and the requirements for the manufacture and calibration of Vickers and Knoop reference hardness test blocks are in Test Method

Nove 1-While Committee H04 is primarily concerned with metals, the test procedures described are applicable to other materials.

- 1.5 Units-The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard
- 1.6 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

 1.7 This international standard was developed in accor-
- dance with internationally recognized principles on standardization established in the Decision on Principles for the Development of International Standards, Guides and Recommendations issued by the World Trade Organization Technical Barriers to Trade (TBT) Committee.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards.2

C1326 Test Method for Knoop Indentation Hardness of Advanced Ceramics

C1327 Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics

F3 Guide for Preparation of Metallographic Specimens E7 Terminology Relating to Metallography E92 Test Method For Vickers Hardness of Metallic Materials E140 Hardness Conversion Tables for Metals Relationship Among Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Superficial Hardness, Knoop Hardness, Scleroscope Hardness, and Leeb Hardness

E175 Terminology of Microscopy E177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods

E601 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

E766 Practice for Calibrating the Magnification of a Scanning Electron Microscope

E1268 Practice for Assessing the Degree of Bunding or Orientation of Microstructures

E2554 Practice for Estimating and Monitoring the Uncertainty of Test Results of a Test Method Using Control Chart Techniques

F2587 Practice for Use of Control Charts in Statistical Process Control

2.2 ISO Standard.3

ISO/IEC 17025 General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories

3. Terminology

- 3.1 Definitions-For definitions of terms used in this test method, see Terminology H7.
 - 3.2 Definitions of Terms Specific to This Standard:

¹This icst method is under the jurisdiction of ASTM Committee ISM on ¹ This lent method is under the juristicion of ourselve 1804.05 on Microinforcephy and is the direct responsibility of Subcommittee 1804.05 on Microinforcephy and the first produce the text method was expanded to indicate the secretary of the resistant to text method was expanded to the first produce the resistant of the first produce the first produ include the requirements previously defined in 128.92, Standard Test Method for Vickers Hartness Testing of Metallic Material that was under the jurisdiction of 123.06

Carmet edition approved June 1, 2017. Published August 2017. Originally approved in 1969. Last provious edition approved in 2016 as 1384—16. DOI: 10.1520/10384-17

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org. contact ASTM Chatomer Service at service@unim.org. For Assaud Book of ASTM Biandards volume information, refer to the standard's Doctoment Summary page on the ASTM website

Assiliable from International Organization for Standardization (ISO), I, ch. de la Veie-Crazze, Case postale 56, CH-1211, Geneva 20, Switzerland, http:// www.iso.org.

- 3.2.1 calibrating, v-determining the values of the significant parameters by comparison with values indicated by a reference instrument or by a set of reference standards.
- 3.2.2 Knoop hardness number, HK, n-an expression of hardness obtained by dividing the force applied to the Knoop indenter by the projected area of the permanent impression made by the indenter.
- 3.2.3 Knoop indenter, n-a rhombic-based pyramidalshaped diamond indenter with edge angles of ∠ A = 172° 30' and \angle B = 130° 0' (see Fig. 1).
- 3.2.4 microindentation hardness test, n-a hardness test using a calibrated machine to force a diamond indenter of specific geometry into the surface of the material being evaluated, in which the test forces range from 1 to 1000 gf (9.8 × 10⁻³ to 9.8 N), and the indentation diagonal, or diagonals, are measured with a light microscope after load removal; for any microindentation hardness test, it is assumed that the indentation does not undergo elastic recovery after force removal.

Norn 2-Use of the term microhardness should be avoided because it implies that the hardness, rather than the force or the indentation size, is water low.

- 3.2.5 verifying, v-checking or testing the instrument to assure conformance with the specification.
- 3.2.6 Vickers hardness number, HV, n-an expression of hardness obtained by dividing the force applied to a Vickers indenter by the surface area of the permanent impression made by the indenter.
- 3.2.7 Vickers indenter, n-a square-based pyramidal-shaped diamond indenter with face angles of 136° (see Fig. 2).
- 3.3 Formulae—The formulae presented in 3.3.1 3.3.4 for calculating microindentation hardness are based upon an ideal tester and conditions. The measured value of the microindentation hardness of a material is subjected to several sources of errors. Based on Eq 1-9, variations in the applied force,

geometrical variations between diamond indenters, and human errors in measuring indentation lengths will affect the precision of the calculated material hardness. The magnitude of the error that variations of each of these parameters have on the calculated value of a microindentation measurement is discussed in Section 10.

3.3.1 For Knoop hardness tests, in practice, test loads are in grams-force and indentation diagonals are in micrometers. The Knoop hardness number is calculated using the following:

$$HK = 1.000 \times 10^{9} \times (P/A_{\odot}) = 1.000 \times 10^{9} \times P/(c_{\odot} \times d^{2})$$
 (1)

$$HK = 14229 \times P/d^2$$
 (2)

$$c_p = \frac{\tan \frac{\angle B}{2}}{2 \tan \frac{\angle A}{2}}$$
(3)

where:

force, gf, length of long diagonal, μm,

projected area of indentation, µm 2

included longitudinal edge angle, 172° 30'

∠B = included transverse edge angle, 130° 0′ (see Fig. 1 and.

- indenter constant relating projected area of the indentation to the square of the length of the long diagonal, ideally 0.07028.

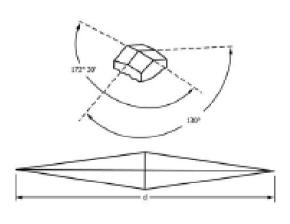
3.3.2 The Knoop hardness, kgf/mm2 is determined as follower.

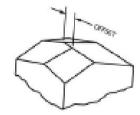
$$HK = 14.229 \times P_{c}/d_{c}^{2}$$
 (4)

where:

- force, kgf, and

- length of long diagonal, mm.





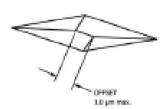
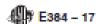
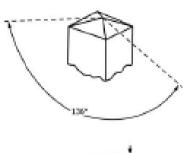


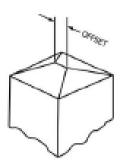
FIG. 1 Knoop Indenter

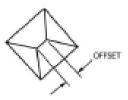




d₂

FIG. 2 Vickors Indenter





3.3.3 The Knoop hardness reported with units of GPa is determined as follows:

$$HK = 0.014229 \times P_y/d_z^2$$
 (5)

where:

 P_2 = force, N, and

d₂ = length of the long diagonal of the indentation, mm.

3.3.4 For the Vickers hardness test, in practice, test loads are in grams-force and indentation diagonals are in micrometers. The Vickers hardness number is calculated as follows:

$$HV = 1.000 \times 10^{6} \times P/A_{\perp} = 2.000 \times 10^{6} \times P \sin(\alpha/2)/d^{2}$$
 (6)

or

$$HV = 1854.4 \times P/d^2$$
 (7)

where

P = force, gf,

A_x = surface area of the indentation, μm²,

d – mean diagonal length of the indentation, μm, and

face angle of the indenter, 136° 0' (see Fig. 2).

3.3.5 The Vickers hardness, kgf/mm² is determined as follows:

$$HV = 1.8544 \times P_3/d_1^{-2}$$
 (8)

where:

P, - force, kgf, and

d_I = mean diagonal length of the indentations, mm.

3.3.6 The Vickers hardness reported with units of GPa is determined as follows:

$$HV = 0.0018544 \times P_{Jd}^{-2}$$
 (9)

where:

 P_2 = force, N, and

 d_2 = mean diagonal length of the indentations, mm.

3.4 Equations for calculating % Error and Repeatability for periodic verification is determined as follows:

$$E = 100 \left(\frac{d - d_{rat}}{d_{rat}} \right)$$
(10)

where:

E = % error in performance of the periodic verification,

d = the measured mean diagonal length in μm, and

 d_{ref} - the reported certified mean diagonal length, µm.

$$R = 100 \left(\frac{d_{min} - d_{min}}{d} \right) \qquad (11)$$

where:

 R - repeatability in performance of the periodic verification,

 d_{max} - the longest diagonal length measurement on the standardized test block, μm,

 d_{mix} = the shortest diagonal length measurement on the standardized test block, μm, and

d – the measured mean diagonal length in μm.

4. Summary of Test Method

- 4.1 In this test method, a hardness number is determined based on the formation of a very small indentation by application of a relatively low force, in comparison to traditional bulk indentation hardness tests.
- 4.2 A Knoop or Vickers indenter, made from diamond of specific geometry, is pressed into the test specimen surface under an applied force in the range of 1 to 1000 gf using a test machine specifically designed for such work.
- 4.3 The size of the indentation is measured using a light microscope equipped with a filar type eyepiece, or other type of measuring device (see Terminology E175).

- 4.4 The Knoop hardness number is based upon the force divided by the projected area of the indentation. The Vickers hardness number is based upon the force divided by the surface area of the indentation.
- 4.5 It is assumed that elastic recovery does not occur when the indenter is removed after the loading cycle, that is, it is assumed that the indentation retains the shape of the indenter after the force is removed, but this is not always true. In Knoop testing, it is assumed that the ratio of the long diagonal to the short diagonal of the impression is the same as for the indenter, 7.114, but this is not always true due to elastic recovery.

5. Significance and Use

- 5.1 Hardness tests have been found to be very useful for materials evaluation, quality control of manufacturing processes and research and development efforts. Hardness, although empirical in nature, can be correlated to tensile strength for many metals and alloys, and is also an indicator of machinability, wear resistance, toughness and ductility.
- 5.2 Microindentation tests are utilized to evaluate and quantify hardness variations that occur over a small distance. These variations may be intentional, such as produced by localized surface hardening, for example, from shot blasting, cold drawing, flame hardening, induction hardening, etc., or from processes such as carburization, nitriding, carbonitriding, etc.; or, they may be unintentional variations due to problems, such as decarburization, localized softening in service, or from compositional/microstructural segregation problems. Low test forces also extend hardness testing to materials too thin or too small for macroindentation tests. Microindentation tests permit hardness testing of specific phases or constituents and regions or gradients too small for evaluation by macroindentation tests.
- 5.3 Because microindentation hardness tests will reveal hardness variations that commonly exist within most materials, a single test value may not be representative of the bulk hardness. Vickers tests at 1000 gf can be utilized for determination of the bulk hardness, but, as for any hardness test, it is recommended that a number of indents are made and the average and standard deviation are calculated, as needed or as required.
- 5.4 Microindentation hardness testing is generally performed to quantify variations in hardness that occur over small distances. To determine these differences requires a very small physical indentation. Testers that create indents at very low test forces must be carefully constructed to accurately apply the test forces exactly at the desired location and must have a highquality optical system to precisely measure the diagonal (or diagonals) of the small indents. Test forces in the upper range of the force range defined in 1.2 may be used to evaluate bulk hardness. In general, the Vickers indenter is better suited for determining bulk (average) properties as Vickers hardness is not altered by the choice of the test force, from 25 to 1000 gf, because the indent geometry is constant as a function of indent depth. The Knoop indentation, however, is not geometrically identical as a function of depth and there will be variations in Knoop hardness, particularly at test forces <200 gf, over the force range defined in 1.2 (and above this range); consequently,

Knoop hardness is not normally used to define bulk hardness, except at 500 gf where E140 gives conversions to other test scales, and Knoop tests should not be performed at test forces above 1000 gf. The majority of Knoop tests of case hardness variations are conducted at forces from 100 to 500 gf. If the test is being conducted to meet a specified bulk hardness value, such as HRC, then most such tests will be conducted with Knoop at a 500 gf load. Because of the large difference between the long and short Knoop diagonals, the Knoop indenter is often better suited for determining variations of hardness over very small distances compared to the Vickers indenter. Vickers and Knoop tests at forces ≤25 gf are susceptible to imprecision due to the difficulty in measuring extremely small indents (<20 µm) by light microscopy with high precision and reproducibility. Tests made at forces ≤25 gf should be considered to be qualitative in nature. Likewise, test forces that create indents <20 µm in length should be avoided whenever possible and should be considered to be qualitative in nature. The success of the specimen preparation procedure in removing preparation-induced damage can, and will, influence test results; this problem becomes more critical as the test force decreases.

6. Apparatus

- 6.1 Test Machine—The test machine must support the test specimen and control the movement of the indenter into the specimen under a preselected test force, and should have a light optical microscope to select the desired test locations and to measure the size of the indentations produced by the test. The plane of the surface of the test specimen must be perpendicular to the axis of the indenter and the direction of the force application. The plane of the test specimen surface must be flat, and free of surface relief, in order to obtain valid, usable test data. The hardness test machine must meet the verification requirements defined in Test Method 1992.
- 6.1.1 Force Application—The test machine shall be capable of applying the test forces according to the following:
- 6.1.1.1 The time from the initial application of the force until the full test force is reached shall not exceed 10 s.
- 6.1.1.2 The indenter shall contact the specimen at a velocity between 15 and 70 µm/s. Indenter velocity is not usually adjustable by the user.
- 6.1.1.3 The full test force shall be applied for 10 to 15 s unless otherwise specified.
- 6.1.1.4 For some applications it may be necessary to apply the test force for longer times. In these instances the tolerance for the time of the applied force is ± 2 s.
- 6.1.2 Vibration Control—During the entire test cycle, the test machine should be protected from shock or vibration. To minimize vibrations, the operator should avoid contacting the machine, or the support table, in any manner during the entire test cycle.
- 6.2 Vickers Indenter—The Vickers indenter normally produces geometrically-similar indentation shapes at all test forces. Except for tests at very low forces that produce indentations with diagonals smaller than about 20 μm, the Vickers hardness number will be the same, within statistical precision limits, as produced using test forces that produce

diagonal lengths ≥20 µm, using either a microindentation test machine up to 1000 gf or a macroindentation test machine with test forces ≥ 1 kgf, as long as the material being tested is reasonably homogeneous and the magnification and image quality are optimal (see Appendix X4). For isotropic materials, the two diagonals of a Vickers indentation are equal in size. Metals/alloys with preferred crystallographic textures may produce distorted indents and invalid or questionable test results. The Vickers indenter must meet the verification requirements defined in Test Method E92.

6.2.1 The ideal Vickers indenter is a highly polished, pointed, square-based pyramidal diamond with face angles of 136° 0°. The effect that geometrical variations of these angles have on the measured values of Vickers hardness is discussed in Section 10.

6.2.2 The four faces of the Vickers indenter shall be equally inclined to the axis of the indenter (within \pm 30) and shall meet at a sharp point. The line of junction between opposite faces (offset) shall be not more than 0.5 μ m in length as shown in Fig. 2.

6.3 Knoop Indenter-The Knoop indenter does not produce geometrically-similar indentation shapes as a function of test force and indent depth. Consequently, the Knoop hardness will vary with test force (see Appendix X4). Due to its rhombic shape, the indentation depth is shallower for a Knoop indentation compared to a Vickers indentation under identical test conditions. But, for the same test force, the Knoop long diagonal will be substantially longer than the mean of the two Vickers diagonals. The two diagonals of a Knoop indentation are markedly different. Ideally, the long diagonal is 7.114 times longer than the short diagonal, but this ratio is influenced by elastic recovery. Because of its shape, the Knoop indenter is very useful for evaluating hardness gradients or thin coatings. The Knoop test is not recommended for use above a 1 kgf test load. The Knoop indenter must meet the verification requirements defined in Test Method E92.

6.3.1 The Knoop indenter is a highly polished, pointed, rhombic-based, pyramidal diamond (1).⁴ The ideal included longitudinal edge angles are 172° 30° and 130° 0°. The ideal indenter constant, c_p, is 0.07028. The effect that geometrical variations of these angles have on the measured values of Knoop hardness is discussed in Section 10.

6.3.2 The four faces of the Knoop indenter shall be equally inclined to the axis of the indenter (within ± 30') and shall meet at a sharp point. The line of junction between opposite faces (offset) shall be not more than 1.0 μm in length for indentations greater than 20 μm in length, as shown in Fig. 1. For shorter indentations, the offset should be proportionately less.

6.3.3 Indenters should be examined periodically and replaced if they become worn, dulled, chipped, cracked or separated from the mounting material. Never touch the indenter tip with your finger. 6.4 Measuring Equipment—The test machine's measuring device should report the diagonal lengths in 0.1 µm increments for indentations with diagonals from 1 to 200 µm.

Norm 3—This is the reported length and not the resolution of the system used for performing the measurements. As an example, if a length of 200 μ m corresponds to 300 filar units or pixels, the corresponding calibration constant would be 200/300 = 0.66666667. This value would be used to compute diagonal lengths, but the reported length would only be reported to the nearest 0.1 μ m.

6.4.1 The optical portion of the measuring device should utilize Köhler illumination. Consult the manufacturer's instruction manual for the adjustments that can be made on your tester.

6.4.2 To obtain maximum resolution, the measuring microscope should have high quality objectives with adequate numerical apertures, a suitable eyepiece, adjustable illumination intensity, adjustable alignment and aperture and field diaphragms. These are adjusted in the same manner as on a reflected light microscope or metallograph. Some systems are now designed using computer monitors and indent length detection by image analysis and may not utilize a traditional eyepiece, but have a projection lens connected to a CCD camera. While a traditional eyepiece has a circular field of view, the computer monitor is rectangular and its height-to-width ratio can vary.

6.4.3 Magnifications should be provided so that the diagonal can be enlarged to greater than 25 % but less than 75 % of the field width. If the computer screen has a 4 to 3 ratio of width to height, or a greater difference between the screen width and height, the maximum field height must be <75% of the width to measure both Vickers diagonals. A 40× or 50× objective may not be adequate for precise measurement of indents <30 µm in length. Measurements of diagonal lengths <20 µm in length with the light microscope may be imprecise, regardless of the objective magnification used, with the problem becoming more acute as the diagonal length decreases below 20 µm.

7. Test Specimen

7.1 For optimum accuracy of measurement, the test should be performed on a flat specimen with a polished surface free of preparation-induced damage. The surface must be free of any problems that could affect the indentation or the subsequent measurement of the diagonals. Conducting tests on non-planar surfaces is not recommended. Results will be affected even in the case of the Knoop test where the radius of curvature is in the direction of the short diagonal.

7.1.1 In all tests, the indentation perimeter, and the indentation tips in particular, must be clearly defined in the microscope field of view.

7.1.2 For best results, the specimen surface should not be etched before making an indentation (2), although etching is often necessary to aid indent location. Deeply etched surfaces will obscure the edge of the indentation, making an accurate measurement of the size of the indentation difficult or impossible. When determining the microindentation hardness of an isolated phase or constituent, or when evaluating segregated compared to non-segregated areas, and other similar situations, a light etch is required to delineate the object or area of interest

⁶ The holdface numbers in parentheses refer to the list of references at the end of this standard.

so that the indentations can be placed in the desired locations. The necessary quality of the required surface preparation does vary with the forces and magnifications used in microindentation hardness testing. The lighter the force and the smaller the indentation size, the more critical is the surface preparation. Some materials are more sensitive to preparation-induced damage than others. In general, face-centered cubic metals (for example, austenitic stainless steels, copper and its alloys, nickel and its alloys, gold and silver) exhibit a larger deformation field around the indent than an indent of the same test force made in a body-centered cubic metal (for example, ferritic and martensitic steels).

- 7.1.3 Due to the small size of the indentations, special precautions must be taken during specimen preparation. It is well known that improper preparation can alter test results. Specimen preparation must remove any damage introduced during these steps, either due to excessive heating or cold work, for example.
- 7.1.4 Specimen preparation should be performed in accordance with Guide 13.
- 7.2 In many instances, it is necessary to mount the specimen for convenience in preparation and for best edge retention. When mounting is required, the specimen must be adequately supported by the mounting medium so that the specimen does not move during force application, such as might happen in an improperly cured polymer mount.

8. Procedure

- 8.1 Turn on the illumination system and power for the tester.
- 8.2 Select the desired indenter. If it is necessary to physically change indenters, refer to the manufacturer's instructions. With some machines, both indenters can be mounted on the turnet and changed by a simple switch or computer command. Occasionally clean the indenter with a cotton swab and alcohol. Avoid creating static charges during cleaning. Never touch the indenter tip with your fingers as this will alter the
- 8.3 Place the specimen on the stage or in the stage clamps, so that the specimen surface is perpendicular to the indenter axis. A top-referenced clamping system for mounts is an excellent device for aligning the test plane perpendicular to the indenter, particularly if the back face of the mount is not parallel to the polished front surface. If clay is used on a slide, use very stiff clay and use high pressure when seating the specimen against the clay.
- 8.4 Focus the measuring microscope with a low power objective so that the specimen surface can be observed.
- 8.5 Adjust the light intensity and adjust the apertures for optimum resolution and contrast. Zero the measuring device according to the manufacturer's recommended method.
- 8.6 Select the area desired for hardness determination. Before applying the force, make a final focus using the measuring objective.
- 8.7 Adjust the tester so that the indenter is in the proper place for force application. Select the desired force.

- 8.8 Activate the tester so that the indenter is automatically lowered and makes contact with the specimen for the normally required time period. Then, remove the force either manually or automatically.
- 8.9 After the force is removed, switch to the measuring mode, and select the proper objective lens. Focus the image, adjust the light intensity if necessary, and adjust the apertures for maximum resolution and contrast.
- 8.10 Examine the indentation for its position relative to the desired location and for its symmetry.
- 8.10.1 If the indentation did not occur at the desired spot, the tester is out of alignment. Consult the manufacturer's instruction manual for the proper procedure to produce alignment. Make another indentation and recheck the indentation location. Readjust and repeat as necessary.
- 8.10.2 For a Knoop indentation, if one half of the long diagonal is more than 10 % longer than the other diagonal half, or if both ends of the indentation are not in sharp focus, the test specimen surface may not be perpendicular to the indenter axis. Such an indent may yield incorrect data and the calculated HK based upon it should be reported outside these limits. Check the specimen alignment and make another test to be sure that the test data is correct.
- 8.10.3 For a Vickers indentation, if one half of either diagonal is more than 5 % longer than the other half of that diagonal, or if the four corners of the indentation are not in sharp focus, the test surface may not be perpendicular to the indenter axis. Such an indent may yield incorrect data and the calculated HV based upon it should be reported outside these limits. Check the specimen alignment and make another test to be sure that the test data is correct.
- 8.10.4 If the diagonal legs are unequal as described in 8.10.2 or 8.10.3, rotate the specimen 90° and make another indentation in an untested region. If the nonsymmetrical aspect of the indentations has rotated 90°, then the specimen surface is not perpendicular to the indenter axis. If the nonsymmetrical nature of the indentation remains in the same orientation, check the indenter for misalignment or damage.
- 8.10.5 Some materials may have nonsymmetrical indentations even if the indenter and the specimen surface are perfectly aligned. Tests on single crystals or on textured materials may produce such results. When this occurs, check the alignment using a test specimen, such as a standard, known to produce uniformly shaped indentations.
- 8.10.6 Brittle materials, such as ceramics, may crack as a result of being indented. Specific details for testing ceramics are contained in Test Methods C1326 and C1327.
- 8.11 Measure the long diagonal of a Knoop indentation, or both diagonals of a Vickers indentation, in accordance with the manufacturer's instruction manual.
- 8.11.1 Determine the length of the long diagonal of a Knoop indentation or both diagonals of a Vickers indentation to within 0.1 μm (see 6.3). For the Vickers indentations, average the two diagonal length measurements.
- 8.12 Compute the Knoop or Vickers hardness number using the appropriate equation in Section 3 or using tables supplied with the tester, respectively. Modern testers usually give an

∰ E384 − 17

automatic readout of the hardness after the diagonal or diagonals have been measured.

8.13 Spacing of Indentations—Generally, more than one indentation is made on a test specimen. It is necessary to ensure that the spacing between indentations is large enough so that adjacent tests do not interfere with each other. Because face-centered cubic (PCC) metals (for example, austenitic stainless steels, copper, nickel, silver and gold) work harden more dramatically than body-centered cubic (BCC) metals (ferritic steels, for example), the indent spacing distance is more critical for PCC metals as the deformation zone around the indent is larger than for a BCC metal, as mentioned in 7.1.2.

8.13.1 For most testing purposes, the minimum recommended spacing between separate tests and the minimum distance between an indentation and the surface of the specimen, are illustrated in Fig. 3.

8.13.2 For some applications, closer spacing of indentations than those shown in Fig. 3 may be necessary. If a closer indentation spacing is used, it shall be the responsibility of the testing laboratory to verify the accuracy of the testing procedure. Parallel, staggered bands of indents from the surface inward can be utilized to obtain closer overall spacing of indents with respect to the distance from the surface than can be safely done with a single line of indents from the surface inward, or within the interior of the specimen.

9. Report

9.1 Report the following information:

9.1.1 The number of tests and, where appropriate or required, the mean, standard deviation and 95% confidence interval for the tests. Due to the long history of hardness calculations, and because the traditional kg/mm² unit is not part of the SI system, the calculated numbers will be reported without mention of the units. Also, due to the general unfamiliarity of the metallurgical community with hardness numbers

in GPa, and the rather narrow range of GPa values for metals, a "soft" SI system approach is recommended.

9.1.2 Test force, and

9.1.3 Any unusual conditions encountered during the test.

9.2 The symbols HK for Knoop hardness and HV for Vickers hardness shall be used with the reported numerical values.

9.2.1 For this standard, the microindentation hardness test results can be reported in several different ways. For example, if the Knoop hardness was found to be 400, and the test force was 100 gf, the test results may be reported as follows:

9.2.1.1 For microindentation hardness tests, where the test force is generally in gram force units, with test forces ≤1000 gf, this result can be reported as 400 HK 0.1, for example, when a test at 100 gf yields a Knoop hardness of 400. The same approach is used to report the Vickers hardness.

9.2.1.2 In the SI system the hardness would be reported as 3.92 GPa, but this practice is not preferred for the reasons stated in 9.1.1.

9.2.1.3 For nonstandard dwell times, other than 10 to 15 s, the hardness would be reported as 400 HK 0.1/22 s. In this case, 22 s would be the actual time of the full load dwell time.

9.2.1.4 For macro-Vickers tests with forces >1 kgf, see Test Method E92 for the recommended notation.

9.3 Examples of the calculation of measurement uncertainty are given in Test Method E92.

10. Precision and Bias

10.1 The precision and bias of microindentation hardness measurements depend on strict adherence to the stated test procedure and are influenced by instrumental and material factors and indentation measurement errors.

10.2 The consistency of agreement for repeated tests on the same material is dependent on the homogeneity of the material,

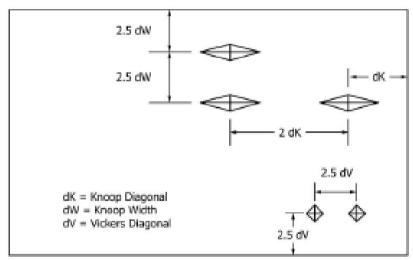


FIG. 3 Minimum Recommended Specing for Knoop and Vickers Indentations

reproducibility of the hardness tester, and consistent, careful measurement of the indents by a competent operator.

10.3 Instrumental factors that can affect test results include: accuracy of loading; inertia effects; speed of loading; vibrations; the angle of indentation; lateral movement of the indenter or specimen; and, indentation and indenter shape deviations.

10.3.1 Vibrations during indenting will produce larger indentations with the potential influence of vibrations becoming greater as the force decreases (2, 3).

10.3.2 The angle between the indenter and specimen surface should be within 2° of perpendicular. Greater amounts of tilting may produce non-uniform indentations and incorrect test results.

10.4 Material factors that can affect test results include: specimen homogeneity, orientation or texture effects; improper specimen preparation; low specimen surface reflectivity; and, transparency of the specimen.

10.4.1 Residual deformation from mechanical polishing must be removed, particularly for low-force (≤200 gf) testing.

10.4.2 Distortion of the indentation shape, due to either crystallographic or microstructural texture, influences diagonal lengths and the validity of the calculated hardness.

10.4.3 Plastic deformation during indentation can produce ridging around the indentation periphery that will affect diagonal measurement accuracy.

10.4.4 Testing of etched surfaces, depending on the extent of etching, may produce results that are different from those obtained on unetched surfaces (2).

10.5 Measurement errors that can affect test results include: inaccurate calibration of the measuring device; inadequate resolving power of the objective; insufficient magnification; operator bias in sizing the indentations; poor image contrast; non-uniform illumination; and, improper zeroing of the measuring device.

10.5.1 The accuracy of microindentation hardness testing is strongly influenced by the accuracy to which the indentations can be measured.

10.5.2 The error in measuring the diagonals increases as the numerical aperture of the measuring objective decreases (4, 5). In general, indents <30 µm in length should be measured with objectives having greater magnification than 40 or 50×. Image contrast between the indent and the specimen is critical for precise measurement of diagonal length.

10.5.3 Bias is introduced if the operator consistently undersizes or over-sizes the indentations.

10.6 Some of the factors that affect test results produce systematic errors that influence all test results while others primarily influence low-force (≤25 gf) test results (6). Some of these problems occur continually, others may occur in an undefined, sporadic manner. Low-force hardness tests are influenced by these factors to a greater extent than higher force

10.7 For both the Vickers and Knoop hardness tests, the calculated microindentation hardness is a function of three variables: force, indenter geometry and diagonal measurement. For the Vickers test, the error in measuring the diagonals has a bigger effect on the precision of the HV value than a larger error in the test force or the face geometry. For the Knoop test, an error in measuring the long diagonal has a bigger influence on the precision of the HK value than a larger error in the test force. But, errors in the two face angles, Fig. 1, have a very significant effect on the precision of the HK value.

10.8 Three separate interlaboratory studies have been conducted in accordance with Practice E691 to determine the precision, repeatability, and reproducibility of this test method. The three studies are defined as follows: (a) Knoop and Vickers tests, six test forces in the micro range, twelve laboratories, manual measurements, and seven different hardness level specimens (see 10.8.1 and Appendix X1). Results were published in 1989 (7, 8) and in ASTM Research Report RR:E04-1004.5(b) Knoop and Vickers tests, two test forces in the micro range, seven laboratories, image analysis and manual measurements, four different hardness level specimens (see 10.8.2, Appendix X2 and ASIM Research Report RR:E04-1006).6(c) Knoop and Vickers tests, six test forces in the micro range, twenty-five laboratories, manual measurements, six different hardness level specimens (see 10.8.3, Appendix X3 and ASTM Research Report RR:E04-1007).7

10.8.1 An interlaboratory test program was conducted in accordance with Practice E601 to develop information regarding the precision, repeatability, and reproducibility of the measurement of Knoop and Vickers indentations (supporting data have been filed at ASTM Headquarters; request RR:E04-1004). The test forces were 25, 50, 100, 200, 500, and 1000 gf on three ferrous and four nonferrous specimens (7, 8). Twelve laboratories measured the indentations, five of each type at each force on each sample. Additional details of this study are given in Appendix X1.

10.8.1.1 Tests of the three ferrous specimens revealed that nine laboratories produced similar measurements while two laboratories consistently undersized the indentations and one laboratory consistently oversized the indentations; that is, biased results were produced. These latter results were most pronounced as the force decreased and specimen hardness increased (that is, as the diagonal size decreased) and were observed for both Vickers and Knoop indentations. Results for the lower hardness nonferrous indentations produced better agreement. However, none of the laboratories that obtained higher or lower results on the ferrous specimens measured the nonferrous indentations.

10.8.1.2 Repeatability Interval—The difference due to test error between two test results in the same laboratory on the same material increases with increasing specimen hardness and with decreasing test force (see X1.4.4).

10.8.1.3 Reproducibility Interval—The difference in test results on the same material tested in different laboratories

³ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:HB4-1004. Contact ASTM Customer Service at service@astm.org.

Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:H04-1006. Contact ASTM Customer Service at service@astm.org.

⁷ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:104-1007. Contact ASTM Customer Service at service@astm.org.

increased with increasing specimen hardness and with decreasing test force (see X1.4.5).

10.8.1.4 The within-laboratory and between-laboratory precision values improved as specimen hardness decreased and test force increased. The repeatability interval and reproducibility interval were generally larger than the precision estimate, particularly at low test forces and high specimen hardness.

10.8.2 An interlaboratory test program was conducted in accordance with Practice E691 to develop information regarding the repeatability and reproducibility of Knoop and Vickers measurements made with automated image analysis systems compared to measurements by manual procedures. Four ferrous specimens were used in the round robin. The tests were conducted at 100 gf and 300 gf. The participants in the test program measured the same indentations on the four specimens. Seven labs measured the specimens using both procedures. The Knoop indentations on specimen C1 were too long for accurate measurements to be made by one lab; hence, only six sets of measurements were made on this specimen. Near the end of the test program, specimen B1 was lost in shipping; thus only six sets of measurements were made on this specimen. Additional details of the study are contained in Appendix X2.

10.8.2.1 Repeatability concerns the variability between individual test results obtained within a single laboratory by a single operator with a specific set of test apparatus. For both the manual and automated measurements, the repeatability interval increased with specimen hardness and decreasing test force, Appendix X2. For equivalent testing conditions, the repeatability interval for automated measurements was slightly larger than for manual measurements.

10.8.2.2 Reproducibility deals with the variability between single test results obtained by different laboratories applying the same test methods to the same or similar test specimens. For both the manual and automated measurements, the reproducibility interval increased with specimen hardness and decreasing test force, Appendix X2. For equivalent testing conditions, the reproducibility interval for automated measurements was slightly larger than for manual measurements.

10.8.2.3 Neither Practice E691, nor any other ASTM standard, deals with comparing test results of a single property

made by two different test methods. Hence, it is not possible to statistically and accurately compare the hardness measurements made by the manual and automated procedures. However, this information is graphically represented for comparative purposes, X2.6.

10.8.3 Tests of six ferrous alloys with hardness values of <20 HRC, 30, 40, 50, 60 and 67 HRC were tested using Knoop and Vickers tests at a variety of test forces, usually 25, 50, 100, 300, 500 and 1000 gf (except that the lowest test forces for Vickers tests of the 60 and 67 HRC specimens were not performed). Twenty-five different laboratories tested the steels using the Vickers test while thirteen different laboratories tested the steels using the Knoop test. Additional details of this study are given in Appendix X3.

10.8.3.1 Repeatability and reproducibility statistics were determined for the Knoop and Vickers diagonal measurements. Results are tabulated in Table X3.1 and Table X3.2 and are shown graphically in Fig. X3.1 and Fig. X3.2.

10.8.3.2 Repeatability and reproducibility statistics were determined for the Knoop and Vickers hardness values. Results are tabulated in Table X3.3 and Table X3.4 and are shown graphically in Fig. X3.3 and Fig. X3.4.

Conversion to Other Hardness Scales or Tensile Strength Values

11.1 There is no generally accepted method for precise conversion of Knoop or Vickers microindentation hardness numbers to other hardness scales or tensile strength values. Such conversions are empirical and are limited in precision and should be used with caution, except for special cases where a reliable basis for the conversion has been obtained by comparison tests. For loads ≥ 25 gf microindentation Vickers hardness numbers are in statistical agreement with macro-Vickers hardness numbers. Refer to Standard Hardness Conversion Tables in E140.

12. Keywords

12.1 hardness; indentation; Knoop; microindentation; Vick-

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. VERIFICATION OF KNOOP AND VICKERS HARDNESS TESTING MACHINES AND INDENTERS

A1.1 Scope

A1.1.1 Annex A1 specifies three types of procedures for verifying microindentation (Knoop and Vickers) hardness testing machines: direct verification, indirect verification, and periodic verification. This annex also contains geometric specifications for the indenter. A control chart method for monitoring the consistency of microindentation measurements based on the periodic verification tests and detecting measurement deviations is described in Practices E2554 and E2587.

A1.1.2 Direct verification is a process normally performed by the manufacture for verifying that critical components of the hardness testing machine are within allowable tolerances by

Anexo F. Certificado de calibración durómetro micro Vickers digital

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN LMF - 2019 - 011

Página 1 de 2

Fecha de emisión: 2019-01-07 LMC-2017-0666 Expediente:

1. SOLICITANTE : HIGH TECHNOLOGY LABORATORY CERTIFICATE S.A.C Dirección.

: Cal. Media Cuadra De La Avenida Naciones Unidas Mza. 35 Lote. 18 A.H.

Arriba Peru Canto Grande Lima - Lima - San Juan De Lurigancho.

2. INSTRUMENTO DE MEDICIÓN : DUROMETRO MICRO VICKERS DIGITAL

: LG : HV-1000 Modelo : No Indica Serie : 8975 (*) Identificación Procedencia : Cores Ubicación : No Indica Fecha de Calibración : 2019-01-07

3. METODO DE CALIBRACIÓN:

La calibración se realizó por medición directa y comparativa con patrones calibrados con trazabilidad nacional.

4. LUGAR DE CALIBRACIÓN:

LABORATORIOS MECALAB S.A.C.

Av. Lurigencho Nro. 1063, San Juan de Lurigencho - Lima.

5. CONDICIONES AMBIENTALES:

	Intetal	Final
Temperatura (°C)	21,3	21,6
Humedad Relativa (%HR)	57	55

6. PATRONES DE REFERENCIA:

Trazabilidad	Patrón	Marca	Certificado de Calibración
DM-INACAL	Termohigrómetro	Traceable	LH-089-2018 Mayo 2018
N.I.S.T.	Bloque patrón de dureza	200 HV	HV L-6
N.I.S.T.	Bloque patrón de dureza	413 HV	HV L-7
N.I.S.T.	Bloque patrón de dureza	744 HV	HV L-8

7. OBSERVACIONES:

- (*) Identificación asignada por HIGH TECHNOLOGY LABORATORY CERTIFICATE S.A.C., grabada en una etiqueta adherida al instrumento.
- El valor indicado del equipo que se muestra en la tabla, es el promediode 5 valores medidos.
- La incertidumbre de la medición que se presenta esta basada en una incertidumbre estándar multiplicado por un factor de cobertura k=2, el cual proporciona un nivel de confianza de aproximadamente 95 %.
- Se colocó una etiqueta con la indicación "CALIBRADO".

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN MF - 2019 - 011

Página 2 de 2

8. RESULTADO DE LA CALIBRACION:

ERROR DE INDICACIÓN

Condiciones Ambientales				
Inicial	20,8		Final	20,6

Valor Patrón (HV)	Indicación (HV)	Correción (HV)	Incertidumbre (HV)
200,0	200,0	0,0	0,15
413,0	412,7	0,3	0,15
744,0	744,2	-0,2	0,15

ERROR DE REPETIBILIDAD

Condiciones Ambientales				
Inicial	20,5		Final	20,3

Valor Patrón (HV)	Indicación (HV)	Correctón (HV)
744,0	744,5	-0,5
744,0	744,3	-0,3
744,0	744,0	0,0
744,0	744,0	0,0
744,0	744,1	-0,1

Error de repetibilidad: 0,50 HV Incertidumbre: 0,15 HV

9. CONCLUSIONES:

- De las mediciones realizadas se concluye que el equipo se encuentra calibrado debido a que los valores medidos están dentro del rango normal de operación.
- Se recomienda realizar la próxima calibración en un plazo no mayor a un año desde la emisión de la misma.

RN DEL DOCUMENTO

Anexo G. Ejecución



Figura 1. Materiales empleados: espátula de resina, hisopo, platina de vidrio, cilindros preformados, vaselina, guantes, resinas 3M Filtek Z250, lámpara Led Woodpecker y lámpara Led Gnatus y lámpara de luz halógena ultra lite-5.



Figura N° 2. Medida de intensidad de luz de las lámparas Woodpecker en 10 seg y 20 seg.



Figura N° 3. Medida de intensidad de luz de las lámparas Gnatus en 10 seg y 20 seg.



Figura N° 4. Aplicación de la vaselina.

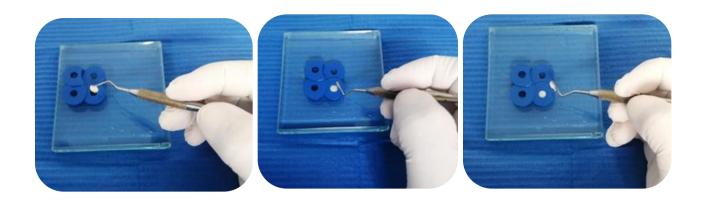


Figura N° 5. Realización de los especímenes de resina y retiro del exceso.

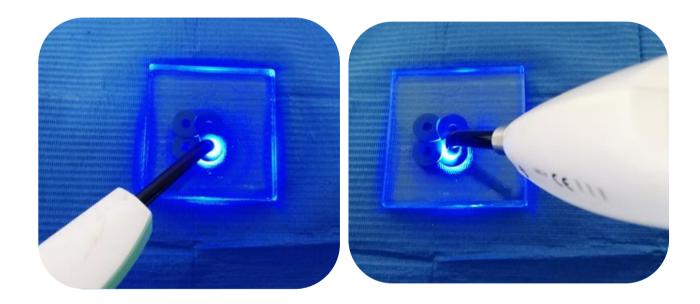


Figura N° 6. Fotopolimerización de los especímenes de resina.



Figura N° 7. Especímenes de resina, distribuidas en cinco grupos, 10 especímenes por grupo.



Figura N° 8. Lijadora eléctrica, se usaron lijas de diferente grano para el pulido de la superficie inferior del espécimen hasta que esta lisa y brillosa para obtener valores confiables en la prueba de durometría.



Figura N° 9. Durómetro micro vickers digital.



Figura N° 10. Programación del durómetro microvicker digital.

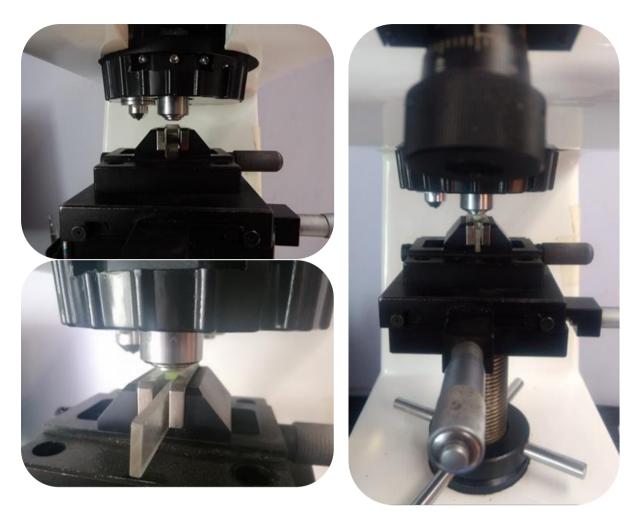


Figura N° 11. Indentación sobre la superficie inferior del espécimen de resina con el Durómetro microvicker digital.

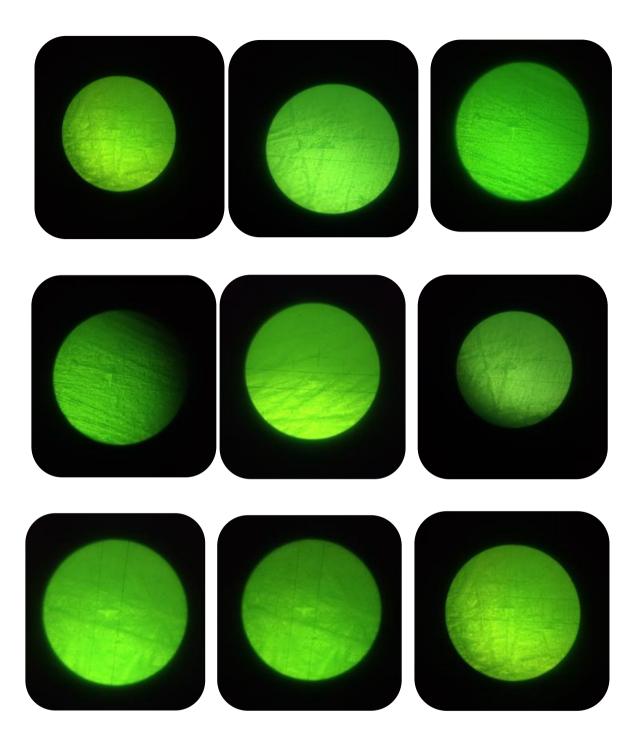


Figura 12. Fotografía con la Indentación, muestra la diagonal horizontal y vertical.