

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE REPAROS REALIZADOS EM RESINA COMPOSTA INDIRETA UTILIZANDO DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE

SHEAR BOND STRENGTH OF REPAIRS IN INDIRECT COMPOSITE RESINS USING DIFFERENT SURFACE TREATMENTS.

Fernando Isquierdo de Souza, Paulo Henrique dos Santos, Fabiana Ferres Brogin, Sabrina Pavan, Daniela Micheline dos Santos, André Ulisses Dantas Batista

RESUMO:

O propósito deste estudo foi verificar a resistência de união ao cisalhamento entre reparos realizados sobre resina composta indireta, variando o tratamento do substrato a ser reparado. Sessenta corpos-de-prova da resina composta indireta ArtGlass foram confeccionados em matriz de acetato medindo 6mm de diâmetro e 3 mm de profundidade. Após a polimerização, as amostras foram estocadas em água destilada a 37°C por período de 2 meses. Ao final deste período, as amostras foram incluídas em resina acrílica, desgastadas em politriz com lixas de granulação 320, 400 e 600 e divididas em 4 grupos, de acordo com o tratamento de superfície utilizado: (1) condicionamento com ácido fosfórico 37% + aplicação de adesivo Single Bond; (2) condicionamento ácido + aplicação do agente de união silano Ceramic Primer + adesivo dentinário; (3) jateamento com óxido de alumínio 50µm + condicionamento com ácido fosfórico 37% + aplicação de adesivo; (4) idênticos ao terceiro grupo, porém, após o jateamento, foi aplicado o agente de união silano + adesivo dentinário. Após a realização destes tratamentos, cilindros de resina composta Z250 foram unidos à resina composta indireta. As amostras foram submetidas a 500 ciclos térmicos (5 – 55°C) e ao ensaio de cisalhamento à velocidade de 0,5mm/min². Os dados foram submetidos à análise de variância e as médias comparadas pelo teste de Tukey (p<0,05). As amostras fraturadas foram levadas à lupa estereoscópica para análise do modo de fratura. Amostras representativas de cada grupo foram metalizadas e levadas à microscopia eletrônica de varredura. Os resultados apontaram médias superiores para o grupo 3 (7,32 ± 0,74 MPa), com diferença estatisticamente significativa para os demais grupos (p<0,05). Os menores valores foram obtidos para o grupo 2 (1,69 ± 0,72 MPa), com

diferença significativa para os demais ($p < 0,05$). Valores intermediários foram obtidos para os grupos 4 ($4,23 \pm 1,48$ MPa) e 1 ($3,49 \pm 1,08$ MPa), sem diferença significativa entre si ($p > 0,05$).

Palavras chave: resina composta, resistência de união, reparo

ABSTRACT:

The aim of this study was to verify the shear bond strength of repairs in indirect composite resin, using different surface treatments. Sixty samples of Artglass indirect composite resin were made in acetate matrix (6 x 3mm). After the polymerization, the samples were stored in distilled water (37°C) during 2 months. After that, the samples were included in acrylic resin, flattened with -320, -400 and -600 grit silicon paper and shared in four groups, according to the surface treatment: (1) etch with 37% phosphoric acid + Single Bond adhesive system; (2) etch + Ceramic Primer silane + adhesive system; (3) air abrasion with 50µm aluminum oxide + etch with phosphoric acid + adhesive system; (4) same treatment of third group with the application of silane + adhesive system after the air abrasion. After that, cylinders of Z250 composite resin were bond to the indirect composite resin. The samples were submitted to 500 thermal cycles (5 – 55°C) and to shear bond test at a crosshead speed of 0.5 mm/min². The data were submitted to ANOVA and Tukey's test (5%). The fractured samples were observed in stereoscope loupe to analysis of the fracture mode. Representative samples of each group were visualized in scanning electronic microscope. The results showed that higher values were obtained for Group 3 (7.32 ± 0.74 MPa), without statistically difference for the other groups ($p < 0.05$). The less values were obtained for group 2 (1.69 ± 0.72 MPa), with statistically difference for the other groups ($p < 0.05$). Intermediate values were obtained for group 4 (4.23 ± 1.48 MPa) and 1 (3.49 ± 1.08 MPa).

Key words: composite resin, bond strength, repair

INTRODUÇÃO:

A preocupação com a estética corporal e facial está se tornando inerente às civilizações modernas. No campo odontológico, a busca por restaurações com materiais estéticos está cada vez mais freqüente. O advento de novas tecnologias e a crescente melhora das propriedades mecânicas e biológicas dos materiais restauradores estéticos tem contribuído para tal fato, aumentando consideravelmente suas indicações.

Há alguns anos atrás, uma nova classe de resinas indiretas foi introduzida no mercado. Essas resinas apresentam maior conteúdo de carga inorgânica, modificações em suas matrizes, ou inovações como a adição de fibras, com o intuito de promover melhor resistência destas restaurações (Shellard & Duke, 1999).

Porém, sabe-se que a durabilidade destes materiais ainda é inferior àquela conseguida com restaurações metálicas ou cerâmicas, já que apesar destes recentes aperfeiçoamentos, numerosas falhas vêm sendo observadas clinicamente, devido principalmente a sensibilidade da técnica (Lucena-Martín et al., 2001). Dessa forma, na presença de falhas destas restaurações, a execução de técnicas de reparo pode ser uma alternativa viável à substituição total da restauração com compósitos (Kupiec & Barkmeier, 1996), numa tentativa de se diminuir o trauma sobre o órgão pulpar e preservar estrutura dental sadia remanescente. Além disso, exigem menor tempo clínico para sua execução e são economicamente mais viáveis (Mjör, 1993). As indicações para os procedimentos de reparo incluem: fraturas no corpo ou bordas da restauração, abrasão, alteração ou erro na seleção de cor, recidiva de cárie entre outros (Kupiec & Barkmeier, 1996; Bouschlicher et al., 1997).

A obtenção de sucesso nas técnicas de reparo envolve ainda a formação de uma adequada interface de união entre a restauração antiga e o compósito de reparo, sendo este o local crítico deste procedimento restaurador (Azarbal et al., 1986; Puckett et al., 1991; Turner & Meiers, 1993).

Ainda não há na odontologia um consenso em relação à escolha de uma técnica de reparo que seja superior às outras, entretanto, alguns fatores exercem uma influência significativa na resistência de união da interface adesiva, como a composição e viscosidade da resina de união, rugosidade da superfície do substrato utilizado, idade do substrato de resina e presença de bolhas (Turner & Meiers, 1993; Kupiec & Barkmeier, 1996; Brosh et al., 1997; Nilsson et al., 2000). Também a concentração e a disponibilidade dos grupos metacrilato não reagidos presentes na restauração de resina e a viscosidade do agente de união são considerados fatores importantes na formação de uma ótima interface de união química (Azarbal et al., 1986; Lewis et al., 1998).

Sendo assim, vários são os fatores que interferem na união desta interface. A busca por um procedimento clínico viável e que possibilite uma união estável e duradoura constitui um grande desafio da odontologia estética restauradora.

OBJETIVO:

O objetivo deste estudo foi verificar a resistência de união ao cisalhamento entre reparos realizados sobre resina composta indireta, variando o tipo de tratamento do substrato a ser reparado.

MATERIAL E MÉTODO***Materiais***

No quadro abaixo estão listados os materiais utilizados na realização do trabalho.

Quadro 1: Identificação dos materiais

MATERIAL	MARCAS	FABRICANTE
Resina composta indireta	ArtGlass	Heraeus Kulzer
Resina composta direta	Z250	3M Espe
Silano	Silano Kit Enforce	Dentsply
Adesivo dentinário	Single Bond	3M Espe
Ácido Fosfórico 35%	Scotchbond	3M Espe

Método***Grupo de amostras***

No quadro abaixo estão relacionados os grupos de amostras e os diferentes tratamentos que foram realizados.

Quadro 2: Grupos amostrais

GRUPO	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	AGENTE DE UNIÃO
I	ácido fosfórico 37%	Adesivo
II	ácido fosfórico 37%	silano + adesivo
III	jateamento Al_2O_3 + ac. Fosfórico 37%	adesivo
IV	jateamento Al_2O_3 + ac. Fosfórico 37%	silano + adesivo

Confeção das amostras

Inicialmente, foram confeccionados 60 corpos de prova em resina composta indireta ArtGlass (Heraeus Kulzer), medindo 6mm de diâmetro por 3mm de profundidade, e inserido o material em matriz de acetato com auxílio de uma espátula. Após a inserção na matriz a resina foi polimerizada em forno de polimerização à base de luz UniXS (Heraeus Kulzer). A recomendação estabelecida pelo fabricante é de que a espessura máxima para a polimerização inicial do ArtGlass seja de 2mm, sendo assim confeccionamos as amostras em duas camadas realizando a polimerização inicial de 90s após a inserção de cada uma das camadas. Ao final da ultima polimerização os corpos-de-prova passaram pela polimerização final num ciclo de 180s. Após a polimerização

completa, as amostras foram removidas da matriz e estocadas em água destilada a 37°C por período de 2 meses.

Ao final deste período os corpos-de-prova foram incluídos em resina acrílica e desgastados em politriz APL-4 (Arotec) com lixas d'água de granulação 320, 400 e 600. Após o polimento foram estocados em água destilada armazenados em estufa à temperatura constante de 37°C.

Tratamento de superfície

As amostras do grupo I foram tratadas em sua superfície com ácido fosfórico 37% por 1 minuto, sendo colocado após a lavagem e secagem um limitador de superfície adesivo de 4 milímetros de diâmetro. Logo após, foi aplicado o adesivo Single Bond (3M Espe) em duas camadas, levemente secados e fotoativado com aparelho de luz XL-2500 (3M Espe) por 10s. Em seguida, os corpos-de-prova foram posicionados em dispositivo metálico com matriz bi-partida de silicone para a inserção da resina composta direta, de modo a confeccionar os cilindros sobre os corpos experimentais. Foi utilizada a resina composta Filtek Z-250 (3M Espe), sendo inserida em camadas incrementais não superiores a 1,5mm, sendo foto-ativada por 40 s.

As amostras do grupo II tiveram idêntico tratamento com ácido fosfórico 37% e mesma delimitação de superfície. Porém, antes da aplicação do adesivo, a superfície foi tratada com silano Ceramic Primer (3M Espe). Após este tratamento, foi aplicado o adesivo e confeccionado o cilindro resinoso identicamente ao grupo I.

Os grupos III e IV tiveram suas amostras jateadas com óxido de alumínio em partículas de 50µm a uma distância de 5mm por 10 segundos. Após a asperização, as amostras foram lavadas com água destilada em aparelho ultra-som 2210 (Branson), a fim de remover resíduos do óxido. Depois da lavagem permaneceram como as outras amostras em água destilada em estufa a 37°C, até que fossem tratadas uma a uma como feito com os demais grupos experimentais. Em seguida o grupo III teve tratamento de superfície idêntico ao grupo I, e o do grupo IV idêntico ao grupo II.

Unidas à resina composta direta, todas as amostras foram estocadas novamente em água destilada em estufa à 37°C e, então, submetidas à ciclagem térmica em termocicladora MSCT – 3 Plus. Foram realizados 500 ciclos térmicos (5-55°C), com tempo de imersão de 30 segundos em cada banho, após o qual foram submetidas ao ensaio de cisalhamento.

Para o teste de resistência de união ao cisalhamento os corpos-de-prova foram posicionados em máquina de teste universal EMIC (modelo DL 3000), com célula de

carga de 20kgf e utilizado o método de fita, sendo o teste realizado à velocidade de 0,5mm/min². Os valores de resistência de união foram expressos em MPa. Os dados foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey (5%).

As amostras foram, após o cisalhamento, submetidas à análise sob lupa estereoscópica (Carl Zeiss) com aumento de 40x, para a verificação do modo de fratura. Amostras representativas de todos os grupos estudados foram levadas à microscopia eletrônica de varredura (Jeol modelo JSM 5600 LV).

RESULTADOS:

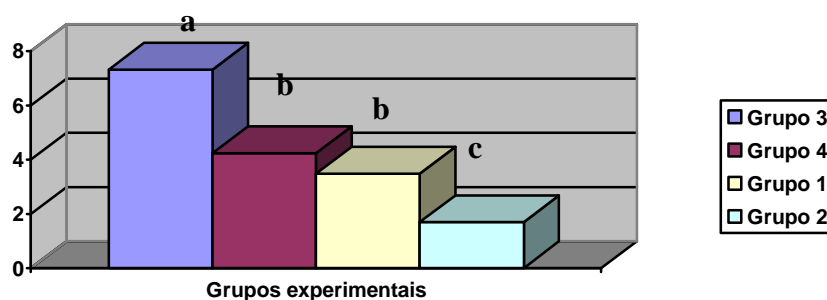
A Tabela 1 ilustra a Análise de Variância (ANOVA), onde se observa que no fator grupos experimentais, há diferença significativa entre os mesmos ($p < 0,05$).

Tabela 1: Análise de Variância

<i>Causas da Variação</i>	<i>G.L.</i>	<i>S.Q.</i>	<i>Q.N.</i>	<i>VALOR F</i>	<i>PROB.>F</i>
Grupos	3	132.2908888	44.0969629	39.3769	0.00001
Resíduo	56	31.3563193	1.1198685		
TOTAL	59	163.6472081			

Pelo Gráfico 1, verificou-se que o grupo 3 apresentou a maior média de resistência de união ($7,32 \pm 0,74$ MPa), com diferença estatisticamente significativa para os demais grupos ($p < 0,05$). Os menores valores foram obtidos para o grupo 2 ($1,69 \pm 0,72$ MPa), com diferença significativa para os demais ($p < 0,05$). Valores intermediários foram obtidos para os grupos 4 ($4,23 \pm 1,48$ MPa) e 1 ($3,49 \pm 1,08$ MPa), sem diferença significativa entre si ($p > 0,05$).

Gráfico1: Resistência de união (MPa) independentemente do grupo experimental



Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ($p < 0,05$)

O resultado da análise do modo de fratura (Tabela 2), mostra que todos os corpos-de-prova dos grupamentos experimentais 1, 2, 3 e 4 apresentaram falha adesiva na união dente artificial-resina composta.

Tabela 2: Tipo de falha observada em lupa estereoscópica

	Artglass		
	Adhesiva	Coesiva	Mista
Grupo 3	15	-	-
Grupo 4	15	-	-
Grupo 1	15	-	-
Grupo 2	15	-	-

DISCUSSÃO:

A correta compreensão dos mecanismos de adesão entre compostos resinosos é fundamental para o sucesso clínico dos procedimentos de reparo em resina composta. Como relatam Brosh et al. (1997) e Bouschlicher et al. (1999), são possíveis três mecanismos de adesão em reparos de resinas compostas, sendo: adesão química à matriz orgânica; adesão química às partículas de carga inorgânica; e retenção micro-mecânica entre o material de reparo e a superfície do compósito reparado, através de penetração do material reparador nas microrretenções criadas pelo tratamento de superfície.

Para Melo (2001) independentemente do tratamento de superfície empregado, a utilização de um agente adesivo como parte do processo reparador representa uma melhora significativa na força de adesão entre a resina e o compósito indireto ArtGlass. Outros autores também concordam que a utilização de um agente adesivo é essencial para obter-se força de adesão adequada em procedimentos reparadores (Azarbal et al., 1986; Pucket et al., 1991; Turner & Meiers, 1993). Vários autores indicam também que a união química dependeria de inúmeros fatores que poderiam reduzir o número de radicais livres de metacrilato, como o envelhecimento e o alto grau de conversão das resinas laboratoriais, o que prejudicaria a eficiência da adesão do material reparador (Cesar et al., 2001; Melo, 2001; Tezvergil et al., 2003). Cesar et al. (2001) relataram que a seleção do tratamento de superfície depende da composição do material a ser reparado e conseqüentemente os resultados obtidos para um compósito específico não são necessariamente aplicáveis a outros materiais.

O grupamento experimental 1, no qual foi realizado condicionamento com ácido fosfórico e aplicação do agente de união, apresentou média de resistência de união intermediária ($3,49 \pm 1,08\text{MPa}$), quando comparada aos demais grupos, sem diferença estatística significativa para o grupo 4. Segundo Cesar et al. (2001), o condicionamento com ácido fosfórico a 37% é incapaz de causar alteração morfológica de superfície suficiente para permitir adesão mecânica durante o procedimento de reparo de

espécimes em resina composta. A função de tal condicionamento se restringiria apenas à remoção de *debris*, impurezas da superfície a ser reparada, aumentando assim sua energia de superfície (Melo, 2001). Sendo assim, o mecanismo de adesão deste grupo dependeria da quantidade de copolimerização entre grupamentos metacrilatos não reagidos presentes na superfície do material a ser reparado, com o adesivo utilizado no reparo (Turner & Meiers, 1993; Sau et al., 1999). No entanto, Söderholm & Roberts (1991) e Nilsson et al. (2000) relataram que esta união seria pouco eficaz em virtude do compósito envelhecido apresentar poucos grupamentos metacrilatos livres para reagir com o agente de união, o que provavelmente explicaria os resultados intermediários deste grupo, em virtude do armazenamento por dois meses da resina composta previamente ao procedimento de reparo.

Os melhores resultados de resistência de união foram obtidos com a asperização de superfície ($7,32 \pm 0,74$ MPa), tratamento realizado no grupamento experimental 3. A asperização de superfície pelo método do jateamento com óxido de alumínio (Al_2O_3 50 μm), visa a criação de microrretenções na superfície da resina a ser reparada, através de numerosas fissuras irregulares e oblíquas de modo a promover um microembricamento mecânico entre as partes (Melo, 2001; Turner & Meiers, 1993; Bouschlicher et al., 1997; Brosh et al., 1997. Lucena-Martín et al. (2001) verificaram em seu experimento que este tipo de abrasão proporcionou os melhores resultados em resistência de união. De acordo com Cesar et al. (2001) tal embricamento seria um dos fatores mais importantes para a resistência da união. O jateamento da superfície também promoveria, segundo Nilsson et al. (2000) um aumento na rugosidade de superfície, aumentando o embricamento mecânico e a probabilidade de encontrar monômeros residuais livres em uma área de superfície mais extensa.

A aplicação do agente de união silano (Grupos 2 e 4) diminuiu os valores de resistência de união comparado aos grupos sem este tratamento, sendo o grupo 2 o que obteve os resultados menos satisfatórios com média de $1,69 \pm 0,72$ MPa. Alguns autores afirmam que o efeito do silano na eficiência da união em compósitos reparados é controverso, não encontrando melhoras estatisticamente significantes nas resistências de união, porém sem prejuízo (Cesar et al., 2001; Brosh et al., 1997; Saunders, 1990). Entretanto, uma série de autores relatou contrariamente aos nossos resultados, benefícios na utilização do silano principalmente quando utilizado juntamente com a asperização da superfície (Swift Jr. et al., 1992; Hisamatsu et al., 2002). Bouschlicher et al. (1997) relataram que o silano otimizou a resistência de união em reparos realizados

em resinas híbridas, sendo pouco eficazes em resinas de micropartículas. Como observado no item resultados o grupamento experimental 4 que recebeu asperização e silanização obteve resultados intermediários ($4,23 \pm 1,48$ MPa) sem diferença estatística significativa para o grupo 1.

Söderholm & Roberts (1991) relataram que tais agentes são moléculas com dois grupamentos funcionais: - o silanol que se liga à sílica da partícula do compósito; e um grupamento organofuncional que se une ao metacrilato do agente de união através de ligações covalentes. Desta forma, o tratamento com silano sobre as partículas expostas na superfície do compósito resultaria em uma reação de condensação, com formação de união siloxano entre o grupamento silanol e os grupamentos inorgânicos contendo silício presentes no compósito (Bouschlicher et al. (1997). No entanto, os resultados do presente trabalho mostram que, provavelmente, o benefício oriundo da ligação do silano às partículas de carga do compósito a ser reparado seria menor que o contato direto do agente de união aos grupamentos metacrilato do compósito.

Pela análise da tabela 2, pode-se observar que todos os corpos-de-prova apresentaram falhas adesivas na união dente artificial - resina composta, concordando com os resultados de Cesar et al. (2001). Uma possível hipótese para explicar a maioria das falhas adesivas nesse estudo, seria a metodologia empregada para a realização do ensaio mecânico. Esse trabalho utilizou uma fita metálica de 5 mm de largura que envolveu totalmente o cilindro do compósito no momento do ensaio. Entretanto, a maioria dos estudos utiliza cinzel de borda cortante ou reta para realizar o carregamento. Sinhareti et al. (2001) afirmaram que a utilização do cinzel implicaria em primeiramente concentrar no compósito um ponto de tensão para após existir a falha, enquanto que a fita metálica promoveria um deslizamento entre as superfícies concentrando as tensões principalmente na interface da união resina acrílica – resina composta.

CONCLUSÃO:

De acordo com os métodos utilizados e da análise estatística dos resultados obtidos no presente trabalho, chega-se à conclusão de que:

- 1) A asperização por jateamento com óxido de alumínio 50 μ m modificou estruturalmente a superfície, promovendo uma melhora significativa na união dos reparos, estabelecendo maior resistência de união.
- 2) O uso do agente de união silano prejudicou o processo de união entre o compósito indireto e a resina composta reparadora.

- 3) Tratamentos complementares na superfície do compósito podem melhorar a interface de união em procedimentos de reparo em resinas indiretas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

- 1- Azarbal P, Boyer DB, Chan KC. The effect of bonding agents on the interfacial bond strength of repaired composites. *Dent Mater* 1986; 63: 153-55.
- 2- Bouschlicher MR, Reinhardt JW, Vargas MA. Surface treatment techniques for resin composite repair. *Am J Dent* 1997; 10: 279-83.
- 3- Bouschlicher MR, Cobb DS, Vargas MA. Effect of two abrasive systems on resin bonding to laboratory processed, indirect resin composite restorations. *J Esthet Dent* 1999; 11: 185-96.
- 4- Brosh T, Pilo R, Bichacho N, Blustein R. Effect of combinations of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. *J Prosthet Dent* 1997; 77: 122-26.
- 5- Cesar PF, Faara PMM, Caldart RM, Jaeger RG, Ribeiro FC. Tensile bond strength of composite repairs on Artglass using different surface treatments. *Am J Dent* 2001; 14: 373-77.
- 6- Hisamatsu N, Atsuta M, Matsumura H. Effect of silane primers and unfilled resin bonding agents on repair bond strength of a prosthodontic microfilled composite. *J Oral Rehabil* 2002; 29: 644-48.
- 7- Kupiec KA, Barkmeier WW. Laboratory evaluation of surface treatments for composite repair. *Oper Dent* 1996; 21: 119-24.
- 8- Lewis G, Johnson W, Martin W, Canerdy A, Claburn C, Collier M. Shear bond strength of immediately repaired light-cured composite resin restoration. *Oper Dent* 1998; 23: 121-27.
- 9- Lucena-Martin C, González-lopez S, Mondelo JMNR. The effect of various surface treatments and bonding agents on the repaired strength of heat-treated composites. *J Prosthet Dent* 2001; 86: 481-88.
- 10- Melo RODN. Resistência à tração de reparos em resina composta confeccionados sobre a resina de laboratório Artglass utilizando-se diferentes tratamentos de superfície. São Paulo; 2001. [Dissertação de Mestrado - Faculdade de Odontologia – USP].
- 11- Mjör IA. Repair versus replacement of failed restorations. *Int Dent J* 1993; 43: 466-72.
- 12- Nilsson E, Alaeddin S, Karlsson S, Milleding P, Wennerberg A. Factors affecting the shear bond strength of bonded composite inlays. *Int J Prosthodont* 2000; 13: 52-8.
- 13- Puckett AD, Holder R, O' Hara JW. Strength of posterior composite repairs using different composite/ bonding agent combinations. *Oper Dent* 1991; 16: 136-40.
- 14- Sau CW, Oh GSY, Koh H, Chee CS, Lim CC. Shear bond strength of repaired composite resins using a hybrid composite resin. *Oper Dent* 1999; 24: 156-61.
- 15- Saunders WP. Effect of fatigue upon the interfacial bond strength of repaired composite resin. *J Dent* 1990; 18: 158-62.
- 16- Shellard E, Duke ES. Indirect composite resin materials for posterior applications. *Compend Contin Educ Dent* 1999; 20: 1166-71.
- 17- Sinhoreti MA, Consani S, De Goes MF, Sobrinho LC, Knowles JC. Influence of loading types on the shear strength of dentin-resin interface bonding. *J Mater Sci Mater Med* 2001; 12: 39-44.
- 18- Söderholm KJM, Roberts MJ. Variables influencing the repair strength of dental composites. *Scand J Dent Res* 1991; 99: 173-80.
- 19- Swift-Jr EJ, Brodeur C, Cvitko E, Pires JAF. Treatment of composite surfaces for indirect bonding. *Dent Mater* 1992; 8: 193-96.
- 20- Turner CW, Meiers JC. Repair of an aged, contaminated indirect composite resin with a direct, visible-light-cured composite resin. *Oper Dent* 1993; 18: 187-194.
- 21- Tezvergil A, Lassila LVJ, Vallittu PK. Composite-composite repair bond strength: effect of different adhesion primers. *J Dent* 2003; 31: 521-25.