

# Influência do tratamento de superfície na resistência adesiva de compósito nanoparticulado.

## *Influence of the surface treatment on the bond strength of nanocomposite resin*

**Paula de Carvalho CARDOSO**

Doutoranda – Programa de Pós-Graduação em Dentística Restauradora – UFSC – Florianópolis – SC – Brasil

**Ana Elise Ramos COLLE**

Aluna de graduação – Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC – Florianópolis – SC – Brasil

**Luiz Narciso BARATIERI**

Professor Titular – Responsável da Disciplina – Dentística da Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC – Florianópolis – SC – Brasil

**Sylvio MONTEIRO JUNIOR**

Professor Titular da Disciplina de Dentística da Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC – Florianópolis – SC – Brasil

---

### RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar *in vitro* a resistência adesiva de reparos em compósitos, utilizando diferentes tratamentos de superfície. Quarenta corpos de prova de resina composta (Filtek Supreme, 3M-Espe) foram envelhecidos artificialmente e divididos em quatro grupos (n=10): Grupo 1 (controle) - resina composta+ sistema adesivo + resina composta; Grupo 2 – resina composta + ranhuras com ponta diamantada grossa (n° 2135 – KG Sorensen) + sistema adesivo + resina composta; Grupo 3 - resina composta + orifícios com ponta diamantada grossa (n° 1031 – KG Sorensen) + sistema adesivo + resina composta; Grupo 4 - resina composta + jateamento com óxido de alumínio + sistema adesivo + resina composta. Após a realização dos tratamentos superficiais, foi aplicado o adesivo conforme as instruções do fabricante e confeccionado um cilindro de resina composta com auxílio de uma matriz de Teflon (2,1mm de diâmetro). Os corpos de prova foram submetidos a ciclagem térmica e em seguida armazenados por 24 horas a 37°C. O teste de cisalhamento foi realizado na máquina Instron com velocidade de 1 mm/min. Os dados foram analisados por ANOVA e Tukey.(5%) Resultados: Os valores médios em MPa ( $\pm$ DP) foram: G1 - 14,7 ( $\pm$ 5,0)B; G2 - 24,1 ( $\pm$ 5,4)A; G3 - 15,61 ( $\pm$ 3,24)B; G4 - 17,99 ( $\pm$ 9,03)A,B. ANOVA mostrou diferença significativa entre os grupos analisados (0,0059), apresentando o grupo 2 os maiores valores de resistência de união ao cisalhamento. Concluiu-se que as ranhuras realizadas como tratamento superficial em resina composta nanoparticulada aumentou a resistência de união ao cisalhamento.

### PALAVRAS CHAVES

Restauração dentária permanente; resinas compostas; resistência à tração; materiais dentários, estudo comparativo

---

## Introdução

O uso freqüente de compósitos tem provocado vários problemas como: o aumento na incidência de falhas, defeitos, fraturas e manchamentos<sup>1-3</sup> Contudo, estas deficiências podem não exigir a substituição da restauração e sim a realização de um reparo<sup>11-2</sup>.

Usualmente, os trabalhos têm reportado sobre o reparo resina/resina, utilizando-se de tratamentos superficiais como: o uso de pontas diamantada e jateamento com óxido de alumínio, para aumentar a força

de adesão<sup>7,10-1,18,25,27-9</sup>. Entretanto, estes dados não são confirmados por outros trabalhos<sup>4,6,13-5,19,22</sup>.

Apesar da vasta literatura revelar a necessidade de tratamento superficial no reparo de compósitos microparticulados e micro-híbridos, ainda existe a necessidade de outros estudos envolvendo uma nova resina que se diferenciam das demais pela sua parte inorgânica, composta por nanopartículas, e nanoaglomerados<sup>16,21</sup>. Devido a esta composição, desconhece-se a influência do tratamento superficial nos resultados de resistência adesiva. Diante desta inovação, torna-se

pertinente investigar se a adesão na interface resina envelhecida/resina nova será eficaz ou, se será necessário tratamentos superficiais extras para aumentar a força de adesão. O objetivo deste trabalho foi avaliar, *in vitro*, a resistência adesiva de reparos em compósitos, utilizando diferentes tratamentos de superfície.

## MATERIAL E MÉTODOS

### Preparação dos espécimes

Foram confeccionados quarenta espécimes, 5mm altura e 5mm comprimento, com resina composta Filtek Supreme (3M Dental Products, St Paul, MN,

USA), na cor B3D. As características do compósito estão apresentados no Quadro 1. O envelhecimento artificial foi realizado através da ciclagem térmica, em banhos alternados entre 5°C e 55°C, por 1000 ciclos. Em seguida, os espécimes foram incluídos em tubos de PVC, (Tigre Corp., Joinville, Brasil) com resina acrílica autopolimerizável (Cromex, Piracicaba, SP, Brasil), deixando toda a superfície da resina composta exposta. Realizou-se o polimento com lixas de água de granulação 220, 360 e 600 (3M Co, Sumaré, Brasil), respectivamente, sob refrigeração em uma politriz (Panambra, São Paulo, Brasil), a fim de padronizar a superfície do teste.

**Quadro 1 – Dados básicos da resina composta Filtek Supreme**

FILTEK SUPREME				
Carga		Tipo de partícula	Partícula Média	Matriz Orgânica
Peso	Volume			
72,5 – 78,5 %	57,7 – 59,5 %	Zircônia-sílica e sílica, em nanopartículas, dispostas em nanoaglomerados	0.075 $\mu$ para cores translúcidas e 0.02 $\mu$ para as demais	BIS-GMA BIS-EMA UDMA TEGDMA

### Dados fornecidos pela 3M Dental Products

### Desenho experimental

A Figura 1 apresenta de forma esquemática o desenho experimental do estudo. Os quarenta espécimes foram divididos em quatro grupos, aleatoriamente, com dez em cada.

Grupo 1 (controle) - corresponde ao grupo controle, no qual foram seguidas as recomendações do fabricante. Os espécimes foram condicionados com ácido fosfórico a 35% (3M Dental Products, St Paul, MN, USA) em gel por 30 segundos, lavados com jato de ar-água provenientes de seringa tríplice e secos com bolinha de algodão. A seguir, foi feita a aplicação da primeira camada do adesivo Single Bond (3M Dental Products, St Paul, MN, USA) com pincel descartável, seguido de um leve jato de ar comprimido. Aplicou-se uma segunda camada do adesivo, e fotopolimerizou-se por 10 segundos. Utilizou-se um fotopolimerizador previamente calibrado (Optilux 401, Demetron, Kerr Corp. Danbury, CT, USA).

Grupo 2 (ranhuras) – Inicialmente foi realizado um tratamento superficial com ponta diamantada grossa (n° 2135, KG Sorensen 1052, Barueri, SP, Brasil). Este procedimento foi realizado por um mesmo operador, sendo que foram realizadas ranhuras verticais. A padronização do tratamento superficial deste grupo foi feito através de um dispositivo metálico que ao ser colocado sobre o conjunto tubo de PVC, resina acrílica e resina composta, pré-determinava a distância entre as ranhuras e a profundidade das mesmas. As pontas foram descartadas a cada cinco espécimes tratados. Os procedimentos adesivos seguiram o padrão do grupo 1 (controle).

Grupo 3 (orifícios) – O tratamento superficial foi realizado com ponta diamantada grossa (n° 1031, KG Sorensen 1052, Barueri, SP, Brasil). Este procedimento foi realizado por um mesmo operador, sendo que foram realizadas retenções mecânicas, na forma de orifícios. Este formato foi dado pelo

desenho da ponta diamantada. A padronização do tratamento superficial deste grupo foi feito através de um dispositivo metálico que ao ser colocado sobre o conjunto tubo de PVC, resina acrílica e resina composta, pré-determinava a distância de um orifício para o outro e a profundidade do orifício (metade da ponta ativa da ponta diamantada). As pontas foram descartadas a cada cinco espécimes

tratados. Os procedimentos adesivos seguiram o padrão do grupo 1 (controle).

Grupo 4 (Microetcher) – O tratamento superficial foi realizado com jateamento com oxido de alumínio de 50 $\mu$ , por 5 segundos, através do jateador “Microetcher” (Danville Engineering 94583 San Ramon, California, USA), a uma distancia de 2cm. Os procedimentos adesivos seguiram o padrão do grupo 1 (controle).



FIGURA 1 - Desenho experimental.

### Teste de cisalhamento

Após a realização dos tratamentos superficiais e procedimento adesivo, foi confeccionado sob cada espécime um cilindro de resina composta (Filtek Supreme, 3M Dental Products, St Paul, MN, USA), com auxílio de uma matriz de Teflon (2,1mm de diâmetro e 4mm de altura). A inserção do material foi realizada em dois incrementos e fotopolimerizado por 20 segundos cada (Optlux 401, Demetron, Kerr Corp., Danbury, CT, USA).

Após a união, os corpos-de-prova foram envelhecidos por meio de armazenagem em água destilada a 37°C, em estufa, por 24 horas, associada a ciclagem térmica (500 ciclos térmicos, entre 5°C e 55°C).

O teste de cisalhamento foi realizado na máquina de teste universal Instron (Model 4444, Instron Corporation, Canton, MA 02021, USA), usando a Series IX Software System (Instron Corp.) para obtenção dos dados. O garfo do teste de cisalhamento teve uma velocidade de 1.0 mm/min, até a fratura da interface adesiva.

### Análise Estatística

Para verificar se existia diferença entre os quatro grupos foi aplicado o teste ANOVA (one-way), e para comparação múltipla foi utilizado o teste de TUKEY para nível de 0,05 (5%) de significância.

### RESULTADOS

Os resultados da estatística descritiva (quantidade, média, desvio padrão, mínimo e máximo) para cada grupo são mostrados na Tabela 1.

De acordo com o teste ANOVA (one-way), foi encontrada diferença estatística entre os grupos, com valor de  $p=0,0059$ . A Figura 2 mostra os valores médios de resistência de união para os quatro grupos analisados.

As comparações individuais a partir do teste de Tukey são mostradas na Tabela 2 e Figura 1. O grupo com maior valor de resistência de união foi o “ranhuras”, sem diferença estatística com “microetcher”, entretanto com diferença estatisticamente significativa com o grupo “orifícios” e “controle”.

TABELA 2 - Estatística descritiva para cada grupo estudado

Grupo	Número da amostra	Media (Mpa)	Desvio Padrão	Valor Mínimo	Valor Máximo
Controle	10	14,75 <sup>b</sup>	5,00	7,97	22,79
Ranhuras	10	24,12 <sup>a</sup>	5,41	18,84	35,32
Orifícios	10	15,61 <sup>b</sup>	3,24	11,16	20,32
Microetcher	10	17,99 <sup>a,b</sup>	9,03	7,97	36,76

Valores com mesma letra não mostram diferença significativa a 5%.

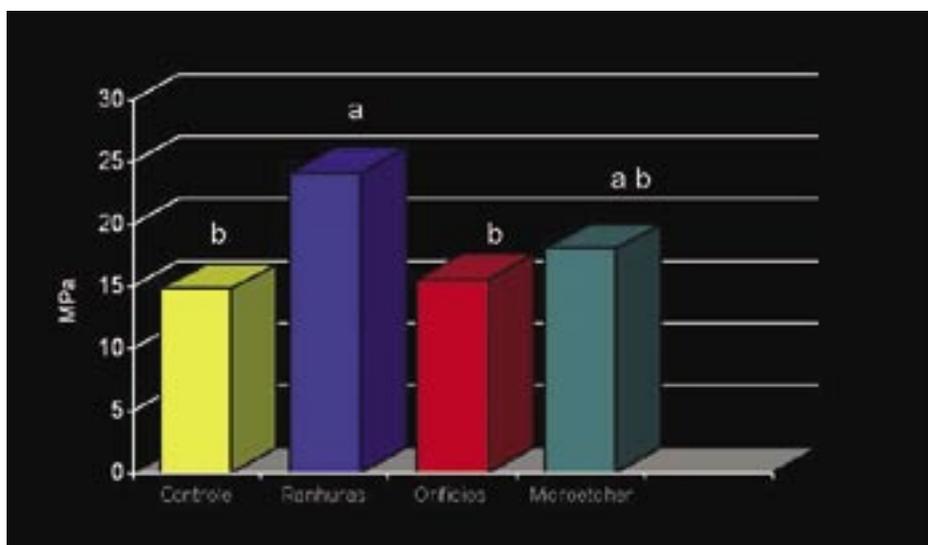


FIGURA 2 - Valores médios de resistência de união em MPa para os quatro grupos analisados

## DISCUSSÃO

A qualidade da adesão pode ser avaliada por testes laboratoriais de tração, cisalhamento e microtração<sup>20</sup>. Torna-se importante relatar que nesta pesquisa adotou-se o método de cisalhamento, descartando-se o teste de microtração que caracteriza-se por utilizar áreas muito pequenas, o que influenciaria no resultado, pois, poderia acontecer da área averiguada coincidir com a ausência do tratamento superficial. Já, o teste de tração foi eliminado por apresentar variáveis prejudiciais aos resultados<sup>24</sup>. Esta afirmação pode ser confirmada, pois toda força de união por tração é delimitada em função da área da superfície de adesão e, portanto o

teste de tração apresenta uma área de adesão maior e, conseqüentemente, mais defeitos, influenciando negativamente nos valores de resistência adesiva<sup>20</sup>.

O termo termociclagem é definido como o único teste, *in vitro*, que possibilita a reprodução das variações de temperatura da boca, calor e ao frio advindos de alimentos sólidos e líquidos.<sup>31</sup> Entretanto, tal abordagem, ainda, é muito controversa, sendo utilizado com freqüência para envelhecer a união no teste de microinfiltração<sup>5,8,9,23</sup>. O intuito do presente trabalho ao realizar a termociclagem prévia à união foi reproduzir com maior fidelidade as condições bucais. Acredita-se que as mudanças presentes na cavidade bucal podem alterar a composição da resina composta

<sup>17,26,30</sup>. Apesar da escassez de metodologias científicas utilizando este envelhecimento artificial da superfície, Frankenberger et al.<sup>15</sup> (2003), ao avaliar reparo de compósitos, armazenaram os espécimes de resina durante 365 dias em água. Ou seja, torna-se pertinente realizar algum tipo de procedimento, ciclagem térmica ou armazenamento, para envelhecimento dos espécimes antes da realização do reparo.

A literatura envolvendo tratamento superficial em resina composta enfoca o uso do jateamento com oxido de alumínio e uso da ponta diamantada<sup>7,10,11,18,25,27,28,29</sup>. Nesta pesquisa adotou-se estes tratamentos e, ainda, variou-se o uso da ponta diamantada, onde foi realizado “ranhuras” no G2 e “orifícios” no G3. Não foi encontrado nenhum trabalho utilizando o grupo 3 (orifícios), no entanto, optou-se pela sua inclusão pois acreditava-se que esta seria uma nova técnica para se estabelecer uma melhor retenção micromecânica. Entretanto, os resultados contrariaram tal hipótese, pois os valores de resistência de união foi de 15,61 MPa, similares ao grupo controle onde não foi realizado nenhum tipo de tratamento superficial.

Os resultados do presente estudo demonstram que o tratamento superficial (ranhuras) aumentou a força de adesão do reparo, corroborando com outras pesquisas<sup>7,10,11,18, 15,16,20,24,25,27,28,29</sup>, sendo que a elevação dos valores podem ser atribuídos ao aumento

da área de adesão dado pela presença de retenções micromecânicas. Relacionado a estes estudos, Crumpler et al.<sup>11</sup> (1989), concluíram que a rugosidade superficial criada pelo tratamento superficial pode promover um melhor entrelaçamento mecânico e, assim, um aumento a área de adesão disponível para adesão micromecânica. Entretanto, outros trabalhos observaram a redução na força de adesão em reparos após a abrasão da superfície da resina<sup>4,6,13,14,15,19,22</sup>. Tal achado foi atribuído pela presença de partículas de carga durante o procedimento de abrasão, debris na superfície ou, ate, inclusão de ar na interface, reduzindo, conseqüentemente, a área para adesão<sup>16</sup>. Neste contexto, Cavalcanti et al.<sup>9</sup> (2005), ao avaliar a microinfiltração no reparo de compósitos, não encontraram diferenças entre os grupos controle e os com tratamento superficial.

Assim sendo, o tratamento superficial em reparo de compósito nanoparticulado se faz necessário, sendo aconselhável à realização de ranhuras com ponta diamantada ou utilização de “microetcher” para aumentar a resistência de união.

## CONCLUSÃO

Dentre os tratamentos estudados, a realização de ranhuras possibilitou os melhores resultados.

---

## ABSTRACT

*The purpose of this study was to evaluate in vitro the bond strength of repairs in composite resins, using different surface treatments. Forty composite resin specimens were artificially aged and divided in four groups (n=10) as follows: Group 1 (control) – composite resin + adhesive system + composite resin; Group 2 – composite resin + scratches executed with a coarse diamond bur (# 2135 - KG Sorensen) + adhesive system + composite resin; Group 3 – composite resin + orifices executed with a coarse diamond bur (# 1031 – KG Sorensen) + adhesive system + composite resin; Group 4 – composite resin + aluminum oxide sandblasting + adhesive system + composite resin. After surface treatment, an adhesive system was applied according to manufacture's instructions and a composite resin cylinder was fabricated using a Teflon mold (2.1 mm in diameter). Then, specimens were subjected to thermal cycling and stored for 24 hours at 37°C. Shear bond strength was tested in an Instron testing machine at crosshead speed of 1 mm/min. Data were analyzed using ANOVA and Tukey test. Results: The average values in MPa ( $\pm$ SD) were: G1 - 14,7 ( $\pm$  5.0) B; G2 - 24,1 ( $\pm$  5.4) A; G3 - 15.61 ( $\pm$  3.24) B; G4 - 17.99 ( $\pm$  9.03) A,B. Values with the same letter did not demonstrate significant difference at 5%. ANOVA demonstrated significant difference among the groups (0,0059). Group 2 had the highest shear bond strengths. It was concluded that the scratches performed on the nanocomposite resin improved the shear bond strengths.*

## UNITERMS

*Dental restoration, permanent; composite resins; tensile strength; dental materials, comparative study*

---

## REFERÊNCIAS

1. Baratieri LN, Araújo Jr EM, Monteiro S Jr, Vieira LCC. Caderno de dentística restaurações adesivas diretas com resinas compostas em dentes anteriores fraturados. São Paulo:Santos; 2002.
2. Baratieri LN, Monteiro S Jr, Andrada MAC, Vieira LCC, Ritter AV, Cardoso AC. Estética: restaurações adesivas diretas em dentes anteriores fraturados. São Paulo: Santos; 1995.
3. Baratieri LN, Monteiro S Jr, Andrada MAC, Vieira LCC, Ritter AV, Cardoso AC. Odontologia restauradora. fundamentos e possibilidades. São Paulo: Santos; 2001.
4. Barnes DM. et al. Microleakage of class 5 composite resin restorations: a comparison between in vitro and in vivo. Oper Dent. 1993 Nov/Dec.; 18 (6): 237-45.
5. Bouschlicher MR, Reinhardt JW, Vargas MA. Surface treatment techniques for resin composite repair. Am J Dent. 1997 Dec;10(6):279-83.
6. Boyer DB, Chan KC, Reinhardt JW. Build-up and repair of lightcured composites: bond strength. J Dent Res. 1984 Oct;63(10):1241-4.
7. Brosh T, Pilo R, Bichacho N, Blutstein R. Effect of combinations of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. J Prosthet Dent. 1997 Feb; 77(2):122-6.
8. Cardoso PC, Pereira EM, Sakata CL, Veronezi MC. Influência da ciclagem térmica na determinação da microinfiltração de restauração de resina composta. Rev Ibero-am Dent Estet. 2005;4(13):63-8.
9. Cavalcanti AN, Lobo MM, Fontes CM, Liporoni P, Mathias P. Microleakage at the composite-repair interface: Effect of different surface treatment methods. Oper Dent. 2005;30(1):113-7.
10. Chiba K, Hosoda H, Fusayama T. The addition of an adhesive composite resin to the same material: Bond Strength and clinical techniques. J Prosthet Dent. 1989Dec;61(12):669-75.
11. Crumpler DC, Bayne SC, Sockwell S, Brunson D, Roberson TM. Bonding to resurfaced posterior composites. Dent. Mater. 1989 Nov;5(6):417-24.
12. Denehy G, Bouschlicher M, Vargas M. Intraoral repair of cosmetic restorations. Dent Clin North Am. 1998 Oct;42(4):719-37.
13. Eli I, Liberman R, Levi N, Haspel Y. Bond strength of joined posterior light-cured composites: comparison of surface treatments. J Prosthet Dent. 1988 Aug;60(2):185-9.
14. Eliades GC, Caputo AA. The strength of layering technique in visible light-cured composites. J. Prosthet. Dent., 1989 Jan;61(1):31-38.
15. Frankenberger R, Kramer N, Ebert J, Lohbaver V, Kappel S, Ten Weges S, et al. Fatigue behavior of the resin-resin bond of partially replaced resin-based composite restorations. Am J Dent. 2003 Feb.;16(1):17-22.
16. Gonçalves CT. Como trabalhar as novas cores, diferentes opacidades e transparências - Novas opções em resinas compostas. Arquivo Dental Gaúcho [serial na Internet]. 2003 Out [citado 2003 Out] 10(2): 12-15. Available from: [http://www.dentalgaucho.com.br/w\\_den004.apw](http://www.dentalgaucho.com.br/w_den004.apw) 23. Acesso em: out. 2005.
17. Gregory WA, Pounder B, Bakus E. Bond strengths of chemically dissimilar repaired composite resins. J Prosthet Dent. 1990 Dec;64(6):664-8.
18. Kupiec KA, Barkmeier WW. Laboratory evaluation of surface treatments for composite repair. Oper Dent. 1996 Mar./Apr.;21(2):59-62.
19. Lloyd CH, Baigrie DA, Jefferey IW. The tensile strength of composite repairs. J Dent. 1980 June;8(2):171-7.
20. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. Dent Mater. 1995 Mar.;11(2):117-25.
21. Perfil técnico Filtek Supreme Universal Restorative. Nanotechnol Dent. 2002June; Trend Letter; 21(3): 1-2. Available from: <http://cms.3m.com/cms/US/en/2-21/cFelzFE/view.jhtml> 24. Acesso em: out. 2005.
22. Pounder B, Gregory WA, Powers JM. Bond strengths of repaired composite resins. Oper. Dent. 1987Summer;12(3):127-31.
23. Rossomando KJ, Wendt Jr SL. Thermocycling and dwell times in microleakage evaluation for restoration for bonded restorations. Dent. Mater. 1995 Jan.; 11(1): 47-51.
24. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. Dent Mater. 1994 July; 10(4): 236-40. 22
25. Shahdad SA, Kennedy JG. Bond strength of repaired anterior composite resins: an in vitro study. J Dent. 1998 Nov; 26 (8) 685-94.
26. Soderholm KJM, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W, Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. J Dent Res. 1984;63:1248-54.
27. Soderholm K.JM, Roberts MJ. Variables influencing the repair strength of dental composites. Scand. J Dent Res. 1991 Apr ;99(2):173-80.
28. Swift EJJ, LeValley BD, Boyer DB. Evaluation of new methods for composite repair. Dent Mater. 1992 Nov.;20(2):362-7.
29. Turner CW, Meiers JC. Repair of an aged, contaminated indirect composite resin with a direct, visible-light-cured composite resin. Oper Dent. 1993 Sept./Oct.;18(5):187-94.
30. Yap AU, Wee KE. Effects of cyclic temperature change on water sorption and solubility of composite restoratives. Oper Dent. 2002 Mar./Apr.;27(2):147-53.
31. Watanabe, I.; Nakabayashi, N. Measurement methods for adhesion to dentin: the current status in Japan. J Dent. 1994 Apr.; 22 (2): 67-72 .

Recebido em: 19/10/05

Aprovado em: 05/01/06

Paula de Carvalho CARDOSO  
 Disciplina de Dentística – STM/CCS/UFSC  
 Campus Universitário – Trindade  
 e-mail: dentist@ccs.ufsc.br  
 Telefone: (0xx48) 331-9880  
 88040-900 – Florianópolis-SC – Brasil