

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO MATERIAIS DENTÁRIOS
DOUTORADO

CARLOS EDUARDO AGOSTINI BALBINOT

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA ASSOCIAÇÃO DE DIFERENTES MÉTODOS DE
ENVELHECIMENTO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE REPAROS EM RESINA
COMPOSTA

PORTO ALEGRE

2015

CARLOS EDUARDO AGOSTINI BALBINOT

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA ASSOCIAÇÃO DE DIFERENTES MÉTODOS DE
ENVELHECIMENTO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE REPAROS EM RESINA
COMPOSTA

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Odontologia, com área de concentração em Materiais Dentários, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.

Orientador: Prof. Dra. Luciana Mayumi Hirakata

PORTO ALEGRE

2015

AGRADECIMENTOS

À Deus,

À minha família, Edeimar, Terezinha, Rachele, Elisa, Emérsom, Bento e Dora pelo carinho e apoio irrestrito.

À minha orientadora Prof. Luciana pelos conhecimentos compartilhados e disponibilidade.

Aos amigos Fabrício, Luciano, Rodrigo, Thiago, Jovito e Raquel pelo companheirismo, apoio e parceria sempre.

À Camila, Daniel, Nirson e Cláucia pela ajuda, apoio e carinho. Pessoas especiais que tive o imenso privilégio de conhecer e conviver.

Aos professores Hugo, Eduardo e demais professores do curso de pós-graduação em Odontologia da PUCRS.

À Prof. Ana Spohr, pela disponibilidade, atenção, carinho, dedicação e por compartilhar sua experiência e conhecimentos.

Aos funcionários e todos envolvidos direta ou indiretamente neste tempo de estudos e pesquisa.

“A simplicidade é máxima sofisticação.”

Leonardo da Vinci

RESUMO

O objetivo do estudo foi avaliar a influência da associação de diferentes métodos de envelhecimento nos valores de resistência de união de reparos de resina composta, através da utilização de teste de cisalhamento. Foram confeccionadas 96 amostras com a resina composta microhíbrida Point 4 (Kerr) de secção retangular que foram divididas em 8 grupos (n=12) sendo: (1) imersão em água destilada por 7 dias; (2) imersão em água destilada por 30 dias; (3) imersão em ácido cítrico por 7 dias; (4) imersão em água em ebulição por 8 horas; (5) imersão em água destilada por 30 dias mais imersão em ácido cítrico por 7 dias; (6) imersão em água destilada por 30 dias mais imersão em água em ebulição por 8 horas; (7) imersão em ácido cítrico por 7 dias mais imersão em água em ebulição por 8 horas e (8) imersão em água destilada por 30 dias mais imersão em ácido cítrico por 7 dias mais imersão em água em ebulição por 8 horas. Após passarem pelo método de envelhecimento designado, foi realizado o tratamento de superfície pré-reparo com asperização com lixa de carbeto de silício de granulação 120 e aplicação do sistema adesivo Single Bond 2 (3MESPE) e então, confeccionado um reparo com a mesma resina composta. As amostras foram testadas em uma máquina de ensaio universal (EMIC) para o teste de cisalhamento a uma velocidade de carregamento de 1mm/min. Após a falha todas as amostras foram avaliadas no estereomicroscópio com aumento de 35x e duas amostras de cada grupo foram avaliadas em MEV quanto à superfície após o envelhecimento e após a asperização com lixas de carbeto de silício. Os resultados para avaliação dos valores no teste de resistência de união foram submetidos ao teste estatístico de análise de variância (ANOVA) seguido do teste de Tukey ($p < 0,05$) e não foram encontradas diferenças significativas entre os grupos testados. A avaliação no estereomicroscópio das falhas ocorridas foram feitas de forma descritiva, sendo que todas as amostras de todos os grupos apresentaram falhas coesivas na resina envelhecida. Conclusão: a associação de diferentes métodos de envelhecimento não influencia nos valores de resistência de união em reparos de resina composta, quando o método de asperização simulando pontas diamantadas de granulação grossa é utilizado pré-reparo.

Palavras-chave: envelhecimento, resinas compostas, resistência ao cisalhamento

ABSTRACT

The aim of the study was to evaluate the association of different aging methods on bond strength values of composite repair, through the use of shear test. 96 samples of rectangular section were made with the microhybrid composite Point 4 (Kerr) and were divided into 8 groups (n = 12) as follows: (1) immersion in distilled water for 7 days; (2) immersion in distilled water for 30 days; (3) immersion in citric acid for 7 days; (4) immersion in boiling water for 8 hours; (5) immersion in distilled water for 30 days plus immersion in citric acid for 7 days; (6) immersion in distilled water for 30 days plus immersion in boiling water for 8 hours; (7) immersion in citric acid for 7 days plus immersion in boiling water for 8 hours and (8) immersion in distilled water for 30 days plus immersion in citric acid for 7 days plus immersion in boiling water for 8 hours. After going through the designated method of aging the treatment of pre-repair was conducted with roughening the surface with sandpaper grain silicon carbide 120 and application of the adhesive system Single Bond 2 (3MESPE) and then made a repair with the same composite resin. The samples were tested in a universal testing machine (EMIC) for the shear bond strength test at a loading speed of 1mm / min. After the failure all samples were evaluated in an increase of 35x stereomicroscope and two samples from each group were evaluated in the SEM as surface after aging and after roughening with sandpaper silicon carbide. The results for evaluation of values in the bond strength test were subjected to statistical test analysis of variance (ANOVA) followed by Tukey test ($p < 0.05$) and no significant differences between the groups tested were found. The evaluation of failure occurred in stereomicroscope were made in a descriptive way, with all samples of all groups presented cohesive failures in the aged resin. Conclusion: The association of different aging methods does not influence the bond strength values of resin repairs made when the roughening method simulating diamond burs coarse-grained is used pre-repair.

Keywords: resin composite, aging, surface treatment, shear strength

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

| | |
|---|----|
| Gráfico1: Gráfico com os resultados para o teste de resistência de união | 26 |
| Figura1: Imagem obtida em estereomicroscópio (35x) representativa do tipo de falha | 26 |
| Figura 2: Imagens em MEV (500x) das superfícies das amostras imersas em diferentes soluções de envelhecimento | 27 |
| Figura 3: Imagem em MEV (500x) representativa das superfícies das amostras após asperização | 28 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|---|----|
| Tabela 1 - Descrição dos materiais utilizados no estudo | 21 |
| Tabela 2 – Definição dos grupos | 22 |
| Tabela 3 – Resultados dos valores de resistência de união | 25 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

SEM Scanning Electron Microscope

Bis-GMA bisfenol A-glicidil dimetacrilato

HEMA hidroxietil metacrilato

MEV Microscópio Eletrônico de Varredura

MPa Megapascal

mW/cm² miliwatt por centímetro quadrado

µm micrômetro

Nm nanômetro

s segundos

mm milímetros

X vezes

n° número

EUA Estados Unidos da América

ANOVA Análise de Variância

SUMÁRIO

| | |
|---|-----------|
| 1 Introdução | 12 |
| 2 Objetivos | 15 |
| 3 Fundamentação Teórica | 16 |
| 4 Materiais e Métodos | 21 |
| 4.1 Materiais | 21 |
| 4.2 Metodologia | 21 |
| 5 Resultados | 25 |
| 5.1 Análise dos valores de resistência de união | 25 |
| 5.2 Análise dos tipos de falha | 26 |
| 5.3 Análise morfológica em MEV da superfície das amostras envelhecidas e após a asperização | 27 |
| 6 Discussão | 29 |
| 7 Conclusões | 36 |
| 8 Referências | 37 |

1 Introdução

As resinas compostas são amplamente utilizadas na odontologia restauradora e continuam a evoluir com a melhora de suas propriedades, bem como com a evolução dos sistemas adesivos necessários para a realização desta modalidade restauradora. Estas restaurações apresentam ótimas propriedades estéticas e permitem uma abordagem minimamente invasiva, ou até mesmo a não realização de preparo para a restauração de estrutura dentária perdida pelo uso da técnica incremental (GORDAN et al., 2003).

Apesar dessa melhora em suas propriedades, ainda existem fatores como desgaste, descoloração, contração de polimerização e ainda microinfiltração que podem limitar a longevidade da restauração de uma resina convencional a base de metacrilato (MJÖR et al., 2000; BRENDEKE & OZCAN, 2007). Estes fatores estão relacionados ao complexo processo de degradação das resinas compostas que envolvem degradação mecânica causados por desgaste, abrasão e fadiga, ou por degradação química devido ação enzimática, hidrolítica, acídica ou de colapso relacionado a fatores relativos a variações de temperatura (ORTENGREN et al., 2002).

Quando existe a necessidade da substituição de uma restauração de resina composta, a possibilidade da remoção desnecessária de estrutura dentária sadia passa a ser um risco devido às ótimas propriedades estéticas destes materiais, que não permitem uma fácil distinção, na margem, entre material restaurador e estrutura dentária. Esta abordagem ainda pode ser considerada sobretratamento, desde que grandes porções das restaurações podem ser consideradas clínica e

radiograficamente livres de falhas (SOUSA et al., 2013; GORDAN et al., 2003; FRANKENBERGER et al., 2003; MONCADA et al., 2009). Desta forma, uma alternativa viável, mais conservadora e de menor custo, seria a realização do reparo, que consiste apenas na remoção da parte falha da restauração, ou remoção de lesões de cárie acessíveis e a manutenção da parte íntegra, reduzindo assim este risco de remoção adicional de estrutura dentária sadia (GORDAN et al., 2006; MONCADA et al., 2009; OZCAN et al., 2010).

Estudos prévios (SODERHOLM & ROBERTS, 1991; FRANKENBERGER et al., 2003) relataram uma considerável dificuldade para o estabelecimento de uma união duradoura entre resinas compostas já polimerizadas e reparos de resina nova, devido principalmente a falta da camada de resina inibida da polimerização pela presença do oxigênio. Esta camada, responsável pela união entre os incrementos, é reduzida com o passar do tempo da exposição do material restaurador na cavidade bucal, bem como procedimentos de acabamento e polimento também podem influenciar nesta diminuição (BOYER, CHAN & REINHARDT, 1984; SWIFT, LE VALLEY & BOYERS, 1992).

Sabendo-se que o sucesso de um reparo com resina composta depende do desenvolvimento de uma adequada adesão entre os substratos (resina envelhecida e nova), diferentes métodos de tratamento de superfície têm sido propostos e avaliados com objetivo de melhorar esta união através de meios micromecânicos e químicos (SOUSA et al., 2013; IMBERRY et al., 2014; YESILYURT et al., 2009; BRENDEKE & OZCAN, 2007; OZCAN et al., 2010)

Da mesma forma, diversos métodos de envelhecimento de compósitos têm sido avaliados, como armazenagem em água ou saliva artificial por diferentes

períodos, envelhecimento artificial acelerado (EAA), termociclagem, imersão em água em ebulição, imersão em soluções acídicas,(SOUZA et al., 2013; SPYROU et al., 2014; BRENDEKE & OZCAN, 2007; FRANKENBERGER et al., 2003; YAP et al., 1999; YESILYURT et al., 2009; OZCAN et al., 20107; OZCAN et al., 2010) com o objetivo de tentar simular os desafios apresentados pelas restaurações de resina composta quando expostas ao meio bucal.

A despeito da grande quantidade de estudos avaliando a influência de diferentes métodos de envelhecimento e diferentes métodos de tratamento de superfície para a avaliação da resistência de união nos reparos de resinas compostas, nenhum destes estudos prévios estudou combinações entre diferentes métodos de envelhecimento para uma avaliação satisfatória do comportamento destes materiais no meio bucal. Sabe-se que as resinas compostas, além de estarem localizadas em um meio aquoso, sofrem diferentes influências no meio oral como: variações de temperatura, desafios abrasivos (escovação), estresse mecânico (mastigação) e ação de ácidos, e que estes efeitos ocorrem concomitantemente, podendo implicar em um comportamento diferente das resinas compostas ao sofrerem tais combinações.

Este trabalho partiu da hipótese nula de que diferentes métodos de envelhecimento, associados ou não, não influenciam na resistência de união de reparos em resina composta.

2 Objetivos

Avaliar *in vitro* a influência da associação de diferentes métodos de envelhecimento na resistência de união de reparo de resina composta por meio do ensaio de cisalhamento.

3 Fundamentação Teórica

MONCADA et al. (2006) realizaram um estudo clínico comparando a substituição, reparo, selamento ou repolimento de restaurações que apresentassem pequenos defeitos estruturais, sendo estas restaurações avaliadas por um período de três anos. Concluíram que as restaurações em que foram realizados apenas reparo permaneceram, durante o período de avaliação, livres de lesões de cárie secundária e apresentaram uma significativa melhora na forma anatômica, sendo, de forma geral, avaliadas como melhores após três anos de avaliação comparadas ao baseline. Entretanto as restaurações que sofreram substituição apresentaram as mesmas taxas de decréscimo de qualidade nos diferentes critérios avaliados quando comparadas com os grupos onde foram realizados apenas reparo, repolimento ou selamento, concluindo que a substituição de restaurações não deve ser o tratamento de escolha para o tratamento de restaurações que apresentam pequenos defeitos.

OZCAN et al. (2007) avaliaram os efeitos de dois métodos de tratamento de superfície: (1) silicatização e (2) aplicação de ácido fosfórico e agente adesivo para confecção de reparos em amostras de resina composta que passavam por 3 diferentes métodos de envelhecimento: (1) imersão em ácido cítrico pH=3 por 7 dias; (2) imersão em água em ebulição por 8 horas e (3) termociclagem. Para o teste dos valores de resistência de união foi utilizado o ensaio de microtração. O estudo verificou que os grupos nos quais foi realizada a silicatização apresentavam maiores valores de resistência de união, que variavam de 46,3 a 52,3 MPa quando comparados aos grupos nos quais foi realizado condicionamento com ácido fosfórico e aplicação de agente adesivo, que variavam de 16,1 a 25,5 Mpa. Com a

termociclagem apresentaram menores valores de resistência de união quando comparados aos demais métodos de envelhecimento testados. Os autores concluíram que com o uso da silicatização, independente do método de envelhecimento utilizado, as amostras poderiam ser reparadas com altos valores de resistência de união, superando inclusive os obtidos na adesão ao esmalte, que são os valores considerados como padrão-ouro em pesquisas sobre adesão.

BRENDEKE & OZCAN (2007) avaliaram a resistência de união de reparos em resina composta após diferentes métodos de envelhecimento e tratamentos de superfície por meio do teste de cisalhamento. Os autores encontraram diferenças significativas entre os métodos de envelhecimento e os tipos de tratamento de superfície utilizados para a confecção do reparo na avaliação dos valores de resistência de união. Os autores afirmam que o uso de silicatização parece ser mais efetivo como tratamento de superfície pré-reparo comparado à aplicação de silano e agente adesivo e que um maior tempo de armazenagem em água destilada promove também menores valores de resistência de união.

YESILYURT et al. (2009) avaliaram diferentes métodos de tratamento de superfície pré-reparo em resina composta, por meio de um teste de cisalhamento, após submeterem as amostras ao método de envelhecimento artificial acelerado, e avaliaram também a superfície das amostras após estes métodos de tratamento de superfície por meio de MEV. O uso de pontas diamantadas ou abrasão com óxido de alumínio foram os métodos que apresentaram os maiores valores de resistência de união, sendo significativamente superiores quando comparados a aplicação de ácido fosfórico, aplicação de ácido hidrofúorídrico ou jateamento com bicarbonato de sódio. Da mesma forma, o uso de pontas diamantadas apresentou o padrão de

superfície com maior rugosidade, o que, segundo os autores, poderia significar um maior aumento da área de superfície pela criação de retenções micromecânicas mais efetivas, o que resultaria nesta capacidade de reparo mais eficiente.

JOULAEI et al. (2012) realizaram um estudo para avaliar a influência do tipo das partículas de carga (sílica e zircônia) na resistência de união de reparos de resina composta por meio do teste de micro-cisalhamento. O método de envelhecimento artificial utilizado foi a termociclagem e o tratamento de superfície utilizado consistiu da asperização com pontas diamantadas de granulação média e aplicação de 3 diferentes tipos de agentes adesivos. Os autores não encontraram diferenças na avaliação entre as diferentes resinas compostas, ou seja, resultados semelhantes independentemente de as partículas que compõem os materiais fossem sílica ou zircônia. Sugeriram que o uso da asperização com pontas diamantadas, seguido da aplicação de ácido fosfórico e um sistema adesivo, seria um método recomendável para a realização de reparos em resina composta, independentemente do tipo de carga que compõe o material.

OZCAN et al. (2013) avaliaram a influência do uso de resinas à base de metacrilato com diferentes tamanho médio das partículas de carga (microhíbrida e nanohíbrida) para a confecção de reparos em resina composta, e a influência de diferentes métodos de envelhecimento (imersão em água destilada por 7 dias, imersão em água destilada por 2 meses, imersão em ácido cítrico pH=3 e termociclagem), nos valores de resistência de união por meio de um teste de cisalhamento. A silicatização foi o tratamento de superfície pré-reparo utilizado no estudo e os tipos de falhas ocorridos nas amostras eram avaliadas com auxílio de fotografia digital e software CorelDRAW. Concluíram que o uso de resinas

compostas com diferentes tamanho médio das partículas de carga não interferiu nos valores de resistência de união obtidos, que nos grupos onde foi realizado termociclagem como método de envelhecimento foram obtidos os menores valores de resistência de união, e que em todos os grupos a maioria das amostras apresentou tipo de falha coesiva na resina envelhecida, exceto nos grupos onde a imersão foi em ácido cítrico.

SOUSA et al. (2013) avaliaram diferentes métodos de envelhecimento com diferentes protocolos de tratamento de superfície previamente a confecção de reparo com resina composta. Para isto, os autores utilizaram um ensaio de microtração e avaliação em MEV para identificação do tipo de falha ocorrido. Concluíram que o tipo de agente adesivo utilizado como material intermediário pode ser significativo para melhorar os valores de resistência de união para confecção de reparo. Também verificaram que, quanto maior o tempo de armazenamento das amostras em água destilada, menores são estes valores de resistência de união dos reparos devido, provavelmente, à degradação hidrolítica causada pelo tempo prolongado do armazenamento. Entretanto, apesar destas diferenças encontradas em todos os grupos testados, a maioria das falhas ocorrida foi do tipo coesiva na resina envelhecida, quando na avaliação por MEV. Os autores afirmam que a ocorrência de falhas do tipo coesivas indicam a realização de um eficiente método de reparo, enquanto que a ocorrência de falhas adesivas indicaria uma possível ineficiência na técnica do reparo utilizada.

SPYROU et al. (2014) avaliaram a resistência de união por meio do teste de cisalhamento e as falhas em estereomicroscópio e MEV de reparos em resinas compostas à base de metacrilato e silorano após envelhecimento com imersão em

saliva artificial por 7 dias pré-reparo e imersão em saliva artificial por 7 dias e termociclagem pós-reparo. O tratamento de superfície com asperização com pontas diamantadas ou abrasão à ar não se mostraram diferentes nos valores de resistência de união, e a maioria das falhas ocorreram do tipo mista, sendo que os grupos com resinas compostas à base de metacrilato asperizadas com pontas diamantadas e aplicação de sistema adesivo Single Bond apresentaram os maiores valores de resistência de união entre os grupos testados. Os autores ainda afirmam que para a efetividade de um reparo, a composição básica das resinas compostas deve ser a mesma, já que os resultados para os reparos feitos com resina composta diferente do substrato (ex.: metacrilato x silorano) não foram satisfatórios.

4. Materiais e Métodos

4.1 Materiais

Os materiais utilizados para o presente estudo estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1. Descrição dos materiais utilizados no estudo

| Material | Composição | Fabricante |
|---------------------|--|-----------------------------|
| Point 4 | Partículas de carga inorgânica com tamanho médio de 0,4 μm , representando 76% do peso (57% do volume) do material. | Kerr, Orange, CA, EUA |
| Adper Single Bond 2 | BisGMA, HEMA, dimetacrilatos, etanol, água, sistema fotoiniciador, copolímero funcional de metacrilato de ácidos poliacrílico e polialcenóico, partículas esféricas de sílica com diâmetro de 5 nanômetros (10% do peso) | 3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil |

Bis-GMA: bisfenol A-glicidil dimetacrilato; HEMA: hidroxietil metacrilato

4.2 Metodologia

Noventa e seis amostras (6mm de largura x 3 mm de altura) foram fabricadas com uma resina microhíbrida (Point 4, Kerr, Orange, CA, EUA), na cor A2 usando

uma matriz de Teflon. O compósito foi inserido em dois incrementos de no máximo 2 mm de espessura, sendo o último incremento pressionado com uma placa de vidro para promover o extravasamento do excesso do material e permitir uma superfície plana. Cada incremento foi fotopolimerizado com auxílio de um dispositivo de LED (Bluephase, IvolarVivadent, Schaan, Liechtenstein) a 1200 mW/cm² por 20 s de acordo com instruções do fabricante.

Após a confecção, as amostras foram divididas em oito grupos (n=12) de acordo com o protocolo de envelhecimento (Tabela 2).

Tabela 2. Definição dos grupos.

| Grupo | Método de envelhecimento |
|-------|---|
| G1 | Imersão em água destilada por 24 h |
| G2 | Imersão em água destilada por 30 dias |
| G3 | Imersão em ácido cítrico por 7 dias |
| G4 | Imersão em água em ebulição por 8 h |
| G5 | Imersão em água destilada por 30 dias + imersão em ácido cítrico por 7 dias |
| G6 | Imersão em água destilada por 30 dias + imersão em água em ebulição por 8 h |
| G7 | Imersão em ácido cítrico por 7 dias + imersão em água em ebulição por 8 h |
| G8 | Imersão em água destilada por 30 dias + imersão em ácido cítrico por 7 dias + imersão em água em ebulição por 8 h |

Ácido cítrico: solução de ácido cítrico tamponada pH=3.

Após as amostras serem submetidas aos protocolos de envelhecimento, 10 amostras por grupo foram incluídas em tubos de PVC com resina acrílica, seguido de asperização com lixa de carbeto de silício 120 por 30 s para simular a asperização obtida com pontas diamantadas de granulação grossa (KIM et al., 2010). Foi então realizado o protocolo de confecção do reparo com aplicação de ácido fosfórico 37% (Condac, FGM, Joinville, Brasil) por 30 s, seguido de lavagem em água corrente por 30 s e secagem com jatos de ar. Uma fina camada do sistema adesivo Single Bond 2 (3M ESPE, Irvine, CA, EUA) foi aplicada, seguido de um leve jato de ar para evaporação do solvente e fotopolimerização por 10 s de acordo com instruções do fabricante.

Após, foi confeccionado o reparo propriamente dito com a mesma resina composta utilizada para confecção das amostras, mas na cor A3. Uma matriz metálica bi-partida (3 mm de diâmetro x 6 mm de altura) foi posicionada sobre a superfície da amostra, sendo preenchida por dois incrementos da resina composta, os quais foram fotoativados por 20 s cada com a mesma unidade LED.

Os valores de resistência de união foram obtidos por meio do teste de cisalhamento com auxílio da máquina de ensaio universal EMIC (São José dos Pinhais, PR, Brasil), com dispositivo do tipo faca e velocidade de carregamento de 1mm/min. Os valores obtidos foram calculados de acordo com a fórmula $R = (F/A)$, onde R é a resistência (MPa), F é a força requerida para a ruptura da amostra (N) e A é a área da interface de união do reparo (mm²).

Após a realização do teste de cisalhamento, todas as amostras foram analisadas em um estereomicroscópio (Discovery V20, Zeiss, Jena, Alemanha) com

aumento de 30 vezes para identificação do tipo de falha obtido (coesiva, adesiva ou mista).

Duas amostras de cada grupo foram avaliadas em MEV. Uma foi avaliada após o período de envelhecimento, e a outra após asperização com lixa de carbetto de silício de granulação 120. Para isto, as amostras foram submetidas à secagem em estufa a 37°C por 12h, montadas em *stubs* e metalizadas com ouro para serem analisadas em um microscópio eletrônico de varredura (Philips XL30, Philips Electronic Instruments Inc., Mahwah, NJ, EUA) com magnificação de 500 vezes.

Os valores de resistência de união foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e pelo teste de comparações múltiplas de Tukey ao nível de significância de 5%. Esta análise foi realizada no software SPSS para Macintosh (SPSS, Inc., Chicago, IL, USA). A análise dos tipos de falhas foi realizada de forma descritiva.

5 Resultados

5.1 Análise dos valores de resistência de união

Não foram encontradas diferenças estatisticamente significantes ($p=0,11$) entre os grupos testados para os valores médios de resistência de união ao cisalhamento. As médias e desvios-padrão estão apresentados na Tabela 3 e no Gráfico 1.

Tabela 3. Resultados para os valores de resistência de união ao cisalhamento (MPa).

| Grupos/Métodos de envelhecimento | Médias de resistência de união (MPa) e desvios-padrão |
|----------------------------------|---|
| 1 | 25,16 (7,29) |
| 2 | 29,40 (3,04) |
| 3 | 25,46 (3,69) |
| 4 | 24,17 (2,29) |
| 5 | 26,43 (3,15) |
| 6 | 26,84 (9,25) |
| 7 | 21,39 (1,31) |
| 8 | 23,37 (0,78) |

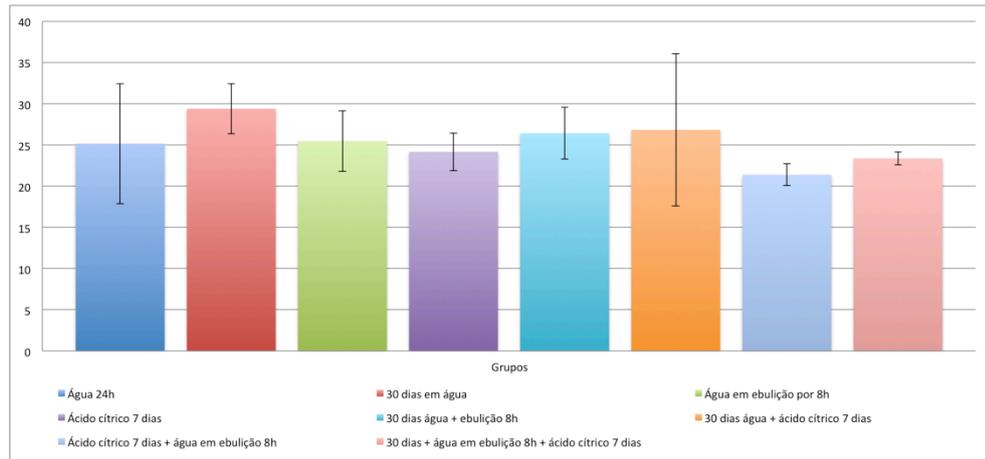


Gráfico 1. Médias de resistência de união ao cisalhamento (MPa) nos grupos e desvios-padrão.

5.2 Análise dos tipos de falha

Todas as amostras de todos os grupos apresentaram falhas coesivas na resina composta envelhecida sob análise no estereomicroscópio em aumento de 35 vezes. A figura 1 demonstra um exemplo destas falhas.

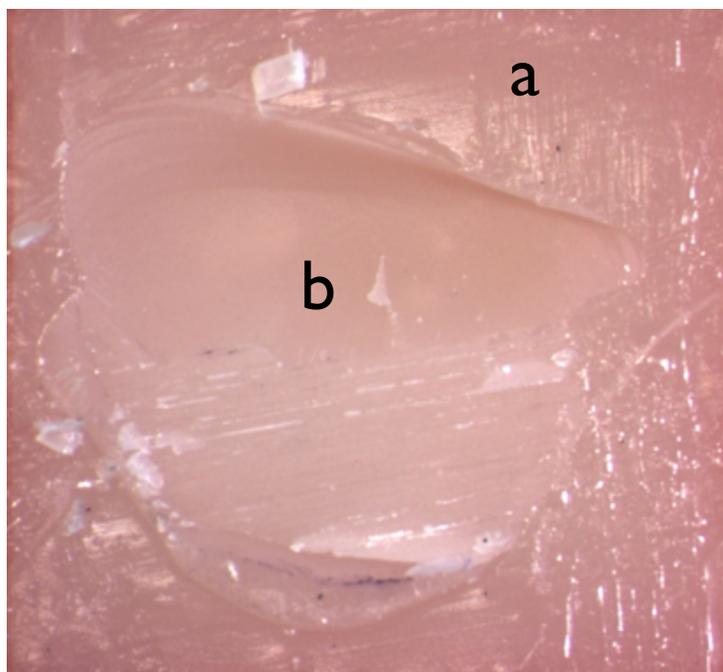


Figura 1. Imagem obtida em estereomicroscópio (35x) de amostra do grupo 7. a) resina composta envelhecida; b) falha coesiva na resina composta envelhecida.

5.3 Análise morfológica em MEV da superfície das amostras envelhecidas e após a asperização

As amostras avaliadas em MEV (Figura 2), após o envelhecimento, mostraram diferentes padrões de superfície em relação ao grupo controle de 24 h de armazenamento em água destilada. As amostras que sofreram imersão em água em ebulição, como método de envelhecimento isolado ou associado, adicionalmente apresentaram trincas na superfície (Figura 2h).

Todas as amostras avaliadas em MEV, após a asperização da superfície, mostraram o mesmo padrão de estrias longitudinais, independentemente do método de envelhecimento utilizado previamente (Figura 3).

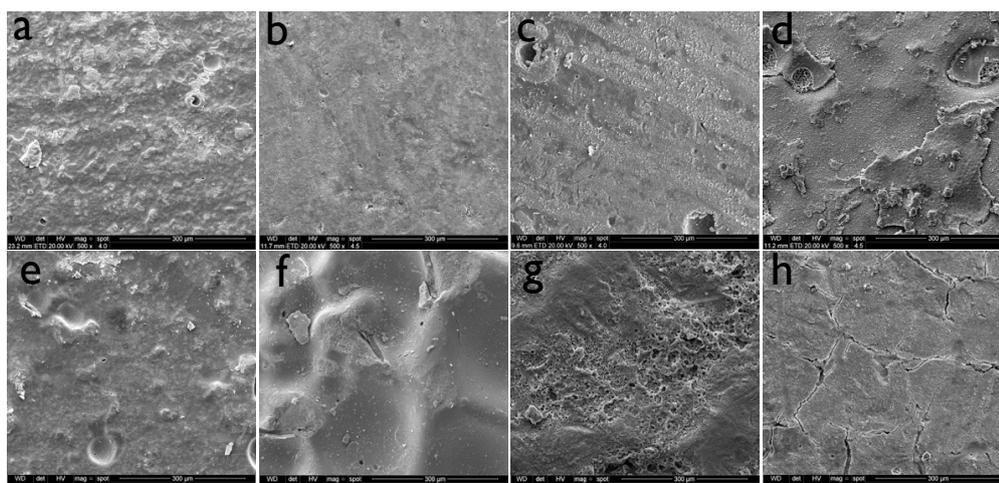


Figura 2. Imagens em MEV (500x) das amostras imersas em diferentes soluções de envelhecimento: a) G1 - água destilada por 24h; b) G2 – água destilada por 30 dias; c) G3 – ácido cítrico por 7 dias; d) G4 – água em ebulição por 8 h; e) G5 – água destilada por 30 dias + ácido cítrico por 7 dias; f) G6 – água destilada por 30 dias + água em ebulição por 8 h; g) G7 – ácido cítrico em 7 dias + água em ebulição por 8 h; h) G8 – água destilada por 30 dias + ácido cítrico por 7 dias + água em ebulição por 7 dias.

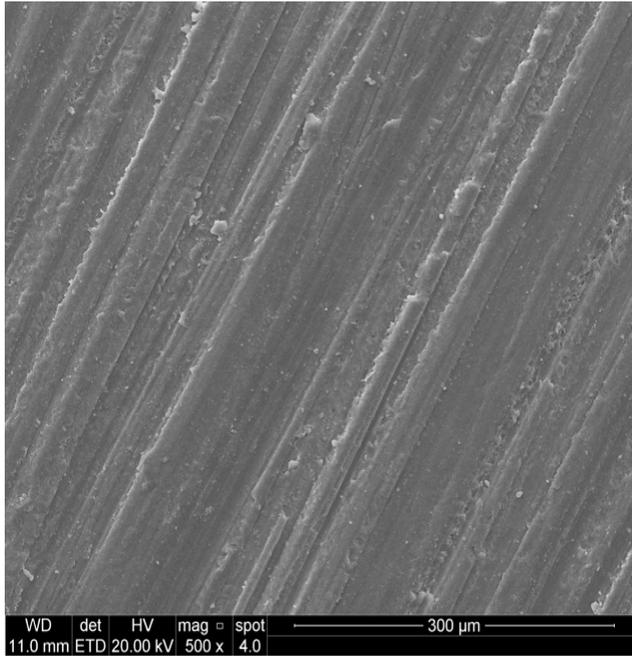


Figura 3 – Imagem em MEV (500x) de amostra envelhecida em ácido cítrico por 7 dias e submetida à asperização com lixa de carbetto de silício de granulação 120. Observa-se a formação de estrias longitudinais na superfície da amostra, sendo esta topografia padrão para todos os grupos.

6 Discussão

Vários estudos (SOUSA et al., 2013; IMBERRY et al., 2014; YESILYURT et al., 2009; BRENDEKE & OZCAN, 2007; FRANKENBERGER et al., 2003; YAP et al., 1999) avaliaram diferentes métodos de envelhecimento e protocolos para reparo, mas em raros casos com a combinação de métodos de envelhecimento. Desta forma, este estudo foi conduzido com o objetivo de avaliar a influência da associação de diferentes métodos de envelhecimento na resistência de união de reparos realizados em resina composta.

A degradação hidrolítica da cadeia polimérica através da ação dos solventes presentes no meio oral, principalmente água, promove uma diminuição nos valores de dureza das resinas compostas, levando a um fenômeno conhecido como plastificação. Este fenômeno produz a separação da cadeia polimérica devido à difusão de solventes através dela, reduzindo desta forma a interação entre as cadeias e formação de ligações cruzadas, enfraquecendo o material. Esta degradação hidrolítica resulta na dilatação e propagação de trincas na matriz resinosa e colapso do agente de união, promovendo a perda de componentes, como monômeros e lixiviação das partículas de carga, influenciando diretamente na duração da restauração (IMBERRY et al., 2014; TEIXEIRA et al., 2005).

A ação de ácidos fortes pode desorganizar a superfície, dissolver as partículas de carga de uma resina composta e provocar um enfraquecimento do material (KULA et al., 1986), assim como a imersão em água por longos períodos e as alterações de temperatura podem causar uma degradação hidrolítica e térmica da

matriz da resina composta e a diminuição de ligações duplas de carbono na superfície do material, diminuindo a capacidade de união de um reparo à resina composta envelhecida (OZCAN et al., 2007; OZCAN et al., 2010).

A imersão em ácido cítrico de pH=3, por uma semana, tem por objetivo tentar simular os efeitos cumulativo da ação dos desafios ácidos e ingestão de ácidos na dieta, e a imersão em água em ebulição combinar o efeito de colapso hidrolítico e térmico. Apesar destes fenômenos não ocorrerem na cavidade oral, estes métodos poderiam ser considerados como o pior cenário, promovendo uma simulação do efeito de colapso ácido, hidrolítico e térmico de um envelhecimento artificial acelerado (OZCAN et al., 2007).

O método de tratamento de superfície pré-reparo utilizado foi o de asperização com lixas de carvão de silício com granulação 120, o que simula o uso de pontas diamantadas de granulação grossa (KIM et al., 2009), seguido da aplicação de ácido fosfórico 37% e aplicação de agente adesivo. Este método mostrou-se efetivo em estudos prévios (YESILYURT et al., 2009; FRANKENBERGER et al., 2003; JOULAEI et al., 2012), além de ser o protocolo sugerido pela maioria das escolas de Odontologia da América de Norte (LYNCH et al., 2012). Este método de pré-reparo também foi selecionado com o objetivo de simular o método mais frequentemente utilizado nos procedimentos clínicos de reparo de restaurações de resina composta, devido não requerer dos clínicos um armamentário adicional como o necessário para a realização da silicatização ou abrasão à ar (OZCAN et al., 2007).

Pelos resultados obtidos, parece que o método de asperização utilizado promove adequado preparo da superfície para a realização de reparo,

provavelmente devido ao aumento da área de superfície, possibilitando retenção micromecânica e química satisfatória entre resina composta envelhecida e resina composta de reparo.

A aplicação de ácido fosfórico previamente à confecção do reparo em resinas compostas não possui o efeito de desmineralização similar ao que acontece com os tecidos dentais duros, ou de aumentar a área de superfície pela criação de retenções micromecânicas (YESILYURT et al., 2009), mas tem como objetivo a limpeza da superfície, possibilitando uma melhor infiltração do sistema adesivo utilizado como material intermediário no reparo entre resina composta envelhecida e resina composta nova (SPYROU et al., 2014).

Sousa et al. (2013), em estudo no qual os autores compararam o uso de sistema adesivo de condicionamento ácido prévio de 2 e 3 passos para a confecção de reparos em resina composta após o uso de abrasão com óxido alumínio, relataram que o sistema adesivo de 3 passos apresenta resultados semelhantes, independentemente do método ou tempo de armazenagem realizados para o envelhecimento das amostras. Os autores sugeriram que estes resultados são obtidos devido ao caráter hidrofóbico do frasco que contém o *bond* e à alta estabilidade hidrolítica deste tipo de adesivo. O agente adesivo utilizado no presente estudo, Single Bond 2, é um sistema simplificado de 2 passos com uso de condicionamento ácido prévio. O adesivo apresentou-se satisfatório, tendo em vista os valores de resistência de união obtidos; entretanto, pode-se acreditar que o uso de um sistema adesivo de condicionamento ácido prévio de 3 passos, pelo emprego do agente hidrofóbico, poderia resultar em ainda maiores valores de resistência de

união para a confecção de reparos em resina composta.

Os valores de 15 a 30 MPa são considerados limites clinicamente aceitáveis para resistência de união entre sistemas adesivos e esmalte (SENAWONGSE et al., 2004), e os valores de 15 a 25 MPa para a dentina (TEIXEIRA et al., 2005). Como as restaurações realizadas sobre esmalte condicionado raramente falham, esta faixa de valores para resistência de união poderia ser considerado o padrão ouro para aceitação clínica (OZCAN et al., 2010). Os valores de resistência de união obtidos estão de acordo com estudos prévios (SOUSA et al., 2013; IMBERRY et al., 2014; YESILYURT et al., 2009; OZCAN et al., 2010; OZCAN et al., 2007) e, para todos os grupos testados, os resultados se encontram dentro destas faixas, independentemente do método de envelhecimento utilizado, o que pode ser explicado possivelmente pela efetividade no método de asperização e uso de agente adesivo utilizados. Desta forma, a hipótese nula do presente estudo foi aceita.

Após o teste de resistência de união, todas as amostras foram avaliadas em estereomicroscópio para verificação do tipo de falha ocorrido e todas as amostras de todos os grupos apresentaram falha coesiva na resina composta envelhecida. Estes achados estão de acordo com Sousa et al. (2013) que avaliaram diferentes métodos de envelhecimento e diferentes protocolos de tratamento de superfície pré-reparo, e em todos os grupos avaliados ocorreram falha do tipo coesiva na maioria das amostras. Brendeke & Ozcan (2007) relataram achados parcialmente semelhantes, pois na avaliação de diferentes métodos de envelhecimento e tratamentos de superfície pré-reparo, ocorreram falhas do tipo coesiva nos grupos em que foi realizada a silicatização; porém, nos grupos nos quais foi utilizado apenas a aplicação de silano e agente adesivo, as falhas foram predominantemente adesivas.

Estas diferenças estão relacionadas aos distintos métodos de tratamento de superfície pré-reparo utilizados, em que se evidencia a necessidade da criação de retenções micromecânicas para aumentar a área de superfície e a capacidade de molhabilidade para promoção de uma adequada união entre as resinas compostas envelhecidas e novas. Ozcan et al. (2010), em estudo avaliando diferentes métodos de envelhecimento e resinas compostas com diferentes tamanhos médios das partículas de carga, também relataram a predominância de falhas do tipo coesiva após realização de teste de cisalhamento, exceto quando o método de envelhecimento foi de imersão em ácido cítrico, pois ocorreu uma maior incidência de falhas do tipo adesiva.

Em relação às falhas coesivas encontradas no presente estudo, estas podem estar relacionadas com o teste de cisalhamento. Apesar das forças induzidas no teste de cisalhamento parecem ser mais clinicamente relevantes por induzirem às forças de tração, compressão e cisalhamento, que são os tipos de tensões geradas durante a função mastigatória, este tipo de ensaio não promove uma distribuição uniforme das forças na interface de união. A força máxima incide nos locais mais próximos à incidência da carga aplicada, influenciando, desta forma, também o substrato, e não somente a área da interface adesiva, podendo promover uma maior quantidade de falhas coesivas no substrato. No teste de microtração, a força aplicada é em áreas reduzidas, havendo maior tendência para a ocorrência de falhas na interface adesiva e, conseqüentemente, possibilitando uma melhor verificação da resistência de união. Entretanto, existe uma tendência à similaridade de comportamento de valores obtidos quando se comparam os resultados entre estudos que utilizam teste de resistência ao cisalhamento e microtração

(BRENDEKE & OZCAN, 2007; OZCAN et al., 2010).

Na avaliação em MEV após o envelhecimento em diferentes métodos, isolados ou associados, as amostras apresentaram padrões de superfície diferentes da obtida pelo armazenamento em água destilada por 24 horas, que foi considerado o controle. Justificativas para estas alterações de superfície podem estar relacionados com os efeitos da ebulição em água, assim como a ação química do ácido cítrico. Observou-se a formação de trincas na superfície da resina composta das amostras submetidas à ebulição, sugerindo o efeito da degradação térmica sobre a matriz resinosa. Portanto, evidencia-se a ação hidrolítica (água destilada por diferentes períodos e água em ebulição) e química (ácido cítrico), sendo estas características comuns aos grupos, achados que concordam com os obtidos por Brendeke & Ozcan (2007). Entretanto, estas alterações parecem afetar a resina composta mais superficialmente, tendo em vista que, após a asperização com lixas simulando pontas diamantadas grossas, todas as amostras apresentaram um padrão de superfície muito semelhante, com estrias longitudinais, evidenciando a ação do agente abrasivo.

Os valores de resistência de união, o tipo de falha ocorrida e a morfologia superficial das amostras não apresentaram diferenças após o tratamento de pré-reparo, o que poderia indicar que, a despeito do método de envelhecimento utilizado ou associação destes métodos, o método de preparo da superfície pré-reparo parece apresentar influência significativa para a avaliação de métodos de tratamento de superfície para reparos em resinas compostas. Entretanto, seria de interesse que diferentes métodos de envelhecimento e suas combinações fossem avaliados com

diferentes protocolos de reparo para se confirmar esta afirmação. Ou mesmo, que amostras fossem envelhecidas *in situ*, em que se somariam as diferentes influências do meio bucal sobre as amostras de resina composta , permitindo uma aferição confirmatória de que o tratamento de superfície é mais significativo do que o método de envelhecimento utilizado.

7 Conclusão

Pelos resultados obtidos neste estudo, pode-se concluir que:

- O método de tratamento de superfície pré-reparo proporciona valores de resistência de união similares, independente do método de envelhecimento;
- os diferentes métodos de envelhecimento produzem diferentes padrões morfológicos da superfície quando avaliados em MEV;
- após a asperização com lixas de carvão de silício de granulação 120, as amostras, independentemente do método de envelhecimento utilizado, apresentam o mesmo padrão morfológico da superfície quando avaliados em MEV.

8 Referências

BOYER, D.B.; CHAN, K.C., REINHARDT, J.W. **Build-up and repair of light-cured composites: bond strength.** J Dent Res, v. 63, p. 1241-1244, 1984.

BRENDEKE, J.; ÖZCAN, M. **Effect of physicochemical aging conditions on the composite-composite repair bond strength.** J Adhes Dent, v. 9, n. 4, p. 399-406, 2007.

FERRACANE, J.L. **Higroscopic and hidrolitic effects in dental polymer networks.** Dent Mater, v. 22, p. 211-222, 2006.

FRANKENBERGER, R.; KRÄMER, N.; SINDEL, J. **Repair strength of etched vs silica-coated matel-ceramic and all-ceramic restorations.** Oper Dent, v. 25, p. 209-215, 2000.

FRANKENBERGER, R.; KRÄMER, N.; EBERT, J.; LOHBAUER, U.; KÄPPEL, S.; TEN WEGES, S.; PETSCHULT, A. **Fatigue behavior of the resin-based bond of partially replaced resin-based composite restorations.** Am J Dent, v. 16, p. 17-22, 2003.

GORDAN, V.V.; MJÖR, I.A.; BLUM, I.R.; WILSON, N. **Teaching students the repair or resin-based composite restorations: a survey of North American dental schools.** J Am Dent Assoc, v. 134, p. 317-323, 2003.

GORDAN, V.V.; SHEN, C.; RILEY, J. 3RD.; MJÖR, I.A. **Two-year clinical evaluation of repair versus replacement of composite restorations.** J Esthet Restor Dent, v. 18, n. 3, p. 144-154, 2006.

IMBERRY, T.A.; GRAY, T.; DELATOUR, F.; BOXX, C.; BEST, A.M.; MOON, P.C. **Evaluation of flexural, diametral tensile, and shear bond strength of composite repairs.** Oper Dent, v. 39, n. 6, p. E250-E260, 2014.

JOULAEI, M.; BAHARI, M.; AHMADI, A.; OSKOEI, S.S. **Effect of different surface treatments on repair micro-shear bond strength of silica- and zirconia-filled composite resins.** J Dent Res Dent Clin Dent Prospects, v. 6, n. 4, p. 131-137, Aut, 2012.

KIM, J.W.; COVEL, N.S.; GUESS, P.C.; REKOW, E.D.; ZHANG, Y. **Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia.** J Dent Res, v. 89, n. 1, p. 91-95, 2010.

KULA, K.; NELSON, S.; KULA, T.; THOMPSON, V. **In vitro effect of acidulated phosphate fluoride gel on the surface of composites with different filler particles.** J Prosthet Dent, v. 56, p. 161-169, 1986.

LYNCH, C.D.; BLUM, I.R.; FRAZIER, K.B.; HAISCH, L.D.; WILSON, N.H.
Comtemporary teaching in US and canadian dental schools. J Dent Res, v. 143,
n. 2, p. 157-163, 2012.

MJÖR, I.A.; GORDAN, V.V. **Failure, repair, refurbishing and longevity of restorations.** Oper Dent, v. 27, p. 528-34, 2002.

MJÖR, I.A.; MOORHEAD, J.E.; DAHL, J.E. **Reasons for replacement of restorations in permanent teeth in general dental practice.** Int Dent J, v. 50, n. 6,
p. 361-366, 2000.

MONCADA, G.; MARTIN, J.; FERNANDÉZ, E.; HEMPEL, M.C.; MJÖR, I.A.;
GORDAN, V.V. **Sealing, refurbishment and repair of class I and class II defective restorations.** JADA, v. 140, p. 425-432, Apr 2009.

ORTENGREN, U.; WELLENDORF, H.; KARLSSON, S.; RUYTER, I.E. **Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in aqueous environment.** J Oral Rehabil, v. 28, p. 1106-1115, 2002.

OZCAN, M.; BARBOSA, S.H.; MELO, R.M.; GALHANO, G.A.P.; BOTTINO, M.A.
Effect of surface conditioning methods on the microtensile bond strength of resin composite to composite after aging conditions. Dent Mater, v. 23, p. 1276-1282, 2007.

OZCAN, M.; CURA, C.; BRENDEKE, J. **Effect of aging conditions on the repair bond strength of a microhybrid and a nanohybrid resin composite.** J Adhes Dent, v. 12, p. 451-459, 2010.

SENAWONGSE, P.; SATTABANASUK, V.; SHIMADA, Y.; OTSUKI, M.; TAGAMI, J. **Bond strengths of current adhesive systems on intact and ground enamel.** J Esthet Rest Dent, v. 16, p. 107-115, 2004.

SODERHOLM, K.J.; ROBERTS, M.J. **Variables influencing the repair strength of dental composites.** Scand J Dent Res, v. 99, p. 173-180, 1991.

SOUSA, A.B.S.; SILAMI, F.D.J.; GARCIA, L.F.R.; NAVES, L.Z.; PIRES-DE-SOUZA, F.C.P. **Effect of various aging protocols and intermediate agentes on the bond strength of repaired composites.** J Adhes Dent, v. 15, n. 2, p. 137-144, 2013.

SPYROU, M.; KOLINIOTOU-KOUMPIA, E.; KOUROS, P.; KOULAOUZIDOU, E.; DIONYSOPOULOS, P. **The reparability of contemporary composite resins.** Eur J Dent, v. 8, p. 353-9, 2014.

SWIFT JR, E.J.; LE VALLEY, B.D.; BOYER, D.B. **Evaluation of new methods for composite repair.** Dent Mater, v. 8, p. 362-365, 1992.

TEIXEIRA, E.C.; BAYNE, S.C.; THOMPSON, J.; RITTER, A.V.; SWIFT, E.J. **Shear bond strength of self-etching bonding systems in combination with various composites used for repairing aged composites.** J Adhes Dent, v. 7, p. 159-164, 2005.

YAP, A.U.; SAU, C.W.; LYE, K.W. **Effects of aging on repair bond strengths of a polyacid-modified composite resin.** Oper Dent, v. 24, p. 371-376, 1999.

YESILYURT, C.; KUSGOZ, A.; BAYRAM, M.; ULKER, M. **Initial repair bond strength of a nano-filled hybrid resin: Effect of surface treatments and bonding agents.** J Esthet Restor Dent, v. 21, p. 251-60, 2009.