

UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

**RAPHAELLA MENDES GUIMARÃES**

---

---

**INFLUÊNCIA DE TRATAMENTOS SUPERFICIAIS NA RESISTÊNCIA  
DE UNIÃO DE REPARO EM RESINA A BASE DE SILORANO: ANÁLISE  
APÓS ENVELHECIMENTO**

---

---

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO  
- MODALIDADE ARTIGO CIENTÍFICO-**



**RAPHAELLA MENDES GUIMARÃES**

---

---

**INFLUÊNCIA DE TRATAMENTOS SUPERFICIAIS NA RESISTÊNCIA  
DE UNIÃO DE REPARO EM RESINA A BASE DE SILORANO: ANÁLISE  
APÓS ENVELHECIMENTO**

---

---

Trabalho apresentado para Defesa de Mestrado ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Goiás para obtenção do Título de Mestre em Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. João Batista de Souza  
Co-orientador: Prof. Dr. Lawrence Gonzaga Lopes

GOIÂNIA  
2011

**BANCA EXAMINADORA DA DEFESA DE  
DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**Candidata: Raphaella Mendes Guimarães**

---

**Orientador: Prof. Dr. João Batista de Souza**

---

**Co-orientador: Prof. Dr. Lawrence Gonzaga Lopes**

**Membros:**

- 1. Prof. Dr. João Batista de Souza**
- 2. Prof. Dr. Lawrence Gonzaga Lopes**
- 3. Prof. Dr. Hugo Lemes Carlo**
- 4. Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Paula de Carvalho Cardoso**

**Suplente:**

- 1. Prof. Dr. Rodrigo Borges Fonseca**

**Data: 23/12/2011**



**PDF**  
Complete

*Your complimentary  
use period has ended.  
Thank you for using  
PDF Complete.*

[Click Here to upgrade to  
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

Dedico este trabalho  
com muito amor à minha **família** que sempre esteve do meu lado, que me apoiou,  
confiou nos meus esforços, na minha capacidade, me incentivou a sonhar e a crer na vitória.

Agradeço em primeiro lugar **a Deus**, pois é com as tuas Graças e Bênçãos que realizo este sonho e subo mais um ôdegrauö na escada da vida.

Agradeço também a Deus por ter colocado em minha vida o Prof. João Batista de Souza, uma pessoa maravilhosa que me guiou nestes anos de Mestrado. Obrigada **Prof. João**, pela orientação e pela dedicação.

A três pessoas que participaram ativamente na minha jornada, a minha mãe Rosimar, ao meu amor Sérgio e ao meu irmão Luciano Filho.

**Mãezinha**, obrigada pelo amor, pelos cuidados, por todas as vezes que a senhora veio para Goiânia me ajudar, me acompanhou e me fez companhia.

Ao **Meu Amor Sé**, pelo apoio, companheirismo, pela paciência e compreensão. Ao **Gui** e a **Belly**, presente de Deus, que tenho guardado em meu coração. Obrigada vocês três por todos os momentos de felicidade que vivemos juntinhos. Te amo Meus Amores!

**Dudu** obrigada pela compreensão no dia-a-dia, pelos estímulos e pelo carinho. Te Amo de Paixão.

Ao meu pai, **Luciano!** O meu maior incentivador, o que sempre me faz acreditar que tudo é possível, que devemos ter força, garra para lutar e correr atrás dos nossos sonhos. Obrigada **Paizinho** por sempre ter me proporcionado a oportunidade de estudar e crescer.

Aos meus avós, **Voinho João Adão e Voinha Hiada**, que cuidaram e ainda cuidam de mim e que ajudaram na minha educação. Obrigada por todo amor, por todo carinho, pelos mimos, pela dedicação em cuidar, orientar e proteger. Eu tenho sorte por ser neta de vocês e é uma honra tê-los em minha vida! Vocês são os melhores avós e são meu porto seguro!!!!

**na**, minha amiga e companheira. Desde pequenina, vivia me seguindo, até mesmo na hora dos estudos. Ao meu lado, brincava de escolinha. Te amo minha gatinha! E tenho muitas saudades de você!

A minha amiga **Andresa**, com quem compartilho momentos importantes em minha vida. E que sempre torce pelo meu sucesso!

A uma nova família, **Sérgio, Ângela e Natalie**. Obrigada pelos cuidados, carinho e pela amizade.

A minha tia Neyle e ao **Dedé**, meu tio querido, pessoa com quem sei que posso contar em qualquer momento e situação.

A minha madrinha, **Lussandra**, que infelizmente não está mais entre nós, mas que teve grande participação em minha vida. Mulher na qual tento espelhar seu modo de ser, de tratar as pessoas e de lidar com as situações.

A crianças maravilhosas, **Afonso Henrique, Nessandra, Maria Laura, Samara e Maria Cecília**, que trazem alegria para minha vida.

Aos amigos **Dr. Géser, Thais e Juliana**, que participaram da minha trajetória.

A **Dandara**, minha amiga e companheira.

Ao **Prof. Lawrence Gonzaga Lopes**, pela disponibilidade em ajudar e orientar.

À **Prof<sup>a</sup>. Érica Miranda deTorres**, pela ajuda muitas vezes prestada.

À **Prof<sup>a</sup>. Terezinha de Jesus Esteves Barata**, pela amizade e atenção.

Ao **Prof. Rodrigo Borges Fonseca**, pela oportunidade de aprender.



ós-Graduação que contribuíram para o meu crescimento científico.

Aos colegas do Curso de Mestrado em Odontologia da UFG.

A minhas amigas queridas, **Érika Bittencout, Rafaella Mosquera, Milena Lenza e Juliana Amaral**, com as quais compartilhei momentos de descontração, de amizade e enriquecimento intelectual.

A uma grande amiga, que me ajudou e orientou em vários momentos durante a construção e realização da pesquisa, **Fernandinha Ribeiro Santana**.

À **Universidade Federal de Goiás**, instituição na qual tive a oportunidade de estudar e dar um importante passo rumo ao aprimoramento científico e profissional.

Ao **REUNI**, pela bolsa concedida e pelo apoio ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, nível Mestrado, da Universidade Federal de Goiás.

Aos funcionários que contribuíram para os meus trabalhos durante este período.

À empresa **3M-ESPE** que doou os materiais para a pesquisa.

A **Prof<sup>a</sup>. Aline Carvalho Batista**, por ter cedido o estereomicroscópio e o Laboratório de Patologia da FO-UFG para realização de uma parte experimental da pesquisa.

Ao laboratório **LabMic/UFG** e à Dra. Tatiane Oliveira dos Santos pelas medidas de MEV.

Ao **Professor Calos José Soares** que disponibilizou gentilmente as instalações do laboratório **LIPO/FO-UFU** para que pudéssemos realizar várias etapas da nossa pesquisa.

A **Aline Arêdes Bicalho**, aluna do Programa de Mestrado da FO-UFU, que me recebeu em Uberlândia.



**PDF**  
Complete

*Your complimentary  
use period has ended.  
Thank you for using  
PDF Complete.*

[Click Here to upgrade to  
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

, bibliotecária- documentalista da UFG, que me ajudou na

pesquisa bibliográfica.

A todas as pessoas que de alguma forma contribuíram para a realização da pesquisa.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES .....	x
LISTA DE TABELAS.....	xii
LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS.....	xiii
RESUMO.....	xvi
ABSTRACT.....	xvii
1. INTRODUÇÃO.....	18
2. JUSTIFICATIVA.....	22
3.OBJETIVOS.....	23
4.MATERIAL E MÉTODOS.....	24
<b>4.1. Obtenção dos espécimes de resina composta a serem reparados.....</b>	<b>24</b>
<b>4.2. Tratamento da superfície para reparo.....</b>	<b>26</b>
<b>4.3. Reparo dos espécimes preparados.....</b>	<b>28</b>
<b>4.4. Preparo das amostras para o ensaio mecânico.....</b>	<b>31</b>
<b>4.5. Ensaio de Microtração .....</b>	<b>32</b>
<b>4.6. Análise do Padrão de Fratura .....</b>	<b>33</b>
<b>4.7. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....</b>	<b>33</b>
<b>4.8. Análise estatística.....</b>	<b>34</b>
5. RESULTADOS .....	35
<b>5.1. - Resistência de união (MPa) e análise do padrão de fratura.....</b>	<b>35</b>
<b>5.2. Microscopia Eletrônica de Varredura.....</b>	<b>41</b>
6. CONCLUSÕES.....	45
7. PUBLICAÇÃO.....	46
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	68

**Figura 1** - A. Matriz de silicona para confecção dos blocos de resina composta; B. Matriz de silicona com bloco de resina composta Filtek P90.

**Figura 2** - A. Matriz de silicona para realização do reparo; B. Inserção na matriz de um bloco de resina a ser reparado; C. Inserção de RC para reparo; D. Bloco reparado.

**Figura 3** - Fluxograma de distribuição dos grupos, seus respectivos tratamentos superficiais, sistema adesivo e resina utilizada para o reparo.

**Figura 4** - A. Bloco fixado em uma placa acrílica com godiva e adesivo a base de cianoacrilato; B. Conjunto levado ao micrótomo de tecido duro; C. Visão superior dos cortes seriados paralelamente ao longo eixo do bloco.

**Figura 5** - A. Palitos removidos da placa; B. Palitos armazenados em microtubos para centrífuga.

**Figura 6** - A. Palito fixado ao dispositivo metálico; B. Dispositivo acoplado à máquina de ensaio mecânico; C. Dispositivo acoplado à máquina de ensaio mecânico em maior aumento; D. Palito fraturado.

**Figura 7** - Blocos metalizados fixados em õstubsö com fita dupla face.

a distribuição da resistência de união (MPa) em mediana, mínimo e máximo, para os diferentes tratamentos superficiais.

**Figura 9** - Gráfico representativo da distribuição da resistência de união (MPa) em mediana, mínimo e máximo, para os adesivos, resinas e interações adesivo- resina.

**Figura 10** - (A-J) Fotomicrografias em aumento de 1000 e 5000x dos dez diferentes tipos de tratamento superficial.

**Tabela 4.1** - Informações sobre as resinas compostas empregadas de acordo com os fabricantes.

**Tabela 4.2** - Materiais usados.

**Tabela 5.1** - Resistência de união (MPa) dos tratamentos superficiais, adesivos e resinas, e, análise do padrão de fratura.

**Tabela 5.2** - Dados das comparações entre os tratamentos superficiais pelo teste de Dunn relacionados à microtração.

**Tabela 5.3** - Dados das comparações entre as interações adesivo-resina pelo teste de Dunn relacionados à microtração.

**Tabela 5.4** - Dados das comparações entre as interações tratamento-adesivo pelo teste de Dunn relacionados à microtração.

**Tabela 5.5** - Dados das comparações entre as interações tratamento-resina pelo teste de Dunn, relacionados à microtração.

**Ad 1** Sistema adesivo silorano da Filtek P90

**Ad 2** Sistema adesivo Adper Scotchbond Multi-uso

**(Ad 1) + (P90)** Interação do sistema adesivo silorano da Filtek P90 com a resina Filtek P90

**(Ad 1) + (Z350 XT)** Interação do sistema adesivo silorano da Filtek P90 com a resina Filtek  
Z350 XT

**(Ad 2) + (P90)** Interação do sistema adesivo Adper Scotchbond com a resina Filtek P90

**(Ad 2) + (Z350 XT)** Interação do sistema adesivo Adper Scotchbond com a resina Filtek  
Z350 XT

**Af** Ácido fosfórico 37%

**AfSi** Ácido fosfórico 37% + Silano

**Ah** Ácido hidrofúorídrico 10%

**AhSi** Ácido hidrofúorídrico 10% + Silano

**bar** Unidade de pressão

**C** Controle

**°C** Graus Celsius

**HCl** ácido clorídrico

**ISO** Organização Internacional para Padronização

**J** Jateamento com óxido de alumínio

**JSi** Jateamento com óxido de alumínio + Silano

**MEV** Microscopia Eletrônica de Varredura

**µm** Micrometro

**mL** Mililitro

**mm** Milímetro

**mm<sup>2</sup>** Milímetro quadrado

**mm/min** Milímetro por minuto

**MPa** Megapascal

**mW/cm<sup>2</sup>** Miliwatt por centímetro quadrado

**pH** potencial de hidrogênio

**P90** Filtek P90

**RC** Resina composta

**R** Ranhuras com ponta diamantada

**RSi** Ranhuras com ponta diamantada + Silano

**rpm** Rotação por minuto

**s** Segundos

**SEI** Elétrons secundários

**Si** Silano

**Z350 XT** Filtek Z350 XT

**(AhSi) + (Ad 2)** Interação do tratamento superficial ácido hidrofúorídrico 10% + silano com o sistema adesivo Adper Scotchbond

**(Ah) + (Ad 2)** Interação do tratamento superficial ácido hidrofúorídrico 10% com o sistema adesivo Adper Scotchbond

**(J) + (Ad 2)** Interação do tratamento superficial jateamento com óxido de alumínio + silano com o sistema adesivo Adper Scotchbond

**(AfSi) + (Ad 2)** Interação do tratamento superficial ácido fosfórico 37% + silano com o sistema adesivo Adper Scotchbond

**(R) + (Ad 1)** Interação do tratamento superficial ranhuras com o sistema adesivo silorano da Filtek P90



**PDF Complete**  
Your complimentary use period has ended.  
Thank you for using PDF Complete.

[Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features](#)

nto superficial ranhuras + silano com o sistema adesivo

Adper Scotchbond

**(R) + (Ad 2)** Interação do tratamento superficial ranhuras com o sistema adesivo Adper

Scotchbond

**(AfSi) + (P90)** Interação do tratamento superficial ácido fosfórico 37% + silano com a resina

Filtek P90

**(AfSi) + (Z350 XT)** Interação do tratamento superficial ácido fosfórico 37% + silano com a

resina Filtek Z350 XT

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de diferentes tratamentos superficiais na resistência de união de reparo em resina composta à base de silorano, por meio de ensaio de microtração. Foram aleatoriamente distribuídos 160 blocos de resina composta a base de silorano em 40 grupos experimentais ( $n=4$ ) resultantes da interação entre 3 fatores em estudo: tratamento superficial, sistema adesivo e resina para realizar o reparo. Os blocos confeccionados foram armazenados durante 9 dias em água deionizada a  $37^{\circ}\text{C}$  previamente à realização do tratamento superficial e reparo. O reparo foi realizado após a aplicação do sistema adesivo silorano da Filtek P90 (Ad 1) ou do sistema adesivo Adper Scotchbond Multi-uso (Ad 2), com a resina composta Filtek P90 (P90) ou Filtek Z350 XT (Z350 XT), em um dos dez diferentes tipos de tratamento superficial: controle (C), silano (Si), ácido fosfórico (Af), Af e Si (AfSi), ácido hidrófluorídrico (Ah), Ah e Si (AhSi), jateamento (J), J e Si (JSi), ranhuras (R), R e Si (RSi). Os blocos foram seccionados em forma de palito, em seguida armazenados por seis meses, e então submetidos ao ensaio de microtração e posterior análise em lupa estereoscópica para definição do padrão de fratura. Adicionalmente, foram confeccionados 10 blocos de resina composta Filtek P90 para análise da superfície em MEV, após a realização dos tratamentos superficiais. Os dados obtidos foram submetidos a análise estatística (Mann-Whitney, Kruskal-Wallis e Dunn,  $\alpha=0,05$ ). Pôde-se verificar que os valores de resistência de união foram estatisticamente influenciados pelo tipo de resina ( $p<0.001$ ) e pelos tratamentos superficiais ( $p<0.0001$ ), porém não houve diferença para os adesivos ( $p=0,940$ ). JSi, Ah e AhSi foram semelhantes entre si e apresentaram os maiores valores. O emprego de ranhuras resultou nos piores resultados e a resina P90 proporcionou maiores valores de resistência de união do que a resina Z350 XT para reparo em resina composta a base de silorano.

**Descritores:** falha de restauração dentária; materiais dentários; resinas compostas

## ABSTRACT

---

The aim of the present study was to evaluate the influence of different surface treatments on bond strength of repair resin-based silorane through microtensile test. 160 silorane blocks were randomly distributed among 40 experimental groups ( $n=4$ ) resulting from the interaction of three factors under study: surface treatment, adhesive system and resin used to repair. The blocks were stored for 9 days in deionized water at 37°C prior to surface treatment and repair. Repair was performed, after the use of a bonding agent: (Ad 1) Silorane bond or (Ad 2) Adper Scotchbond, with Filtek P90 (P90) or Filtek Z350 XT (Z350 XT) on one of the 10 treatment protocols: control (C), silane (Si), phosphoric acid (Pa), Pa plus Si (PaSi), hydrofluoric acid (Ha), Ha plus Si (HaSi), sandblasting (S), S plus Si (SSi), diamond bur (Db), Db plus Si (DbSi). Blocks were sectioned into beams and after age by storage for six months, subjected to microtensile testing and subsequent analysis in a stereoscope to define the failure types. Additionally, 10 blocks of Filtek P90 composite resin were made for surface analysis by SEM, after completion of surface treatment. Statistical analysis (Mann-Whitney, Kruskal-Wallis and Dunn tests,  $\alpha=0.05$ ) was performed. The values were statistically influenced by the type of resin ( $p<0.001$ ) and by the surface treatment ( $p<0.0001$ ), but not by the bonding agent ( $p=0,940$ ). SSi, Ha and HaSi produced similar bond strength values, the greatest. Treating the surface with Db showed the worst values and composite resin P90 generated higher bond strength values than Z350 XT to repair silorane surfaces.

**Keywords:** dental restoration failure; dental materials; composite resins

A Odontologia Adesiva provocou profundas mudanças na prática odontológica, possibilitando uma abordagem mais conservadora para a restauração dentária, baseada na redução do tamanho das cavidades<sup>1,2</sup> e, com o desenvolvimento de novos sistemas adesivos, proporcionou um significativo aumento na resistência de união de materiais restauradores ao substrato dentário<sup>2</sup>.

Entretanto, descoloração marginal, falhas de adesão, perda de contorno anatômico e pequenas fraturas podem ser verificadas na resina composta, comprometendo a durabilidade a longo prazo da restauração, o que leva a necessidade de sua substituição total ou parcial (reparo)<sup>3,4,5,6</sup>. Neste contexto, o reparo torna possível a preservação da estrutura dentária, a redução de risco ao tecido pulpar, menor custo operacional, menor tempo operatório e aumenta a longevidade das restaurações<sup>5,6,7</sup>. Portanto, quando possível, pode-se realizar o reparo na restauração insatisfatória<sup>8</sup>. No entanto, este tipo de procedimento ainda deixa dúvidas em relação à resistência de união entre a resina já existente e a recém-aplicada (reparo)<sup>7</sup>.

Estudos têm sido realizados no sentido de verificar a resistência de união entre a superfície da resina já existente e a resina adicionada, nos quais vêm sendo testados diversos tratamentos de superfície<sup>1,3,8</sup>. Tais procedimentos baseiam-se na ligação mecânica e/ou química entre os materiais<sup>7</sup>.

Em estudos laboratoriais, que avaliam a resistência de união de materiais, é importante ser realizado o envelhecimento dos espécimes a fim de simular a degradação que ocorre no meio bucal com o tempo<sup>1</sup>.

O tratamento de superfície de uma resina composta envelhecida tem duas finalidades: remover a camada superficial alterada pela saliva expondo uma superfície limpa, com maior energia de superfície, e aumentar a área superficial pela formação de

al. (1997)<sup>10</sup>, a união entre a resina composta antiga e a nova em uma situação de reparo pode ocorrer por três mecanismos distintos: 1- ligação química com a matriz orgânica; 2- ligação química com partículas de carga expostas, e 3- retenção micromecânica à superfície tratada.

O sucesso da adesão resina-resina depende da composição química da superfície, da sua aspereza, da molhabilidade, do tratamento de superfície aplicado<sup>10,11,12</sup>, do material intermediário e da resina usada para reparo<sup>13</sup>.

Várias técnicas de reparo tem sido avaliadas, *in vitro*, em relação a união resina-resina, como o uso de condicionamento ácido<sup>5,14</sup>, abrasão a ar (partículas abrasivas aplicadas com ar comprimido)<sup>3</sup>, pontas diamantadas<sup>6</sup> ou agentes químicos (adesivo e/ou silano)<sup>8</sup>. Estudos anteriores demonstraram a eficácia da retenção micromecânica na resistência de união de reparos obtida por meio do uso de pontas diamantadas<sup>6</sup> ou jateamento<sup>1</sup>. Outros estudos, porém, obtiveram os resultados mais altos de resistência de união com tratamento químico ou mecânico da superfície seguido da aplicação de um material intermediário, seja um silano e/ou um sistema adesivo<sup>1,8,14</sup>.

Apesar de existir uma vasta literatura abordando a necessidade de tratamento superficial no reparo de restaurações de resina composta, todos estes estudos empregaram resinas à base de metacrilato. Recentemente foi desenvolvida uma resina composta (Filtek P90, 3M-ESPE, St. Paul, MN, EUA) que possui como matriz resinosa o silorano, um monômero com uma nova composição química<sup>15</sup>.

Silorano é uma nova classe de matriz resinosa para uso em Odontologia cuja polimerização ocorre por uma reação catiônica de abertura de anel<sup>16</sup>, induzida após a interação entre a canforoquinona, sal iodado e um elétron doador<sup>17</sup>. O nome Silorano é derivado das suas moléculas constituintes siloxanos e oxiranos<sup>16</sup>. Essa inovadora matriz resinosa representa a maior diferença quando comparada aos metacrilatos convencionais. As

ano combinam as duas principais vantagens dos seus componentes individuais: baixa contração de polimerização devido ao monômero oxirano, cujo mecanismo de compensar a tensão é realizado pela abertura do seu anel durante a polimerização e maior hidrofobicidade devido ao siloxano<sup>16</sup>.

A resina composta a base de silorano apresenta estabilidade e insolubilidade em soluções aquosas contendo epóxido-hidrolase, esterase ou HCl diluído simulando fluidos biológicos, características que a tornam adequada para o uso na cavidade oral<sup>18</sup>. E possui habilidade em reduzir a tensão de polimerização sem comprometer as propriedades mecânicas<sup>19,20</sup>.

Guiraldo et al. 2010<sup>21</sup>, avaliaram a dureza do topo e da base de espécimes de resina composta em relação ao grau de polimerização, concluíram que a resina composta a base de metacrilato apresentou melhor grau de polimerização na base quando comparada à resina a base de silorano.

Em comparação às resinas compostas a base de metacrilato, a com silorano apresentou melhor estabilidade de cor e de brilho<sup>22</sup>; boas propriedades mecânicas como resistência flexural, módulo de elasticidade e dureza<sup>23,15</sup>; foi estável em todos os solventes em que foi armazenada<sup>23</sup>; teve uma sorção de água significativamente menor combinada com uma redução na solubilidade<sup>24</sup> e exibiu biocompatibilidade com baixo potencial mutagênico<sup>25</sup>. Adicionalmente, silorano mostrou adesão superficial de *Streptococcus mutans* muito menor<sup>26</sup>, o que pode ser resultado da sua alta hidrofobicidade<sup>16</sup>. O seu baixo potencial de adesão de *Streptococcus mutans* em combinação com sua baixa contração de polimerização pode favorecer a longevidade das restaurações pela redução de cárie recorrente e contribuir para o sucesso clínico desta resina<sup>26</sup>.

Levando-se em consideração que a união entre dois incrementos de resina composta a base de metacrilato é realizada na presença da camada inibitória de oxigênio<sup>27</sup>, que a



**PDF**  
Complete

*Your complimentary  
use period has ended.  
Thank you for using  
PDF Complete.*

[Click Here to upgrade to  
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

res envelhecidas pode apresentar propriedades mecânicas inferiores com a capacidade de afetar adversamente a união entre a resina envelhecida e a recém-aplicada<sup>14</sup>, e que na polimerização de anel aberto das moléculas de silorano não é formada a camada inibitória de oxigênio<sup>28</sup>, é pertinente investigar se restaurações de resina composta a base de silorano são passíveis de receberem procedimento reparador.

Existe um grande número de estudos que avaliaram o emprego de diferentes tratamentos superficiais no reparo de restaurações em resinas compostas à base de metacrilato, a fim de aumentar a resistência de união entre a resina já existente e a recém-aplicada<sup>1,3,5,6,8,14</sup>.

Entretanto, em função da contração de polimerização das resinas compostas à base de metacrilato e a consequente geração de tensão, que contribuem para a redução da integridade marginal, sensibilidade pós-operatória e lesões cáries secundárias, foi introduzida no mercado odontológico uma resina, com uma matriz à base de silorano, cuja reação de polimerização possibilita uma baixa contração e baixa geração de tensão<sup>16</sup>. Apesar de verificar na literatura a necessidade de tratamento superficial no reparo de resinas compostas à base de metacrilato, estudos envolvendo o reparo em resina à base de silorano ainda são escassos na literatura<sup>29</sup>, conseqüentemente, o estudo de um protocolo envolvendo o tipo de tratamento superficial, adesivo e resina que deveria ser utilizado para o reparo se faz necessário.

Portanto, torna-se pertinente investigar se a adesão na interface do reparo será eficaz, se serão necessários tratamentos superficiais adicionais, qual será o melhor adesivo e resina a serem utilizados para aumentar a força de adesão<sup>4</sup>, com a finalidade de obtenção de um reparo que apresente adequado comportamento clínico e possibilite maior longevidade à restauração. A hipótese deste estudo é que o tratamento superficial, o sistema adesivo e a resina composta influenciam na resistência de união do reparo.

---

Avaliar, *in vitro*, a resistência de união de reparos em resina composta a base de silorano, por meio de ensaio de microtração, variando:

1. Tratamento superficial da resina envelhecida a base de silorano
2. Sistema adesivo empregado
3. Resina utilizada para realizar o reparo

### 4.1 - Obtenção dos espécimes de resina composta a serem reparados

Os materiais utilizados na presente pesquisa estão listados nas tabelas 4.1 e 4.2.

**Tabela 4.1 - Informações sobre as resinas compostas empregadas de acordo com os fabricantes.**

Resina composta	Matriz orgânica	Partículas de carga	Fabricante	Número do lote
Filtek P90: Cor A2 Cor A3	Silorano	Quartzo e fluoreto de ítrio	3M-ESPE, St. Paul, MN, EUA	175795 130928
Filtek Z350 XT: Cor A3	UDMA, Bis-EMA, Bis-GMA, TEGDMA e PEGDMA	Zirconia, sílica e aglomerados de zirconia/sílica	3M-ESPE, St. Paul, MN, EUA	182351

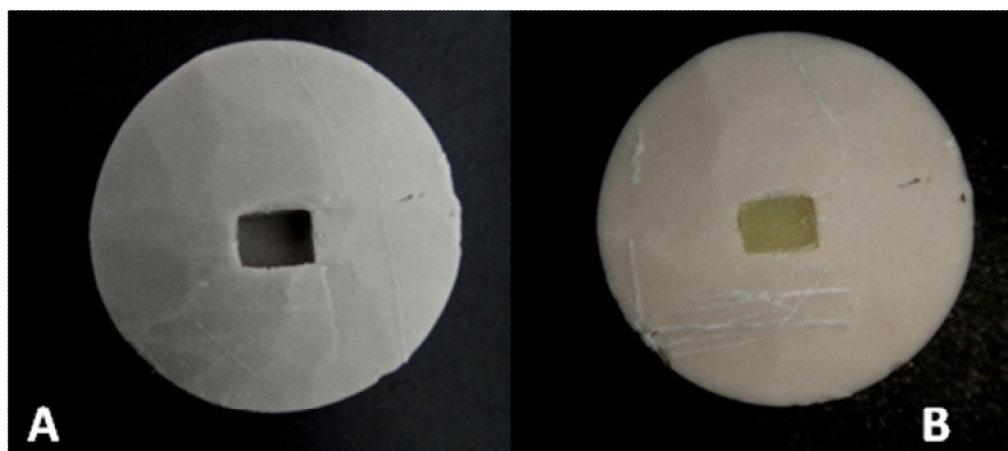
**Tabela 4.2 - Materiais usados.**

Material	Fabricante	Número do lote
RelyX Ceramic Primer	3M-ESPE, St. Paul, MN, EUA	9YY
Ácido fosfórico 37%	FGM, Joinville, SC, Brasil	200410
Ácido hidrófluorídrico 10%	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil	329936C
Óxido de alumínio - 50µm	Bioart, São Carlos, SP, Brasil	0425
Adesivo Silorano	3M-ESPE, St. Paul, MN, EUA	139734
Adesivo Adper Scotchbond Multi - uso	3M-ESPE, St. Paul, MN, EUA	180859

Foram confeccionados 160 blocos de resina composta Filtek P90 (P90), cor A2, com 4mm (comprimento) x 6mm (espessura) x 4mm (altura) a partir de uma matriz de sílica Zeta Labor (Hands 85 Shore A Zeta Labor, lote n. 101314, Zhermack, Italy).

de silicona, foi fixado um bloco metálico retangular (4x6x4mm) a uma placa de vidro com adesivo à base de cianoacrilato (Super Bonder, Loctite, SP, Brasil). Em seguida um cilindro de PVC (Tigre, Joinville, SC, Brasil) foi fixado à placa com cêra rosa n. 7 (Epoxyglass, Diadema, SP, Brasil) mantendo o bloco retangular centralizado em seu interior. A silicona foi manipulada e inserida dentro do cilindro. Após a presa da silicona, o bloco metálico foi removido, obtendo dessa forma uma matriz com espaço retangular de 4x6x4mm, para a obtenção dos blocos de resina composta. (Fig. 1A).

Os blocos foram construídos a partir da inserção da resina composta P90 na matriz, em dois incrementos, fotopolimerizados por 20s cada, com aparelho para fotopolimerização Ultra Blue (Ultra Blue IS 600 mw, n série: 6411, DMC Equipamentos Ltda) de irradiância 600 mW/cm<sup>2</sup>. No último incremento foi utilizada uma tira de poliéster. Ao final, foi realizada uma fotopolimerização de 40s na face que iria receber o tratamento de superfície (Fig. 1B), a outra face foi demarcada com caneta esferográfica e esmalte para unha incolor. A irradiância do fotopolimerizador foi medida, a cada 10 blocos confeccionados, por meio do radiômetro Demetron Research Corp. A temperatura e a umidade do Laboratório de Materiais Dentários da FO/UFG, onde foram confeccionados os blocos, foi controlada dentro dos limites indicados pela ISO/TS 11405/2003<sup>30</sup>.



**Figura 1** ó Obtenção dos espécimes de resina composta. A - Matriz de silicona para confecção dos blocos de resina composta; B - Matriz de silicona com bloco de resina composta Filtek P90.

ssos de resina e regularização da superfície para os procedimentos de reparo, os blocos receberam tratamento com discos de lixa de óxido de alumínio de granulometria média (KG SORENSEN ó VIKING 220 mash) e lixa d'água de granulometria 600.

Posteriormente, os blocos de resina foram armazenados durante nove dias em água deionizada a 37°C<sup>1</sup>.

Após o armazenamento, os blocos foram aleatoriamente distribuídos nos grupos para receberem o tratamento de superfície<sup>1</sup>.

#### **4.2 - Tratamento da superfície para reparo**

Os tratamentos de superfície foram realizados conforme os protocolos descritos abaixo:

1. Controle (C) ó ausência de tratamento superficial.
2. Silano (Si) ó tratamento superficial com silano. O silano foi aplicado, por 1 min., utilizando-se pincel descartável (Microbrush, KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil).
3. Ácido fosfórico 37% (Af) ó tratamento superficial com ácido fosfórico 37% por 30s, seguido de lavagem com jatos de água por 60s e secagem com papel absorvente.

o 37% + Silano (AfSi) ó tratamento superficial com ácido fosfórico 37% e silano, seguindo os protocolos descritos nos grupos Af e Si, respectivamente.

5. Ácido hidrofúorídrico 10% (Ah) ó tratamento superficial com ácido hidrofúorídrico 10% por 2min.<sup>1</sup>, seguido de lavagem com jatos de água por 60s e secagem com papel absorvente.

6. Ácido hidrofúorídrico 10% + Silano (AhSi) ó tratamento superficial com ácido hidrofúorídrico 10% e silano, seguindo os protocolos descritos nos grupos Ah e Si, respectivamente.

7. Jateamento com óxido de alumínio (J) ó a superfície a ser reparada foi submetida à jateamento com óxido de alumínio de 50µm (Microetcher ERC Intraoral Sandblaster, Dainville Engineering, Innovate Dental Products) de acordo com os seguintes parâmetros: ângulo de 90°, distância de 10mm da superfície a ser tratada, tempo de aplicação de 20s e pressão de 2,8 bar<sup>1</sup>.

8. Jateamento com óxido de alumínio + Silano (JSi) ó a superfície a ser reparada foi jateada com óxido de alumínio 50µm e, em seguida, tratada com silano, seguindo os protocolos descritos nos grupos J e Si, respectivamente.

9. Ranhuras com ponta diamantada (R) ó a superfície a ser reparada foi asperizada superficialmente em um único sentido com ponta diamantada de granulação grossa (n. 3100, KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil).

10. Ranhuras com ponta diamantada + Silano (RSi) ó a superfície a ser reparada foi asperizada superficialmente com ponta diamantada de granulação grossa e, em seguida, tratada com silano, seguindo os protocolos descritos nos grupos R e Si, respectivamente.

Após os tratamentos superficiais os blocos foram aleatoriamente distribuídos em dois grupos para aplicação do adesivo nas superfícies a serem reparadas. Em um grupo, foi aplicado o adesivo silorano da Filtek P90, grupo Ad 1. Após agitar o frasco, o adesivo foi aplicado com microbrush na superfície do bloco e leve jato de ar seguido de fotopolimerização por 10s. Em outro grupo, foi aplicado o adesivo Adper Scotchbond Multi-  
uso, grupo Ad 2, seguindo o mesmo protocolo.

### **4.3 - Reparo dos espécimes preparados**

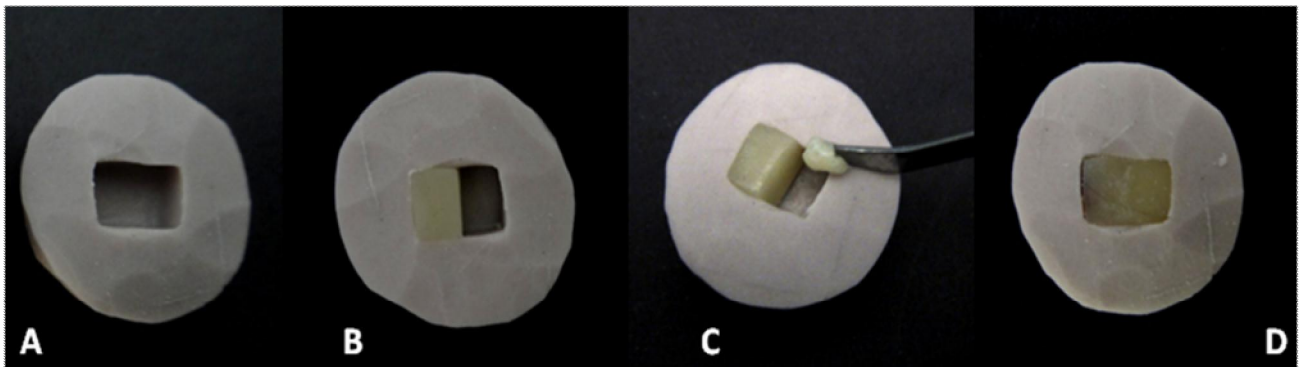
Novas matrizes de silicona (Fig. 2A) foram confeccionadas a partir de um bloco retangular maior, dimensões: 8mm (comprimento) X 6mm (espessura) X 4mm (altura), de forma que após a inserção na matriz de um bloco de resina (Fig. 2B) a ser reparado (4x6x4mm), este já submetido ao tratamento superficial e a aplicação do adesivo, ficaria um espaço restante de 4x6x4mm, no qual foi inserida a resina do reparo (Fig. 2C), Filtek P90 (P90) ou Filtek Z350 XT (Z350 XT).

Desta forma, a resina correspondente ao reparo foi inserida no espaço restante da matriz (4x6x4mm) em dois incrementos, fotopolimerizados por 20s cada, com aparelho para fotopolimerização Ultra Blue (Ultra Blue IS 600mw, n. série: 6411, DMC Equipamentos Ltda) de irradiância 600 mW/cm<sup>2</sup>. O primeiro incremento foi inserido em toda interface

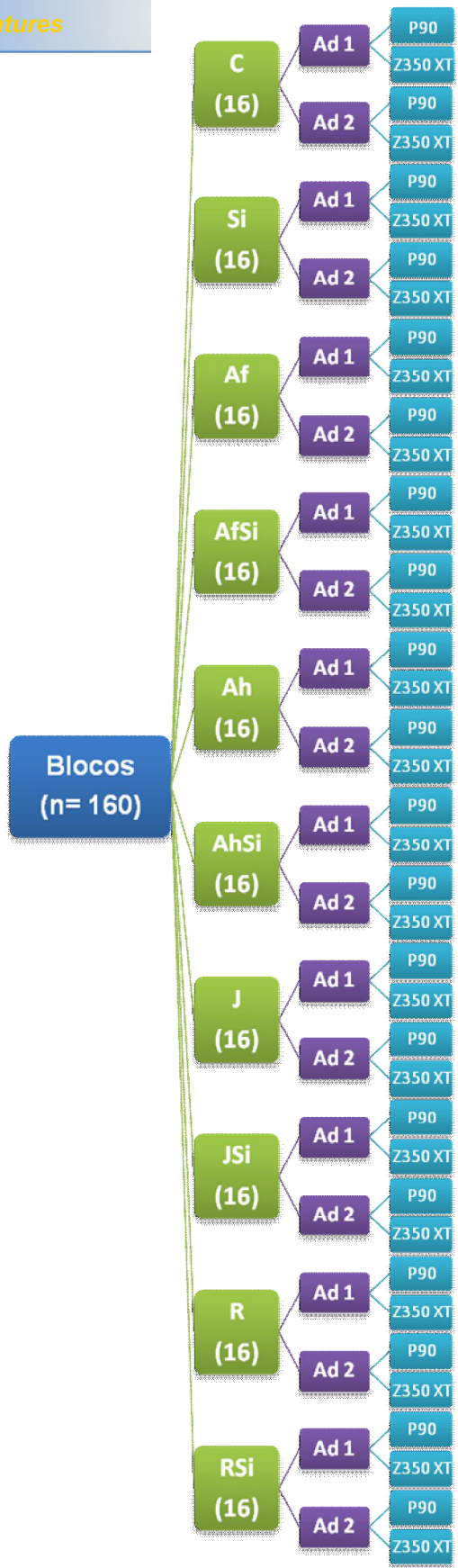
ido o restante da matriz e, antes da fotopolimerização foi colocada uma tira de poliéster. Ao final (Fig. 2D), o bloco foi removido da matriz e realizou-se uma fotopolimerização adicional de 40s na face de comprimento de 8mm.

Diferentes cores foram intencionalmente escolhidas para a resina envelhecida e para o material reparador para facilitar a visualização da interface de reparo<sup>31</sup>.

Após a fotopolimerização final, os blocos foram armazenados em água deionizada por 24 horas a 37°C<sup>32</sup>.



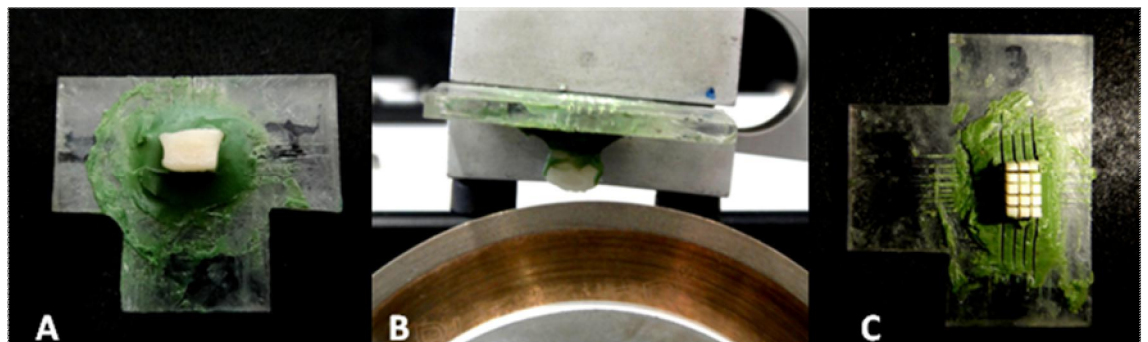
**Figura 2 ó Reparo dos espécimes preparados.** A - Matriz de silicona para realização do reparo; B -Inserção na matriz de um bloco de resina a ser reparado; C - Inserção de RC para reparo; D - Bloco reparado.



**Figura 3.** Fluxograma de distribuição dos grupos, seus respectivos tratamentos superficiais, sistema adesivo e resina utilizada para o reparo.

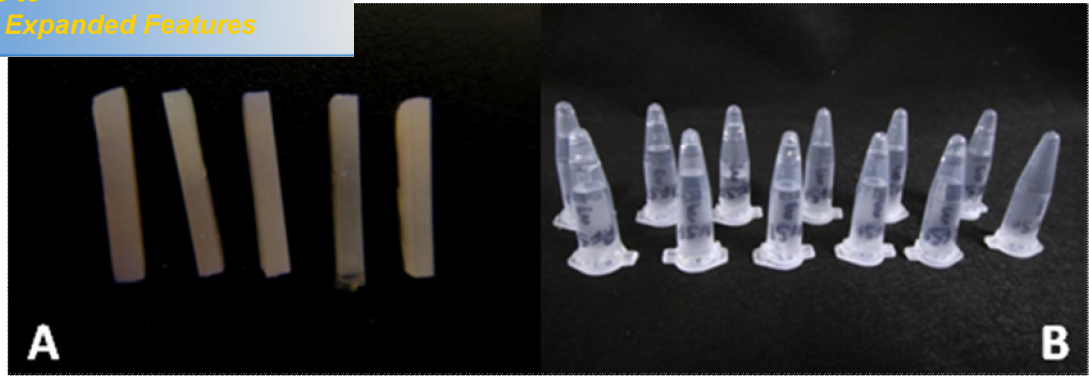
## para o ensaio mecânico

Cada bloco foi fixado em uma placa acrílica de 3mm de espessura com godiva e adesivo a base de cianoacrilato (Super Bonder, Loctite, SP, Brasil), paralelamente ao seu longo eixo (Fig. 4A). O conjunto foi levado a cortadeira metalográfica (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) e então o bloco foi seccionado (Fig. 4B), paralelamente ao seu longo eixo, no sentido longitudinal com disco diamantado de dupla face (4 $\phi$  x 0,12 x 0,12, Extec, Enfield, CT, USA), de 0,3mm, refrigerado por água a uma velocidade de corte calibrada em 250 rpm. A espessura do corte foi de 1,3 mm, obtendo assim fatias com espessura média de 1mm. Em seguida o bloco foi novamente seccionado, paralelamente ao seu longo eixo, obtendo-se assim amostras em forma de palito com área no sentido transversal de  $\pm 1 \text{ mm}^2$ .<sup>33</sup> (Fig. 4C).



**Figura 4 ó Obtenção dos palitos.** A - Bloco fixado em uma placa acrílica com godiva e adesivo a base de cianoacrilato; B - Conjunto levado ao micrótomo de tecido duro; C - Visão superior dos cortes seriados paralelamente ao longo eixo do bloco.

Após os blocos serem seccionados, os palitos obtidos foram removidos da placa e a godiva que os envolvia (Fig. 5A). Os palitos foram armazenados em microtubos para centrífuga de 1,5mL, individualmente, contendo em seu interior água deionizada (Fig. 5B) e levados à estufa a 37°C para o envelhecimento acelerado de seis meses<sup>34</sup>. A cada semana os microtubos eram verificados quanto ao seu preenchimento com água, e quando necessário, eram completados.



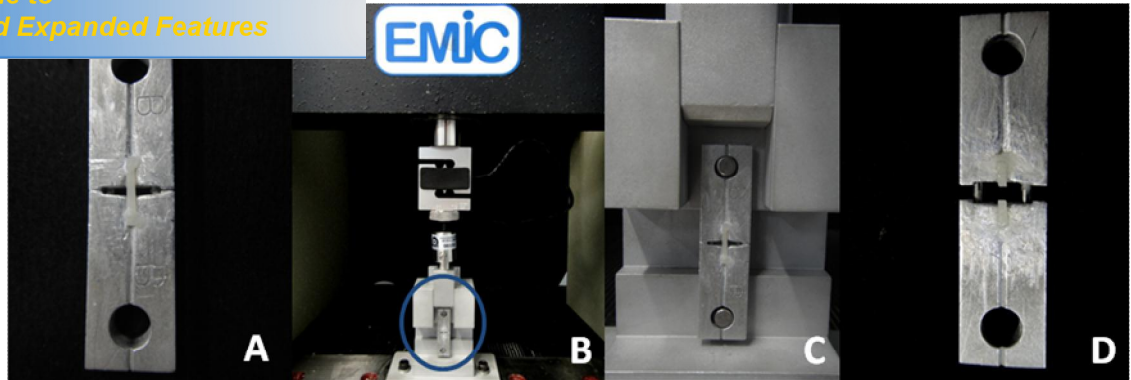
**Figura 5.** A - Palitos removidos da placa; B - Palitos armazenados em microtubos para centrifuga.

#### 4.5 - Ensaio de microtração

Com auxílio de um paquímetro digital foi mensurada a área do palito anteriormente ao ensaio de microtração<sup>32</sup>. Os palitos foram fixados a um dispositivo metálico (Fig. 6A), desenvolvido especificamente para o ensaio de microtração, com adesivo a base de cianoacrilato (Super Bonder, Loctite, SP, Brasil) e acelerador de presa (Catalisador, Loctite, SP, Brasil), sendo que a porção central do palito, coincidente com a interface adesiva, foi posicionada no espaço entre a porção superior e inferior do dispositivo. O dispositivo foi acoplado à base da máquina de ensaio mecânico EMIC 2000DL (São José dos Pinhais, PR, Brasil) (Fig. 6B). Após 10 segundos da aplicação do acelerador de presa a máquina foi acionada em velocidade de 0,5 mm/min., resultando em carregamento de tração até a ruptura da interface adesiva<sup>35</sup> (Fig. 6C).

Após a fratura (Fig. 6D) foi registrado o valor de carga máxima em quilograma-força no computador acoplado à máquina de ensaio. Então, foram relacionadas a carga máxima com a área adesiva, definindo-se, assim, a resistência de união em megapaschal (MPa)<sup>36</sup>.

Os palitos foram armazenados em microtubos para centrifuga para posterior análise do padrão de fratura, em lupa estereoscópica.



**Figura 6 ó Teste de microtração.** A - Palito fixado ao dispositivo metálico; B - Dispositivo acoplado à máquina de ensaio mecânico; C - Dispositivo acoplado à máquina de ensaio mecânico em maior aumento; D - Palito fraturado.

#### 4.6 - Análise do padrão de fratura

A superfície fraturada foi analisada em estereomicroscópio OPTECH - BEL Photonics (Bel Equipamento Ltda; n. série 00641425, Piracicaba, SP, Brasil) em aumento de 40X para classificar o padrão de fratura ocorrido durante o ensaio de microtração. As fraturas foram classificadas em<sup>36</sup>:

- 1 - Adesiva: falha na interface adesiva
- 2 - Coesiva: fratura coesiva da resina
- 3 - Mista: fratura coesiva e adesiva

#### 4.7 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Foram confeccionados dez blocos de resina composta adicionais para caracterização da superfície topográfica do material após a realização dos tratamentos superficiais, por meio de MEV.

Os blocos foram fixados em õstubsõ metálicos com fita dupla face e foi feito um contato elétrico com tinta prata. Posteriormente este conjunto foi posicionado em metalizador

vacuum Inc., NJ, EUA) (MED 010; Bal-Tec AG, Balzers,

Liechtenstein), para deposição da camada de ouro. Após a metalização dos blocos (Fig. 7), os padrões produzidos nas superfícies tratadas foram examinados em Microscópio Eletrônico de Varredura ó MEV (Jeol, JSM ó 6610).



**Figura 7** - Blocos metalizados fixados em ôstubsô com fita dupla face.

#### **4.8 - Análise estatística**

Os dados foram organizados em banco de dados para análise estatística com os softwares SPSS 17.0 for Windows (SPSS Inc., Chicago, IL, EUA) e GraphPad InStat 3.0 for Windows (GraphPad Software Inc., La Jolla, CA, EUA). O teste de Kolmogorov-Smirnov foi utilizado para verificar a distribuição amostral dos dados. Como vários conjuntos de dados apresentaram distribuição não-normal, optou-se pelos testes não paramétricos de Mann-Whitney, para comparações entre resinas e entre adesivos e Kruskal-Wallis com teste complementar de Dunn para comparações entre tratamentos e interações adesivo-resina, tratamento-adesivo e tratamento-resina, com nível de significância ( ) de 0,05 em todas as análises.

**5.1 - Resistência de união (MPa) e análise do padrão de fratura.**

Os valores de resistência de união (MPa) para os tratamentos superficiais, adesivos e resinas e, os resultados para a análise do padrão de fratura estão dispostos na tabela 5.1. As fraturas, em sua maioria, foram de natureza adesiva.

Os tratamentos superficiais jateamento + silano, seguido do ácido hidrofúorídrico e ácido hidrofúorídrico + silano apresentaram os maiores valores resistência de união. O emprego de ranhuras resultou nos piores resultados. Estes dados estão representados na figura 8. Para estudar possíveis diferenças entre os tratamentos superficiais foram feitas comparações aos pares, o que apontou diferenças significantes. (Tabela 5.2).

**Tabela 5.1 - Resistência de união (MPa) dos tratamentos superficiais, adesivos e resinas, e, análise do padrão de fratura.**

Grupos	Mediana (MPa)	Mínimo (MPa)	Máximo (MPa)	Análise do Padrão de Fratura		
				Adesiva	Coesiva	Mista
C	24,90	8,23	58,24	85%	9%	6%
Si	25,66	7,64	62,03	72%	27%	1%
Af	24,78	8,27	58,68	83%	11%	6%
AfSi	26,07	7,42	54,84	78%	15%	7%
Ah	30,82	8,33	61,50	80%	18%	2%
AhSi	29,88	9,68	69,40	54%	33%	13%
J	27,28	7,21	53,16	64%	27%	9%
JSi	31,23	8,55	62,61	63%	27%	10%
R	21,10	7,55	46,45	82%	13%	5%
RSi	24,61	7,36	59,52	81%	7%	12%
Ad 1	26,80	7,43	62,03	72%	20%	8%
Ad 2	26,30	7,21	69,40	75%	18%	7%
P90	29,88	7,55	69,40	69%	23%	8%
Z350 XT	23,23	7,21	61,50	79%	14%	7%

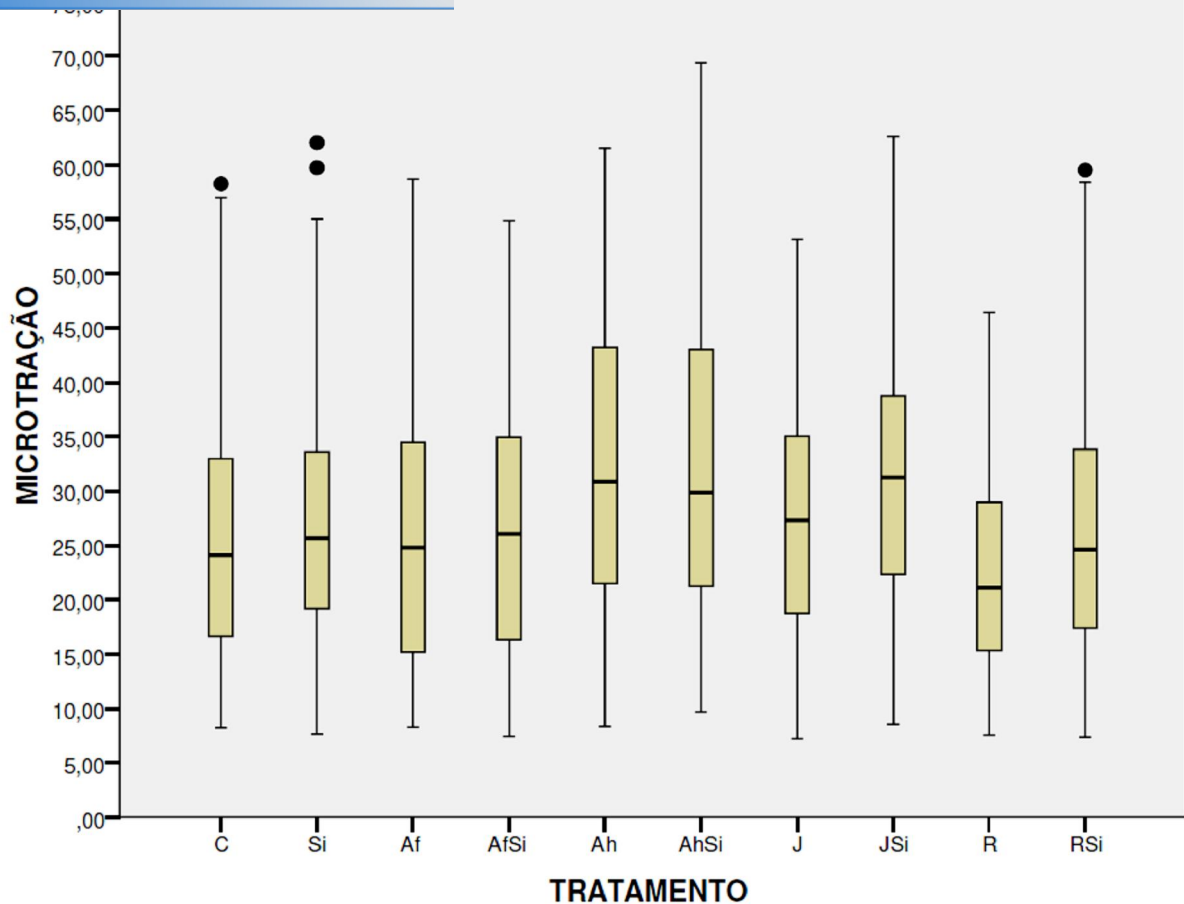


Figura 8 - Box Plot representativo da distribuição da resistência de união (MPa), para os diferentes tratamentos superficiais.

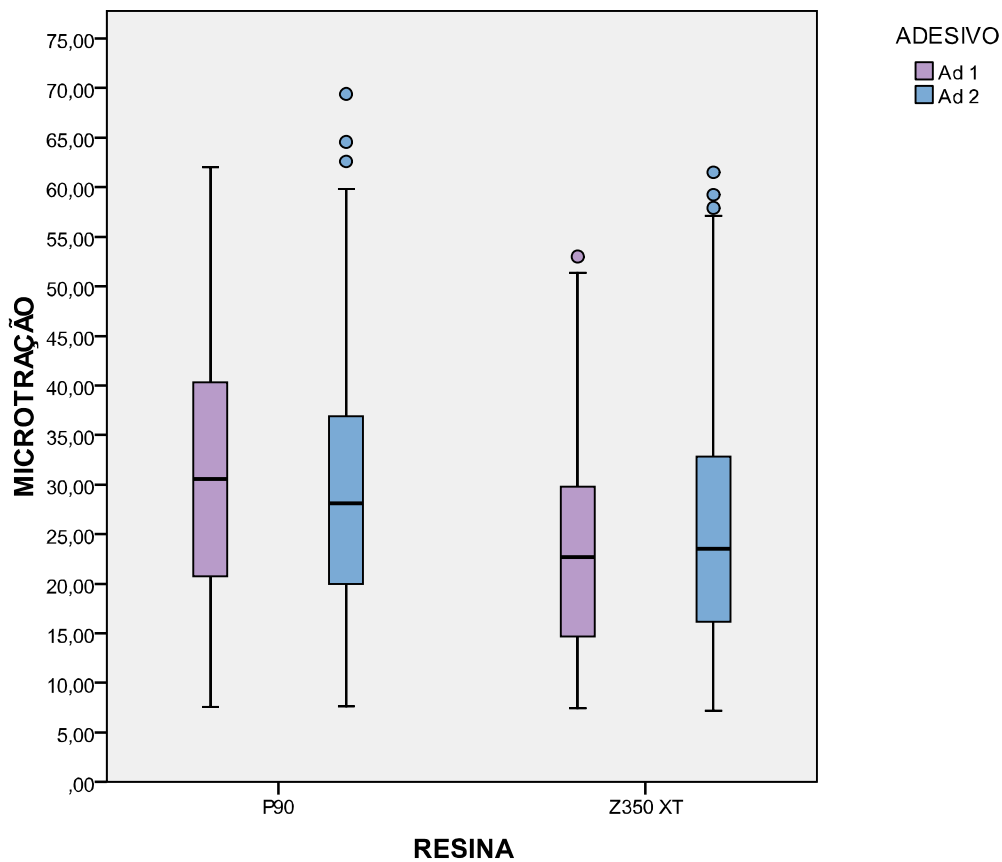
Tabela 5.2 - Dados das comparações entre os tratamentos superficiais pelo teste de Dunn, que apresentaram diferenças relacionados à microtração.

Comparações entre Tratamentos	Valor de p
(C) x (Ah)	<b>p &lt; 0,01**</b>
(C) x (AhSi)	<b>p &lt; 0,01**</b>
(C) x (JSi)	<b>p &lt; 0,05*</b>
(Af) x (Ah)	<b>p &lt; 0,05*</b>
(Af) x (AhSi)	<b>p &lt; 0,05*</b>
(Af) x (JSi)	<b>p &lt; 0,05*</b>
(AfSi) x (Ah)	<b>p &lt; 0,05*</b>
(Ah) x (R)	<b>p &lt; 0,001***</b>
(AhSi) x (R)	<b>p &lt; 0,001***</b>
(JSi) x (R)	<b>p &lt; 0,001***</b>

(\*) diferenças estatisticamente significante

comparações entre os adesivos e as resinas (Figura 9), não houve diferença para os adesivos ( $p=0,940$ ) e, para as resinas, houve diferença significativa ( $p<0,001$ ). Sendo que os melhores valores de resistência de união (MPa) foram encontrados com a resina P90, não havendo diferença no tipo de adesivo usado.

Ao comparar as interações (Ad 1) + (P90), (Ad 2) + (P90), (Ad 1) + (Z350 XT) e (Ad 2) + (Z350 XT), foi verificada diferença significativa. As interações que diferenciaram entre si estão dispostas na tabela 5.3. As interações que não tiveram diferença significativa entre si foram (Ad 1) + (P90) com (Ad 2) + (P90) e (Ad 1) + (Z350 XT) com (Ad 2) + (Z350 XT). Este resultado corrobora que o adesivo não interfere na resistência de união, mas o tipo de resina usada sim.



**Figura 9 - Box Plot representativo da distribuição da resistência de união (MPa), para os adesivos e resinas.**

e as interações adesivo-resina pelo teste de Dunn relacionados à

<b>Interação Ad + Res</b>	<b>Valor de p</b>
(Ad 1) + (P90) / (Ad 1) + (Z350 XT)	p < 0,001 ***
(Ad 1) + (P90) / (Ad 2) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(Ad 2) + (P90) / (Ad 1) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(Ad 2) + (P90) / (Ad 2) + (Z350 XT)	p < 0,001***

(\*) diferenças estatisticamente significante

Nas tabelas 5.4 e 5.5, estão dispostas as interações, tratamento-adesivo e tratamento-resina, respectivamente, que tiveram diferença significativa.

Na tabela 5.4, as interações tratamento-adesivo que obtiveram melhores resultados em ordem decrescente foram (AhSi) + (Ad 2), seguida da (Ah) + (Ad 2) e (JSi) + (Ad 2) não havendo diferença estatística entre estas e as que tiveram piores resultados foram (AfSi) + (Ad 2), (R) + (Ad 1), (RSi) + (Ad 2) e (R) + (Ad 2), em ordem decrescente e sem diferença estatística.

Entre as interações tratamento-adesivo, nas quais o tratamento foi o mesmo com alteração do tipo de adesivo usado (Ad 1 ou Ad 2) não foi observada diferença estatística significativa. Este resultado confirma que o tipo de adesivo testado não interferiu no resultado obtido, entretanto o tratamento aplicado interferiu.

entre as interações tratamento-adesivo pelo teste de Dunn

Interação Tra + Ad	Valor de p
(C) + (Ad 1) / (AhSi) + (Ad 2)	p < 0,01**
(C) + (Ad 2) / (AhSi) + (Ad 2)	p < 0,01**
(Si) + (Ad 2) / (AhSi) + (Ad 2)	p < 0,05 *
(Af) + (Ad 1) / (AhSi) + (Ad 2)	p < 0,05*
(Af) + (Ad 2) / (AhSi) + (Ad 2)	p < 0,05*
(AfSi) + (Ad 2) / (Ah) + (Ad 2)	p < 0,05*
(AfSi) + (Ad 2) / (AhSi) + (Ad 2)	p < 0,001***
(Ah) + (Ad 2) / (R) + (Ad 1)	p < 0,001***
(Ah) + (Ad 2) / (R) + (Ad 2)	p < 0,001***
(Ah) + (Ad 2) / (RSi) + (Ad 2)	p < 0,001***
(AhSi) + (Ad 2) / (J) + (Ad 2)	p < 0,001***
(AhSi) + (Ad 2) / (R) + (Ad 1)	p < 0,001***
(AhSi) + (Ad 2) / (R) + (Ad 2)	p < 0,001***
(AhSi) + (Ad 2) / (RSi) + (Ad 2)	p < 0,001***
(J) + (Ad 1) / (R) + (Ad 1)	p < 0,05 *
(J) + (Ad 1) / (R) + (Ad 2)	p < 0,01**
(J) + (Ad 1) / (RSi) + (Ad 2)	p < 0,05 *
(JSi) + (Ad 1) / (R) + (Ad 2)	p < 0,01**
(JSi) + (Ad 2) / (R) + (Ad 1)	p < 0,01**
(JSi) + (Ad 2) / (R) + (Ad 2)	p < 0,001***
(JSi) + (Ad 2) / (RSi) + (Ad 2)	p < 0,01**

(\*) diferenças estatisticamente significante

Na tabela 5.5, ao comparar as interações tratamento-resina, quando foi aplicado o mesmo tratamento e houve alteração somente do tipo de resina usada (P90 ou Z350 XT), os melhores resultados obtidos foram com a resina P90 em relação a resina Z350 XT e as únicas interações que diferenciaram estatisticamente entre si foram (AfSi) + (P90) / (AfSi) + (Z350 XT).

Quando foram comparadas as interações tratamento-resina, em que a resina foi a mesma e os tratamentos foram diferentes, os resultados que apresentaram diferença significativa entre si foram, para a resina P90, o tratamento R (ranhuras), que teve o pior resultado, com o tratamento JSi (jateamento + silano), AhSi (ácido hidrófluorídrico + silano)

obtiveram os melhores resultados em ordem crescente sem

diferença entre si. Para a resina Z 350 XT, os tratamentos que apresentaram diferença entre si foi R (ranhuras) que também apresentou o pior resultado, com os tratamentos Ah (ácido hidrofluorídrico), JSi (jateamento + silano) e AhSi (ácido hidrofluorídrico + silano), que também obtiveram os melhores resultados em ordem crescente sem diferença entre si.

**Tabela 5.5 - Dados das comparações entre as interações tratamento-resina pelo teste de Dunn relacionados à microtração.**

Interação Tra. Res	Valor de p
(C) + (P90) / (R) + (Z350XT)	p < 0,05 *
(Si) + (P90) / (C) + (Z350 XT)	p < 0,05 *
(Si) + (P90) / (AfSi) + (Z350 XT)	p < 0,05 *
(Si) + (P90) / (R) + (Z350 XT)	p < 0,01**
(Af) + (P90) / (R) + (Z350 XT)	p < 0,05 *
(AfSi) + (P90) / (C) + (Z350 XT)	p < 0,05 *
(AfSi) + (P90) / (AfSi) + (Z350 XT)	p < 0,05 *
(AfSi) + (P90) / (R) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(Ah) + (P90) / (R) + (P90)	p < 0,001***
(Ah) + (P90) / (C) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(Ah) + (P90) / (Si) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(Ah) + (P90) / (Af) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(Ah) + (P90) / (AfSi) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(Ah) + (P90) / (J) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(Ah) + (P90) / (R) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(Ah) + (P90) / (RSi) + (Z350 XT)	p < 0,01**
(AhSi) + (P90) / (R) + (P90)	p < 0,001***
(AhSi) + (P90) / (C) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(AhSi) + (P90) / (Si) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(AhSi) + (P90) / (Af) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(AhSi) + (P90) / (AfSi) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(AhSi) + (P90) / (J) + (Z350 XT)	p < 0,01**
(AhSi) + (P90) / (R) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(AhSi) + (P90) / (RSi) + (Z350 XT)	p < 0,05 *
(J) + (P90) / (C) + (Z350 XT)	p < 0,05 *

	p < 0,05 *
(J) + (P90) / (R) + (Z350 XT)	p < 0,01**
(JSi) + (P90) / (R) + (P90)	p < 0,001***
(JSi) + (P90) / (C) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(JSi) + (P90) / (Si) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(JSi) + (P90) / (Af) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(JSi) + (P90) / (AfSi) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(JSi) + (P90) / (J) + (Z350 XT)	p < 0,01**
(JSi) + (P90) / (R) + (Z350 XT)	p < 0,001***
(JSi) + (P90) / (RSi) + (Z350 XT)	p < 0,05 *
(AhSi) + (Z350 XT) / (R) + (Z350 XT)	p < 0,05 *
(JSi) + (Z350 XT) / (RSi) + (Z350 XT)	p < 0,05 *

(\*) diferenças estatisticamente significante

## 5.2 - Microscopia Eletrônica de Varredura

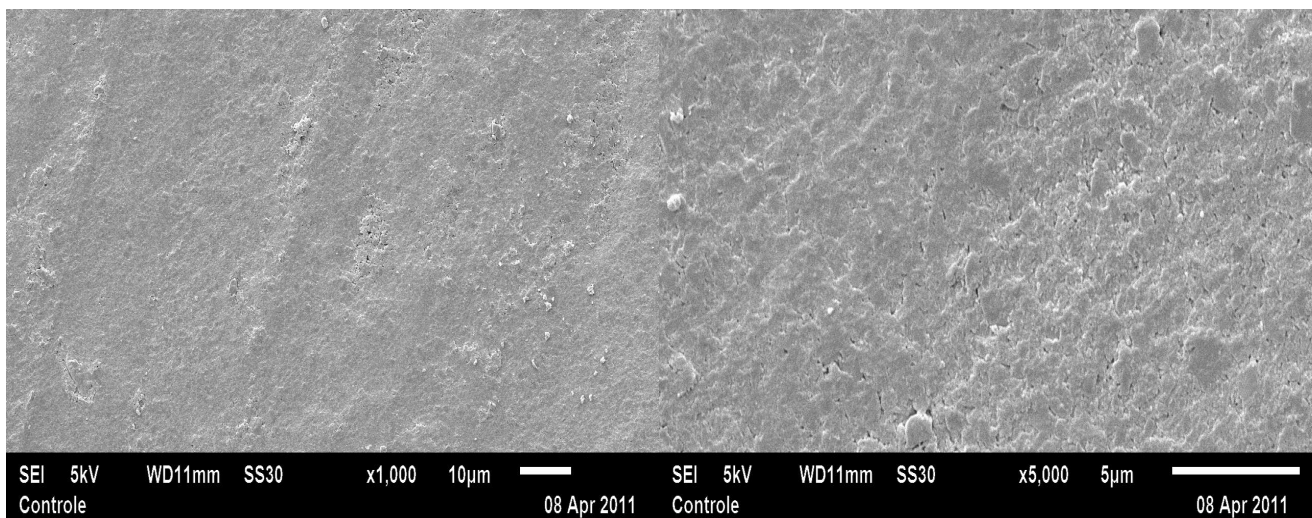
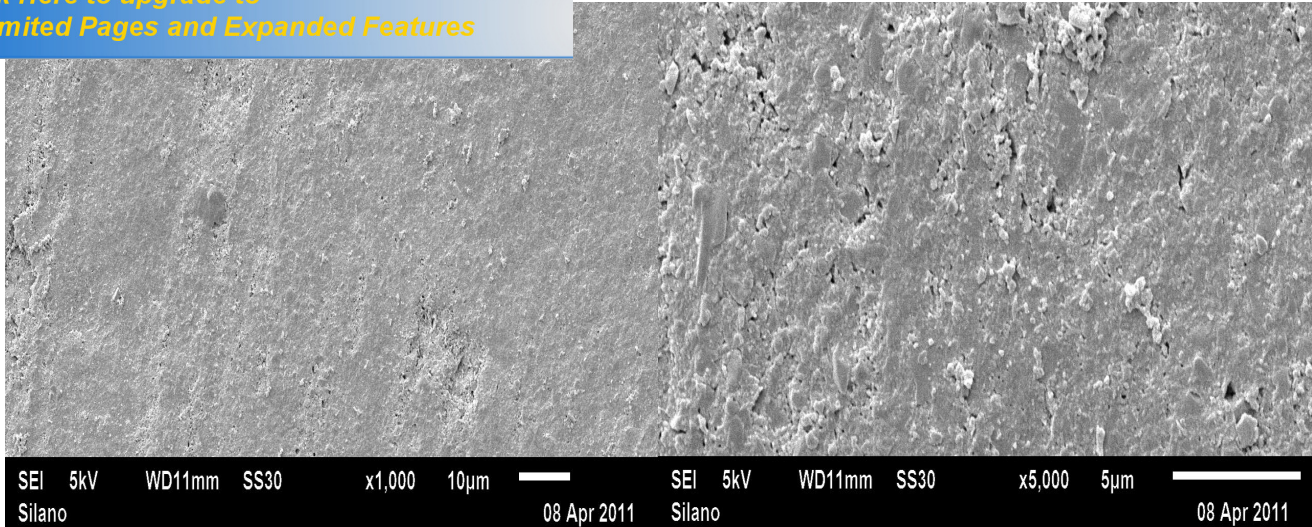
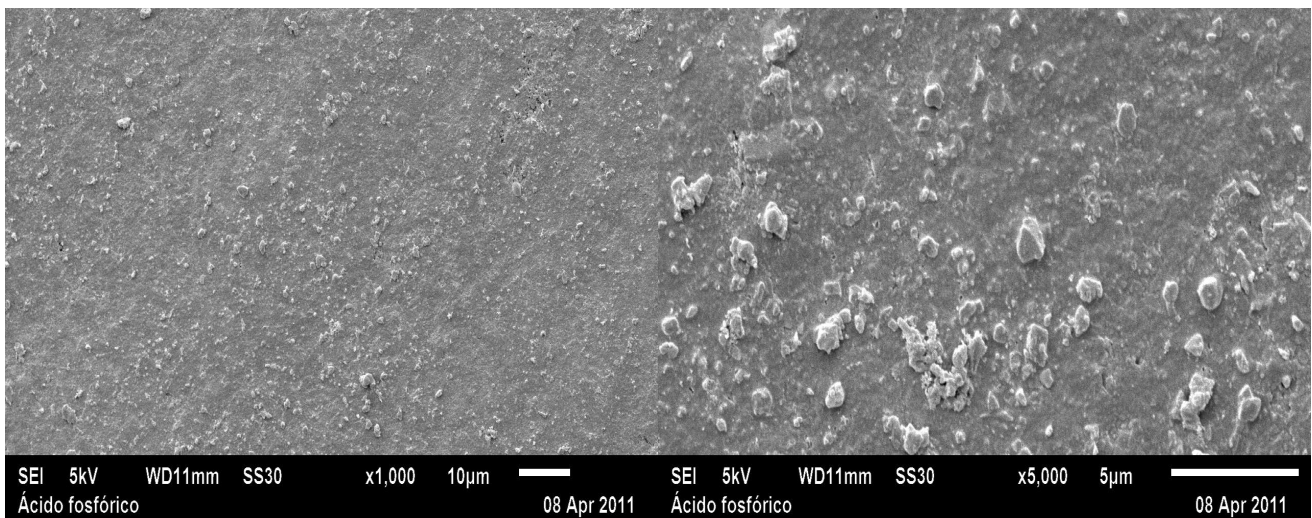


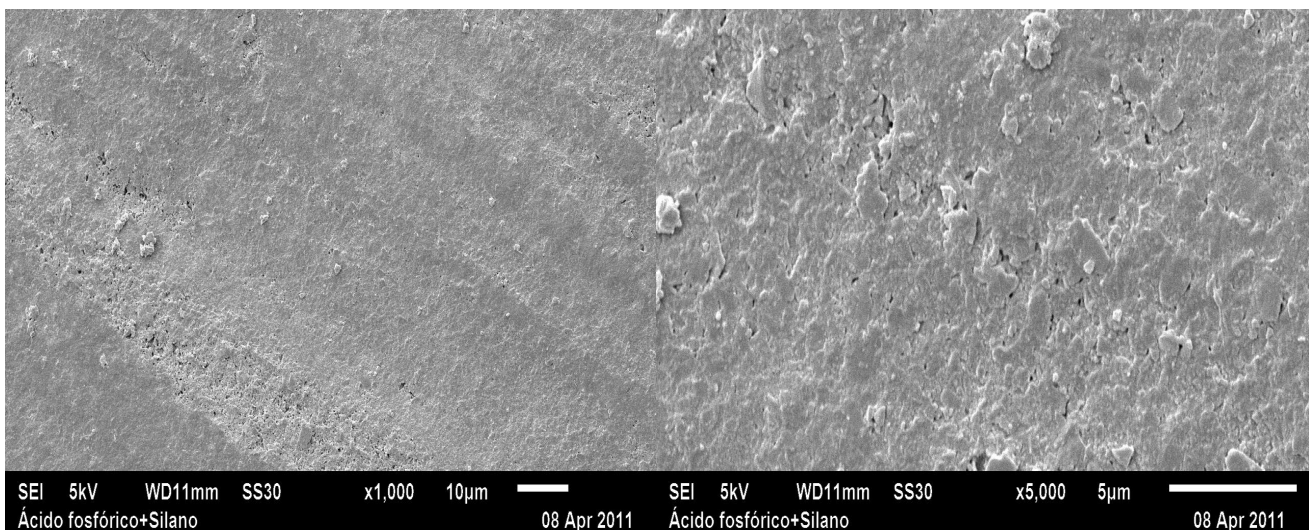
Figura 10. A - MEV do grupo Controle (x1000; x5000).



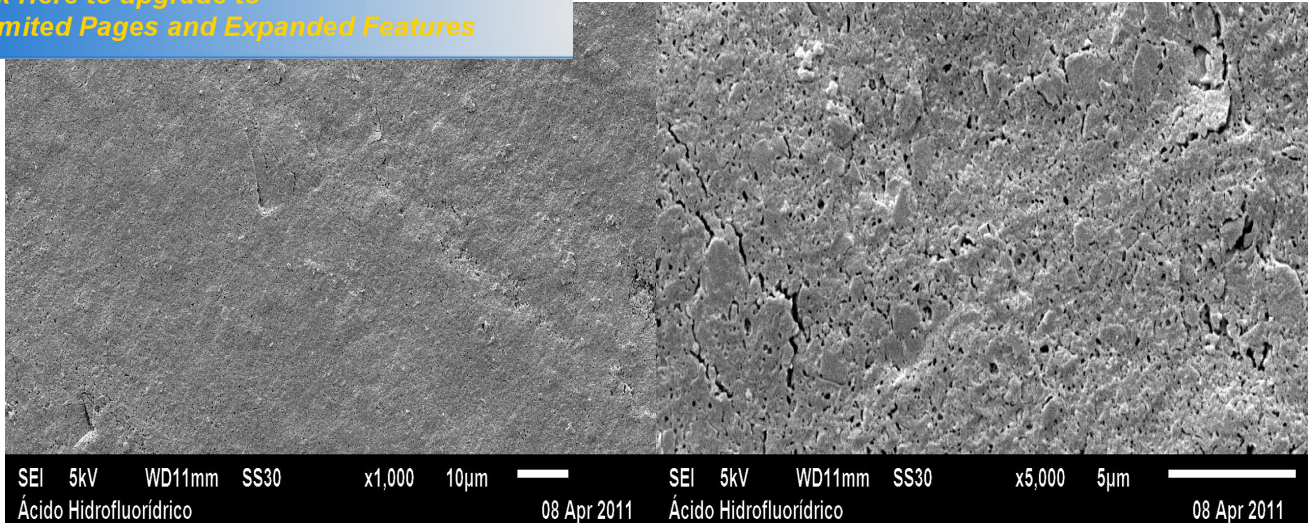
**Figura 10. B** ó MEV do grupo Silano (x 1000; x5000).



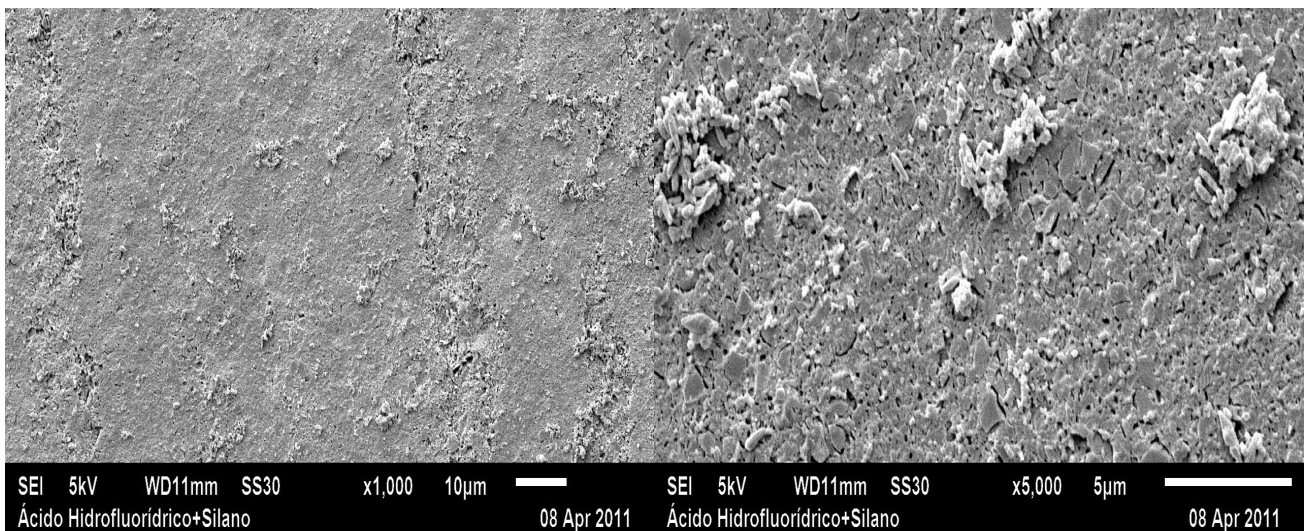
**Figura 10. C** - MEV do grupo Ácido fosfórico (x 1000; x5000).



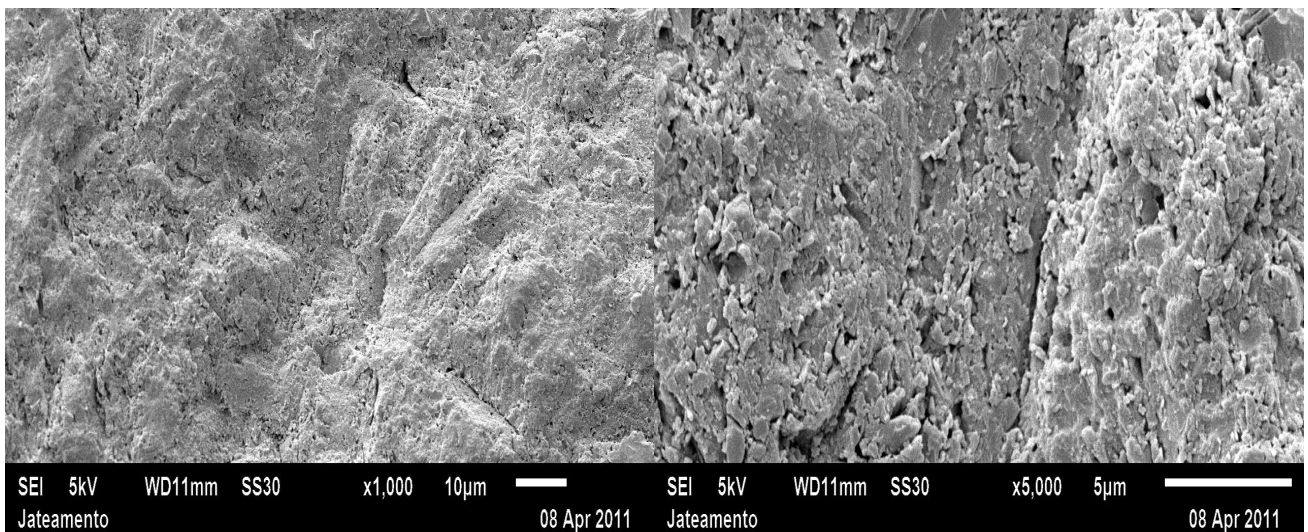
**Figura 10. D** - MEV do grupo Ácido fosfórico + Silano (x 1000; x5000).



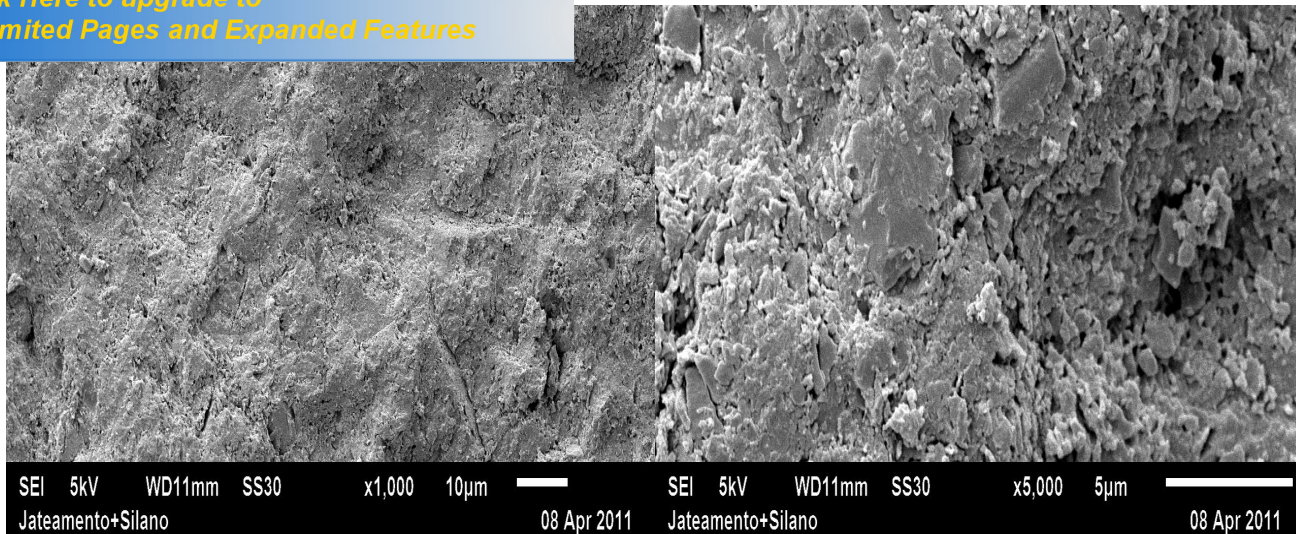
**Figura 10. E** - MEV do grupo Ácido hidrofluorídrico (x 1000; x5000).



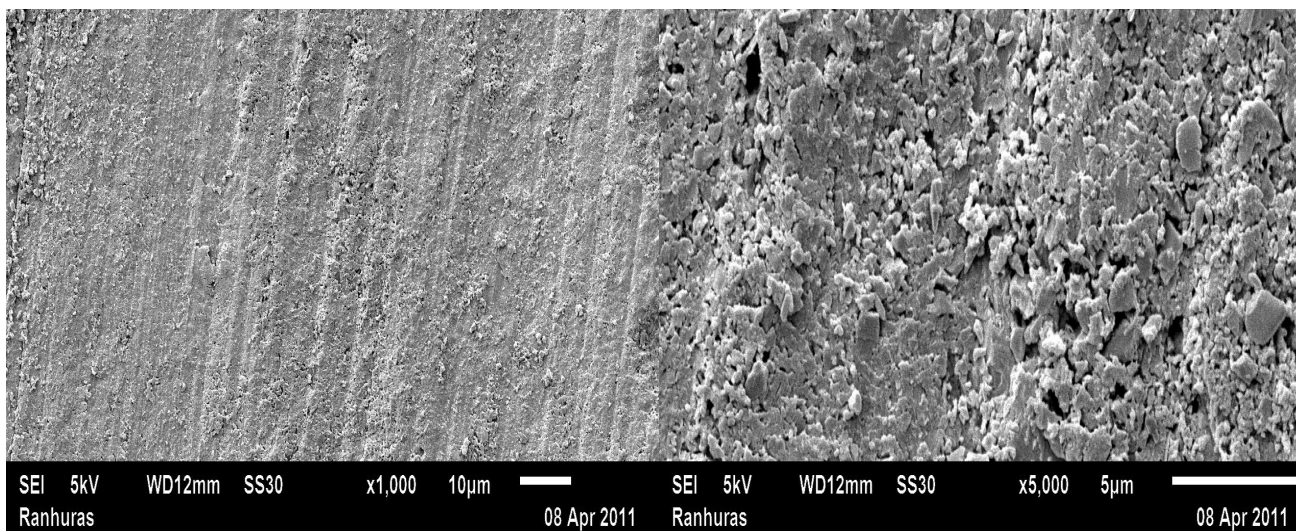
**Figura 10. F** - MEV do grupo Ácido hidrofluorídrico + Silano (x 1000; x5000).



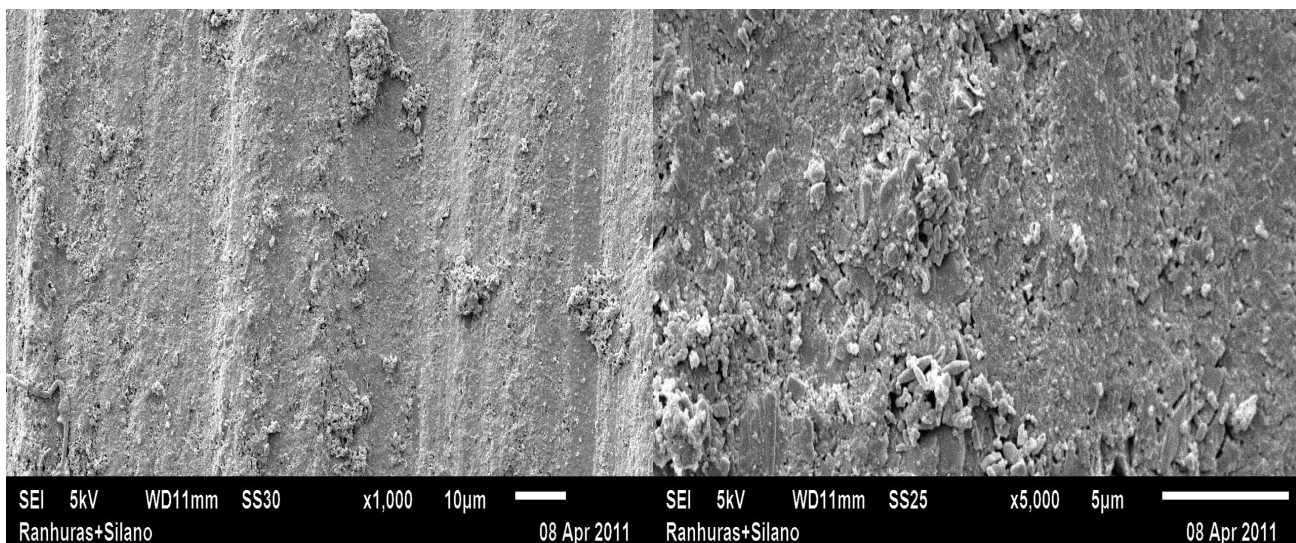
**Figura 10. G** ó MEV do grupo Jateamento (x 1000; x5000).



**Figura 10. H** - MEV do grupo Jateamento + Silano (x 1000; x5000).



**Figura 10. I** - MEV do grupo Ranhuras (x 1000; x5000).



**Figura 10. J** - MEV do grupo Ranhuras + Silano (x 1000; x5000).

- Os resultados deste estudo suportam a importância da realização de tratamentos superficiais para a retenção micromecânica em reparo de resinas compostas a base de silorano.
- Os tratamentos superficiais jateamento + silano (JSi) e ácido hidrofluorídrico + silano (AhSi) apresentaram os maiores valores resistência de união.
- O emprego de ranhuras (R) resultou nos piores resultados.
- Como não há diferença significativa entre o adesivo aplicado, mas há diferença entre o tratamento e a resina usada, deve-se escolher a interação tratamento-resina que obteve melhor resultado.
- Os melhores resultados foram obtidos com o reparo feito com a resina P90 em relação a resina Z350 XT.



Your complimentary  
use period has ended.  
Thank you for using  
PDF Complete.

[Click Here to upgrade to  
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

## 7- PUBLICAÇÃO

---

Título da publicação:

**INFLUENCE OF SURFACE TREATMENT ON BOND STRENGTH OF REPAIR  
RESIN-BASED SILORANE: ANALYSIS AFTER AGING**

Formatação do artigo segundo as normas da revista **Operative Dentistry**

**RESIN-BASED SIJORANE: ANALYSIS AFTER AGING**

Raphaella Mendes Guimarães<sup>1</sup>, Renata Espíndola Silveira<sup>2</sup>, Fernanda Ribeiro Santana<sup>3</sup>, Francine do Couto Lima Moreira<sup>3</sup>, Carlos Estrela<sup>4</sup>, Erica Miranda Torres<sup>5</sup>, Rodrigo Borges Fonseca<sup>5</sup>, Lawrence Gonzaga Lopes<sup>5</sup>, João Batista de Souza<sup>5</sup>

1 DDS, Department of Prevention and Oral Rehabilitation, School of Dentistry, Federal University of Goiás, Goiânia-GO, Brazil.

2 Graduate student, School of Dentistry, Federal University of Goiás, Goiânia-GO, Brazil

3 DDS, MS, Department of Prevention and Oral Rehabilitation, School of Dentistry, Federal University of Goiás, Goiânia-GO, Brazil

4 DDS, MS, PhD, Department of Oral Science, School of Dentistry, Federal University of Goiás, Goiânia-GO, Brazil.

5 DDS, MS, PhD, Department of Prevention and Oral Rehabilitation, School of Dentistry, Federal University of Goiás, Goiânia-GO, Brazil.

**Running title:** Bond strength of repair resin-based silorane

**Corresponding author:**

Dr. Lawrence G. Lopes

Department of Prevention and Oral Rehabilitation

School of Dentistry, Federal University of Goiás

*Praça Universitária, s/n, Faculdade de Odontologia, Setor Universitário, Goiânia-GO, 74605220. Tel: 55 62 3209 6050, Fax: 55 62 3521 1882*

**e-mail:** drlawrenceg@yahoo.com.br

Objectives: to evaluate the influence of different surface treatments on bond strength of repair resin-based silorane through microtensile test.

Methods & materials: 160 silorane blocks were randomly distributed among 40 experimental groups ( $n=4$ ) resulting from three factors under study: surface treatment, adhesive system and resin used to repair. The blocks were stored for nine days in deionized water at  $37^{\circ}\text{C}$  prior to surface treatment and repair. Repair was performed, after the use of a bonding agent: (Ad 1) Silorane bond or (Ad 2) Adper Scotchbond, with Filtek P90 (P90) or Filtek Z350 XT (Z350 XT) on one of the 10 treatment protocols: control (C), silane (Si), phosphoric acid (Pa), Pa + Si (PaSi), hydrofluoric acid (Ha), Ha + Si (HaSi), sandblasting (S), S + Si (SSi), diamond bur (Db), Db + Si (DbSi). Blocks were sectioned into beams and after age by storage for six months, subjected to microtensile testing and subsequent analysis in a stereoscope to define failure types. Additionally, 10 blocks of Filtek P90 composite resin were made for surface analysis by SEM, after completion of surface treatment. Statistical analysis (Mann-Whitney, Kruskal-Wallis and Dunn tests,  $\alpha=0.05$ ) was performed.

Results: The values were statistically influenced by the type of resin ( $p<0.001$ ) and by the surface treatment ( $p<0.0001$ ), but not by the bonding agent ( $p=0,940$ ). SSi, Ha and HaSi produced higher bond strength values and there was no differences between them. Db showed the worst values and the composite resin P90 generated higher values than Z350 XT to repair silorane surfaces.

## **CLINICAL RELEVANCE**

Silorane can be repaired with either hydrofluoric acid + silane or sandblasting with aluminum oxide + silane in combination with a silorane bond or Adper Scotchbond, and is recommended the use of silorane composite as the repairer material.

The durability of resin-dentin bonds is of vital importance if resin composites are to be successfully used as esthetic restorations over long time periods<sup>7</sup>. The polymerization shrinkage and the related polymerization stress contribute to reduce this durability with different clinical challenges such as reduced marginal integrity and post-operative sensitivity<sup>8</sup>. Imperfect margins result in marginal staining and eventually secondary caries, and represent the most important reason for the replacement of existing insufficient composite fillings<sup>8</sup>. In these cases, total replacement may neither be necessary nor desirable<sup>9,10</sup>. Hence, addition of a new layer of composite onto an existing, already polymerized composite is often preferable<sup>10</sup>.

Defective composite resin restorations do not necessarily require complete removal. According to the minimally invasive restorative concept<sup>11</sup>, repair may be considered the indicated treatment if one or more of the following factor exist: discoloration of the restoration, small cavity spots along the margins, inadequate contour, marginal irregularities, cracks and fractures, and if the complete removal of large restorations would be harmful to the tooth's health<sup>11</sup>. Repair makes it possible to preserve dental structure, reduce potential harmful effects on the pulp, and lower costs<sup>1,12</sup>.

Silorane based composite resins with supposedly superior characteristics, have recently been introduced to reduce polymerization shrinkage. This new cationic ring opening monomer system have been investigated with the target profile of a biocompatible composite<sup>14</sup>, low shrinking<sup>15</sup> with highly reactive and that withstands the aggressive environment of the oral situation<sup>8</sup>.

However, the repair properties of silorane based composites have not been investigated widely in previous studies<sup>23</sup> due to their relative short existence on dental market. So, the aim of this study was to evaluate the influence of different surface treatments on bond strength of repair resin-based silorane through microtensile test. The null hypothesis to be tested was that surface treatment, adhesive system and the composite resin employed influence the repair bond strength.

### *Specimens preparation*

The materials used in this study are listed in Table 1 and 2.

One hundred and sixty blocks of a silorane resin composite, shade A2, were made using a silicone mold. Resin composite blocks (length: 4mm; width: 6mm; height: 4mm) were built in 2 increments, each light cured for 20s using an LED polymerization light (Ultra Blue IS 600 mw, batch n. 6411, DMC Equipments Ltda). Light intensity was  $600\text{mW}/\text{cm}^2$  and periodically checked, using a dental curing radiometer after every 10 specimens (Demetron Research Corp), to ensure that the light output remained within the recommended limits at all times.

During final photo-polymerization, the top surface layer was covered with mylar strip and glass plate pressed together in order to create a flat and smooth surface and to remove excess material.

The block was removed from the silicone mold and the surface conditioning side was cured for 40 seconds. A color pen was used to discriminate the opposite surface.

The surfaces of all specimens were wet-polished with abrasive paper (600 grit).

The blocks were stored for 9 days in 37 C deionized water<sup>2</sup>. After storage the blocks were randomly assigned to one of the surface conditioning methods.

### *Surface conditioning methods*

The blocks were randomly divided into ten groups of 16 blocks each. Surface treatments, procedures and group symbols are summarized in Table 3.

After the surface treatments the blocks were randomly assigned into two subgroups of 8 specimens each and subjected to a different bonding agent: (Ad 1) Silorane bond or (Ad 2) Adper Scotchbond Multipurpose Adhesive.

Both adhesive systems were applied using a micro-brush in a thin layer on the aged and treated composite surfaces according to the manufacturers' directions.

### *Repair composite application*

Following the bonding application, a new silicone mold was manufactured (length: 8mm; width: 6mm; height: 4mm). The treated composite block was placed on the mold and repair was built in 2 increments, each light cured for 20s using an LED polymerization light.

T (Z350 XT), shade A3, was used to repair. The first increment filled the adhesive interface, the last one completed the mold and the top surface layer was covered with a mylar strip and glass plate. The block was then carefully removed from the mold and another exposure for 40 seconds was applied to the specimen to ensure adequate polymerization of the material.

Different shades were intentionally chosen for the ÷aged resinø and for the ÷repairing materialø to facilitate orientation of the ÷repairing interfaceø during microtensile bond strength evaluation<sup>9</sup>.

After repair procedures, the resin composite blocks were stored 24 hours in 37 C deionized water<sup>1</sup>.

#### *Microtensile Bond Strength Test*

After storage period, each repaired composite block was mounted on a slow-speed cutting machine (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) that was equipped with a water-cooled diamond blade. The specimens were vertically serially sectioned at 1-mm thickness intervals. Then a second section was made perpendicular to the bonded interface to make beams with a cross-sectional area of 1-mm<sup>2</sup>.<sup>24</sup> Each beam was stored individually for the 6 months aging process<sup>25</sup>.

After age by storage, the cross-sectional area of the specimens was measured with a digital caliper prior to testing<sup>1</sup>.

The specimens were affixed to a special apparatus with cyanoacrylate based glue (Super bond gel and catalyst, Loctite, SP, Brasil), with the adhesion area placed perpendicular to the load traction long axis. Then, they were loaded until fracture using a universal testing machine EMIC 2000DL (São José dos Pinhais, PR, Brasil) at a crosshead speed of 0,5mm/min<sup>26</sup>.

At the moment of fracture, force application was stopped and the data collected for statistical analysis. The final bond strength values were calculated dividing the rupture load values in Newton (N) by the cross-sectional area (in mm<sup>2</sup>) of the beams obtained, being expressed in MPa<sup>7</sup>.

After the tensile bond strength test the fractured surfaces were evaluated using a stereoscope (Bel Equipments Ltda; batch n. 00641425, Piracicaba, SP, Brasil) at 40× magnification to classify failure types: adhesive (A) in the interface of the composites, cohesive (C) in either the substrate or the repair composite, and mixed (M)<sup>7</sup>.

Ten additional silorane resin composite blocks were made and treated using each of the protocols described. Surfaces were first sputter coated with gold in a Denton Vacuum Desk V (Denton Vacuum Inc., NJ, USA) (MED 010; Bal-Tec AG, Balzers, Liechtenstein) prior to examination. The surface topography was evaluated under a scanning electron microscope (SEM) (Jeol, JSM 6610) using secondary electron (SEI).

#### *Statistical analysis*

The data were organized into a database for statistical analysis with SPSS 17.0 for Windows (SPSS Inc., Chicago, IL, USA) and GraphPad InStat 3.0 for Windows (GraphPad Software Inc., La Jolla, CA, USA). The Kolmogorov-Smirnov test was used to verify the sampling distribution of data. As many data sets showed non-normal distribution, it was decided by the nonparametric Mann-Whitney test for comparisons between resins and adhesives and Kruskal-Wallis test with Dunn's complement to compare treatments and resin-adhesive interactions, treatment-adhesive and treatment- resin, with a significance level ( ) of 0.05 in all analysis.

Surface treatments, adhesives and resins bond strength values (MPa), and results for failure type are shown in Table 4. Significant difference ( $p < 0,05$ ) was shown between sandblasting + silane, hydrofluoric acid and hydrofluoric acid + silane, treatments with higher bond strength values, and control, phosphoric acid and diamond bur, the worst outcomes.

There was no difference for adhesives ( $p = 0,940$ ) and for resins, there was a significant difference ( $p < 0,001$ ). The best values were found with P90, with no difference in the adhesive used. The adhesive-resin interactions that significantly differentiated ( $p < 0,001$ ) from each other were while the resin was changed, (Ad 1) + (P90) differentiated with (Ad 1) + (Z350 XT) and with (Ad 2) + (Z350 XT); and (Ad 2) + (P90) differentiated with (Ad 1) + (Z350 XT) and with (Ad 2) + (Z350 XT).

In treatment-adhesive interactions, every difference ( $p < 0,05$ ) evolved SSi, HaSi, Ha or Db. Interactions that had better results were (HaSi) + (Ad 2), followed by (Ha) + (Ad 2) and (SSi) + (Ad 2) and there was no difference between them. And those who had the worst results were (PaSi) + (Ad 2), (Db) + (Ad 1), (DbSi) + (Ad 2), and (Db) + (Ad 2), and no significant difference. Among interactions which treatment was the same and only adhesive changed, there was no significant difference.

Comparing treatment-resin interactions, every difference ( $p < 0,05$ ) involved the resin, except for SSi, HaSi, Ha or Db. When the same treatment was applied and only resin changed, the best results were obtained with resin P90 over Z350 XT. While resin was the same and treatments were different, the lower bond strength value, either for P90 or for Z350 XT, was with Db (Diamond bur), which significantly differentiated from the higher values, achieved with SSi (sandblasting + silane), HaSi (hydrofluoric acid + silane) and Ha (hydrofluoric acid).

The hypotheses of this study were partially accepted. Repair bond strength was influenced by surface treatment and composite resin, but not by the adhesive system employed.

Clinically, bonding between two composite layers is achieved in presence of an oxygen-inhibited layer<sup>29</sup>. However, aged restorations do not contain an oxygen-inhibited layer<sup>3</sup> and might have inferior mechanical properties that could adversely affect the bond between old and newly added materials<sup>30</sup>. Thus, aging the restoration is an important factor in composite repairs<sup>31</sup>.

To Tezvergil-Mutluay et al. 2008<sup>32</sup> ring-opening reaction of silorane is a cationic polymerization reaction where no oxygen inhibition exists on the polymerized surface and bond between the successive layers depends only on the reactivity of the composite material<sup>32</sup>. In contrast, Shawkat et al. 2009<sup>33</sup>, studied that, in silorane polymerization reaction are created two radicals: the cationic and the free radical. The generation of free radicals are a consequence of the need for curing regimes in the visible light spectrum and presumably to achieve suitable adhesion to the bonding layer. Consequently, oxygen may react with these radicals and result in an inhibited layer, although at a significantly reduced thickness compared with the dimethacrylate-based composite resin where radical concentration is most likely to be greater<sup>33</sup>. Although the formation of oxygen inhibited layer, it was assumed that incremental bond strength is not wholly reliant on surface inhibition since no differences in bond strength following immediate placement were observed between air and the nitrogen atmosphere<sup>33</sup>. The study of Shawkat 2009<sup>33</sup> concurs with Su 2004<sup>34</sup>, which investigated and concluded that composites bond even in the absence of an oxygen-inhibited layer<sup>34</sup>.

Improving the interfacial bond strength values of composite resin repair procedures usually requires chemical/mechanical treatment and coating of old surface composite with bonding agents to promote mechanical interlocking and to advance surface wetting and chemical bonding<sup>13,35,36</sup>.

For silorane increments, Shawkat et al. 2009<sup>33</sup>, showed that in air following 30 days post-cure the bond strength presented a greater decreased than dimethacrylate-based composite resin, which may be a consequence of decreased radical concentration associated with the cationic polymerization mechanism. And also concluded that the decreased incremental bond strength to aged silorane restorations may not be clinically relevant, since a repair procedure involving surface roughening of the existing material and application of an

administered prior to repair with any new layer of resin composite<sup>33</sup>.

In the present study, the most effective procedure for enhancing the  $\mu$ TBS of the repair silorane-based composite specimens were hydrofluoric acid etching, hydrofluoric acid etching plus silane and sandblasting plus silane, whereas the lowest values were obtained with control, phosphoric acid etching and diamond bur.

The higher  $\mu$ TBS values for hydrofluoric acid etching and sandblasting can be associated with the surface roughness that these procedures promoted. As seen in SEM photomicrographs of this study, sandblasting (Fig.3 G-H) gave a roughness surface (showing regions of peaks, valleys, depressions, orifices and microcracks) and, consequently, more area for micromechanical retention compared with other treatments. Hydrofluoric acid (Fig. 3 E-F) promoted a rougher surface with an increased porosity, that may be explained because HF acts by dissolving the glass particles<sup>2,28</sup> (QUARTZ) of the filling, leaving gaps or pores that could allow micromechanical retention by the bonding agent.

Silane (Fig. 3 B) did not significantly change the morphological pattern of the composite surface characteristics compared with control (Fig. 3 A). These treatments promoted relatively smooth surfaces. This can explain the lower bond strength values of silane and control, which agrees with findings by Fawzy et al. 2008<sup>30</sup>. However, an increase in bond strength was found when silane was aided to the surface treatments, in comparison with the treatments alone. This finding is in agreement with other studies, in which it is reported that silane should increase the bond strength<sup>27,30</sup>.

Interestingly, hydrofluoric acid etching showed higher microtensile bond strength than hydrofluoric acid etching plus silane. However, while failure type was analyzed, hydrofluoric acid etching yielded more adhesive failures, 80%, whereas hydrofluoric acid etching plus silane yielded 54% and cohesive failures was 33%. This type of failure probably indicates that the bond strength at the joint interface, for hydrofluoric acid etching plus silane, exceeded cohesive strength of the composite substrate.

HF etching is an effective surface treatment for bonding, but the risk for soft tissue burns necessitates extreme care during intraoral application<sup>28</sup>.

Sandblasting plus silane promoted the highest  $\mu$ TBS, the adhesive failure was 63% and the cohesive was 27%. This type of failure can indicate that the bond at the interface was even higher and confirms that, for repair silorane-based composite resin, sandblasting plus silane achieved more effective microtensile bond strength than the other surface treatments tested.

studies that employed repair in methacrylate-based resin<sup>2,13,28,36,37,38,39</sup> or silorane based composite resin<sup>23</sup>.

Phosphoric acid surface treatment before repair usually removes debris and grinding dust<sup>35</sup>. In this study, phosphoric acid in silorane based composite resin probably acted removing the organic matrix, promoting the protrusion and exposure of the filling and leaving a roughness surface that can be observed in SEM (Fig. 3 C-D). However, this roughness did not favor the  $\mu$ TBS. These results are consistent with the findings of other studies<sup>28,35,37</sup>. The use of the adhesive alone might not be able to react chemically with the exposed fillers and the repair bond strength relied only on the mechanical interlocking with the repair surface<sup>30</sup>. The application of silane primer could enhance the chemical bonding with the exposed fillers on the surface in addition to the mechanical bonding<sup>30</sup>. This could explain why the bond strength was improved in the treatment phosphoric acid plus silane.

Diamond bur promoted the lowest  $\mu$ TBS with 82% of adhesive failures. This could be explained by the morphological features. In SEM, Db (Fig. 3 I-J) promoted the formation of smeared debris and grinding dust, this type of surface treatment was not helpful to improve bond strength. The formation of smear debris might have interfered with the proper penetration of the adhesive monomers into the underlying layer<sup>30</sup>. Other studies confirm this result<sup>2,30,36,38</sup>. On the other hand, the use of silane primer, before the application of the adhesive, on surfaces treated with diamond bur (DbSi), improved the repair bond strength. This might be due to silane primer being capable to form chemical bonds with smeared grinding debris<sup>30</sup>.

This study used two bonding agents as intermediate materials, silorane bond or Adper Scotchbond. There was no significant difference in  $\mu$ TBS between bonding agent, both can be used to repair silorane-based composite resin, irrespective of the surface texture created by different surface treatments and the resin used to repair. Boyer et al 1984<sup>40</sup> and Shahdad 1998<sup>41</sup> also confirms the recommendation that a bonding agent should be used for composite repairs. The explanation may lie in the capacities of the bonding agents to wet the substrate, penetrate the organic phase of the composite<sup>37</sup> and produce an unpolymerized layer at the surface<sup>28</sup>.

Silorane bond is based on methacrylate chemistry with phosphate groups. The possible reaction of the phosphate group (adhesive) with oxirane (P90) and the acrylate group (adhesive) with dimethacrylate (Z350 XT) might be the reason for increased bond strength<sup>32</sup> obtained in repairs of silorane-based composite with Filtek Z350 XT. This result agrees with

the application of the silorane bonding agent resulted in higher bond strength in silorane based composite repairs. One possible explanation for the bond strength of a dimethacrylate-based bond be similar with a silorane bond could be that the hydrophobic bonding agent, Adper Scotchbond, applied directly to the hydrophobic silorane-based resin, permitted a better flow and wetting, which favored the bond strength values. This adhesive system in the study of Tezvergil 2008<sup>32</sup> slightly increased the bond strength in repair of the silorane composite with a dimethacrylate- based composite while compared with the use of a silorane bond that significantly increased the bond strength. The manufacturer of the resin composite Filtek P90 emphasized that conventional adhesive can be used to bond methacrylate with silorane resin.

To repair a silorane-based composite resin, the highest bond strength value was obtained with the use of Filtek P90 compared with Filtek Z350 XT. Tezvergil 2008<sup>32</sup> showed that siloraneósilorane composite resin presented higher bond strengths values than siloraneó dimethacrylate groups. This agrees with Moser 2009<sup>42</sup>, that concluded that if the filling and the repair were made out of the same material, siloranes performed well, however, repairing siloranes with methacrylates showed lower strength values<sup>42</sup>.

According to results of this study, it can be suggested that for repair a silorane based composite resin, it is necessary surface treatment and it is advisable the use of hydrofluoric acid + silane or sandblasting with aluminum oxide + silane; the application of the silorane bond or Adper Scotchbond; and the use of silorane composite as the repairer material.

- The findings of the present study strongly support the importance of a surface treatment for micromechanical retention in repair of a resin-based silorane.
- The surface treatments sandblasting + silane (SSi) and hydrofluoric acid etching + silane (AhSi) showed the highest bond strength.
- The use of diamond bur (Db) resulted in the worst outcomes.
- Since there is no significant difference between the adhesive applied, but there was between treatment and resin used, it must be chosen the interaction treatment-resin that had the best result.
- The best results were obtained with resin P (Filtek P90) over resin Z (Filtek Z350 XT).

osites employed according to the manufacturers.

Composite	Organic Matrix	Filler	Manufacture	Batch number
Filtek P90: Shade A2 Shade A3	Silorane	Quartz and yttrium fluoride	3M-ESPE, St. Paul, MN, USA	175795 130928
Filtek Z350 XT: Shade A3	UDMA, Bis-EMA, Bis-GMA, TEGDMA e PEGDMA	Zirconia, silica and clusters of zirconia/silica	3M-ESPE, St. Paul, MN, USA	182351

Table 2 6 Materials used in this study.

Material	Manufacture	Batch number
RelyX Ceramic Primer	3M-ESPE, St. Paul, MN, USA	9YY
Phosphoric acid 37%	FGM, Joinville, SC, Brazil	200410
Hydrofluoric acid 10%	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brazil	329936C
Aluminum oxide particles - 50µm	Bioart, São Carlos, SP, Brazil	0425
Silorane System Adhesive Bond	3M-ESPE, St. Paul, MN, USA	139734
Adper Scotchbond Multipurpose Adhesive	3M-ESPE, St. Paul, MN, USA	180859

tures and repaired groupø symbols.

Surface treatment	Procedures	Groupø symbols
Control	No surface treatment	C
Silane	Silane was applied for 1 min according to the manufacturer instruction.	Si
37% Phosphoric acid	37% phosphoric acid etching was applied for 30s, rinsed for 60s and then air dried.	Pa
37% Phosphoric acid + Silane	Acid etch and silane were applied as described in Pa and Si, respectively.	PaSi
10% Hydrofluoric acid	10% hydrofluoric acid etching was applied for 2 minutes, rinsed for 60s and then air dried.	Ha
10% hydrofluoric acid + Silane	Acid etch and silane were applied as described in Ha and Si, respectively.	HaSi
Sandblasting	sandblasting with 50µm aluminum oxide particles(Microetcher ERC Intraoral Sandblaster, Dainville Engineering, Innovate Dental Products), using the following parameters: 90° angle, distance of 10mm from the treating surface and application time of 20s <sup>2</sup>	S
Sandblasting + Silane	Sandblasting and silane were applied as described in S and Si, respectively.	SSi
Diamond Bur	Grinding with a diamond bur (n. 3100, KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) in one direction	Db
Diamond Bur + Silane	Diamond bur and silane were applied as described in Db and Si, respectively.	DbSi

treatments, adhesives, resins and failure type analysis.

Groups	Median (MPa)	Minimum (MPa)	Maximum (MPa)	Failure type analysis		
				Adhesive	Cohesive	Mixed
<b>C</b>	24,9	8,23	58,24	85%	9%	6%
<b>Si</b>	25,66	7,64	62,03	72%	27%	1%
<b>Pa</b>	24,78	8,27	58,68	83%	11%	6%
<b>PaSi</b>	26,07	7,42	54,84	78%	15%	7%
<b>Ha</b>	30,82	8,33	61,5	80%	18%	2%
<b>HaSi</b>	29,88	9,68	69,4	54%	33%	13%
<b>S</b>	27,28	7,21	53,16	64%	27%	9%
<b>SSi</b>	31,23	8,55	62,61	63%	27%	10%
<b>Db</b>	21,1	7,55	46,45	82%	13%	5%
<b>DbSi</b>	24,61	7,36	59,52	81%	7%	12%
<b>Ad 1</b>	26,8	7,43	62,03	72%	20%	8%
<b>Ad 2</b>	26,3	7,21	69,4	75%	18%	7%
<b>P90</b>	29,88	7,55	69,4	69%	23%	8%
<b>Z350 XT</b>	23,23	7,21	61,5	79%	14%	7%

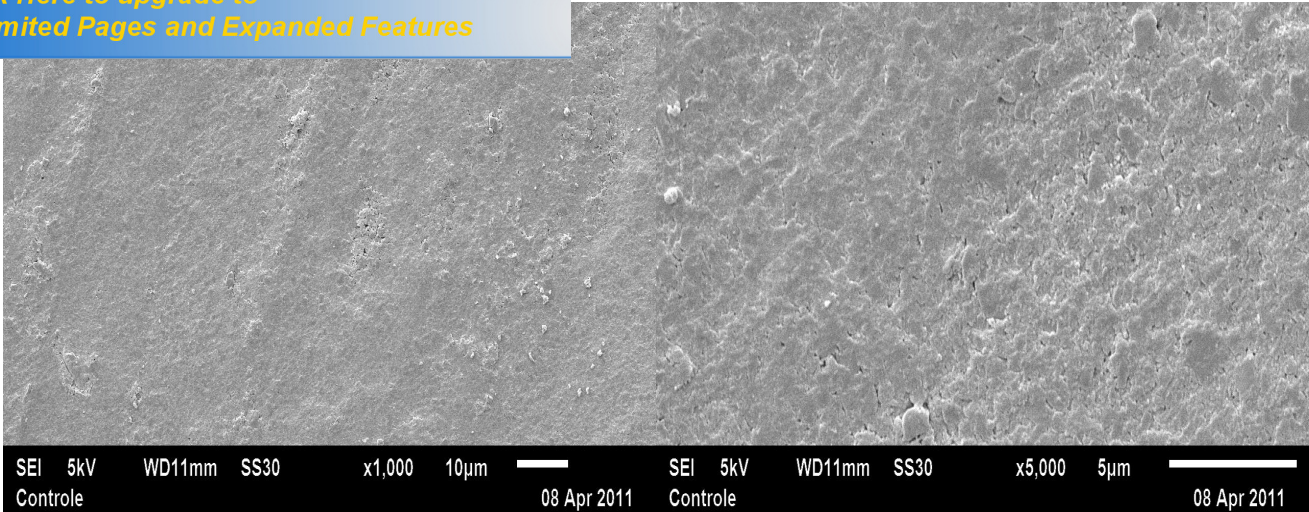


Figure 3. A - SEM of Control group (x1000; x5000).

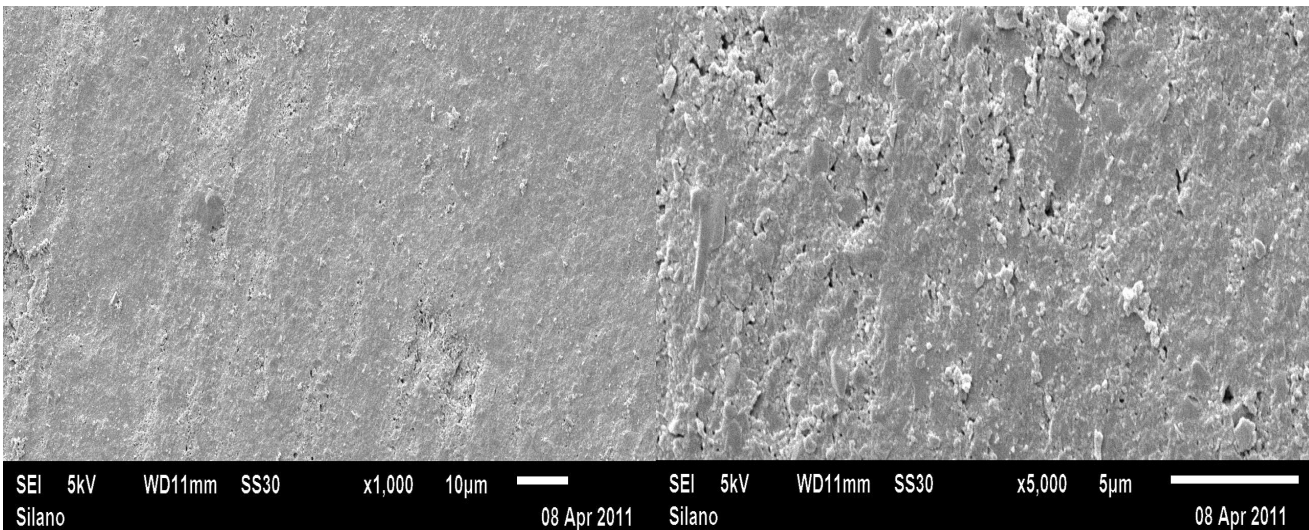


Figure 3. B ó SEM of silane group (x1000; x5000).

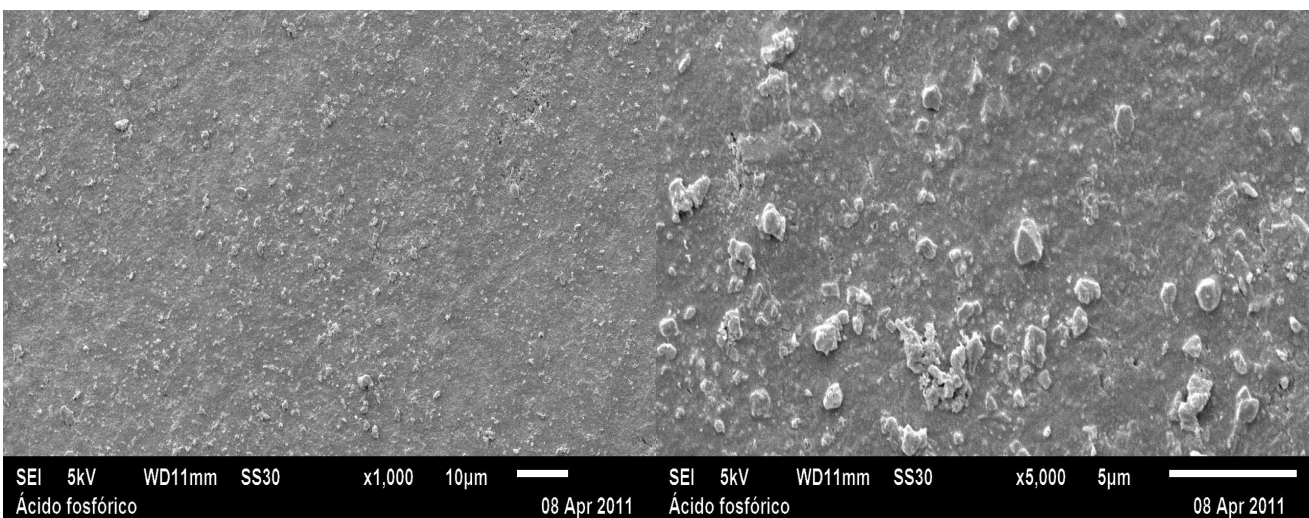
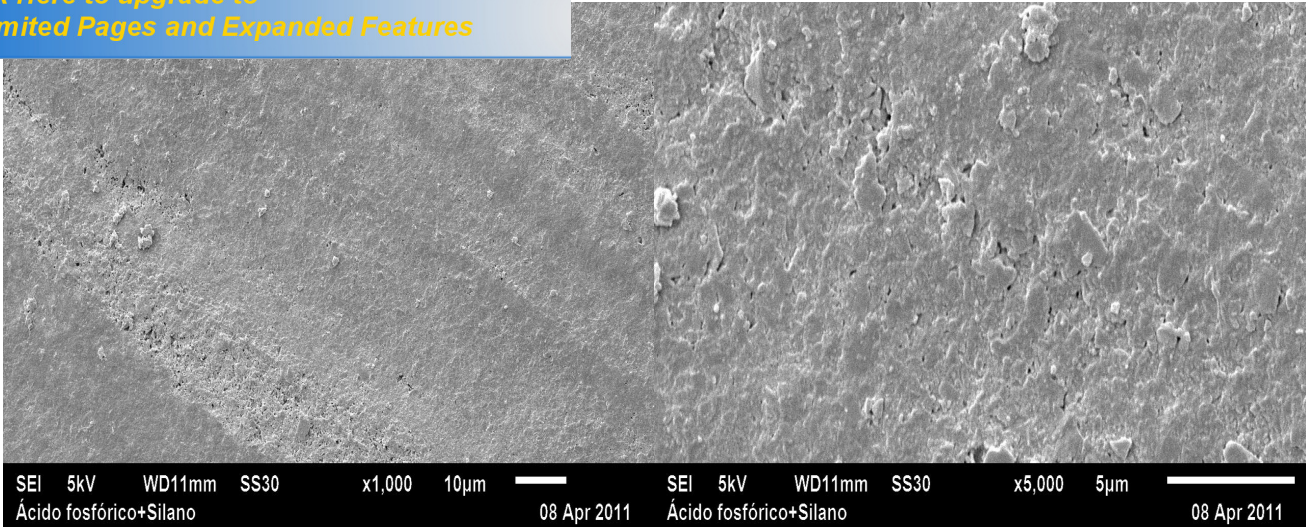
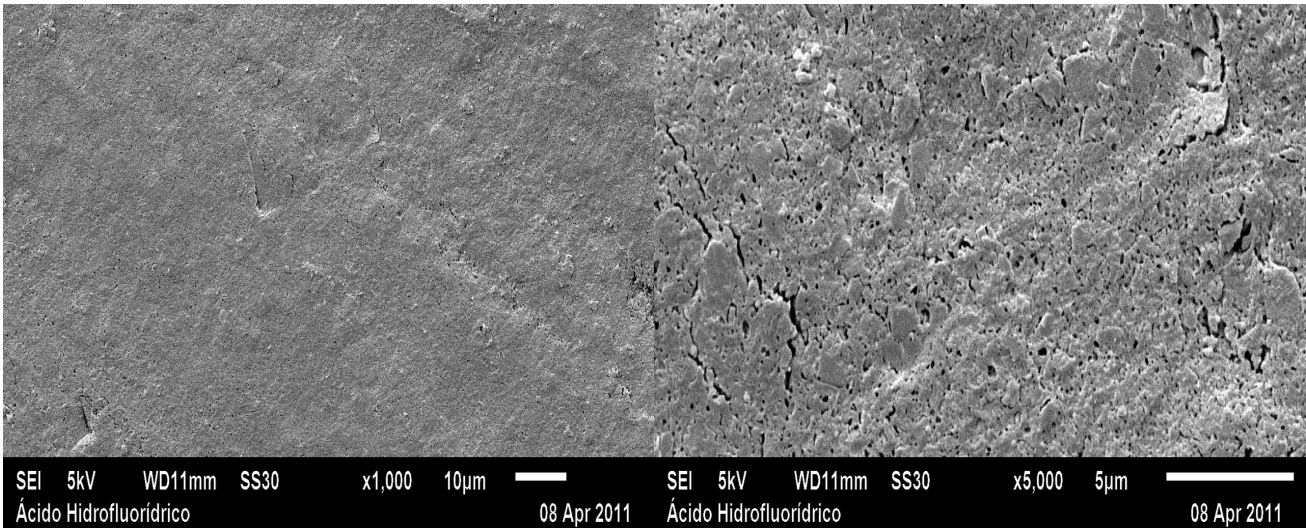


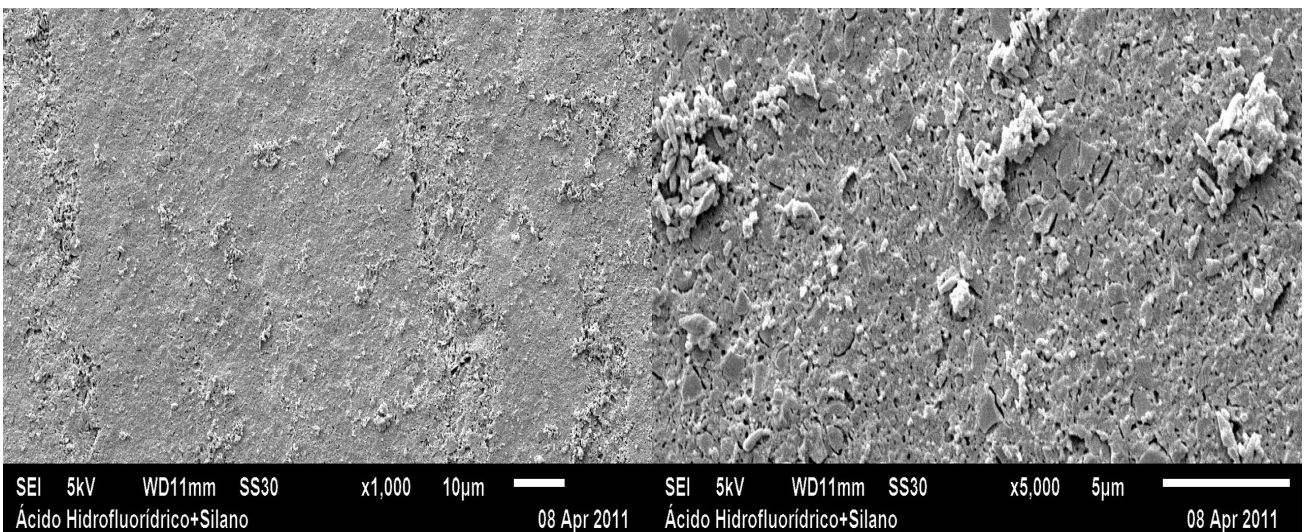
Figure 3. C ó SEM of phosphoric acid group (x1000; x5000).



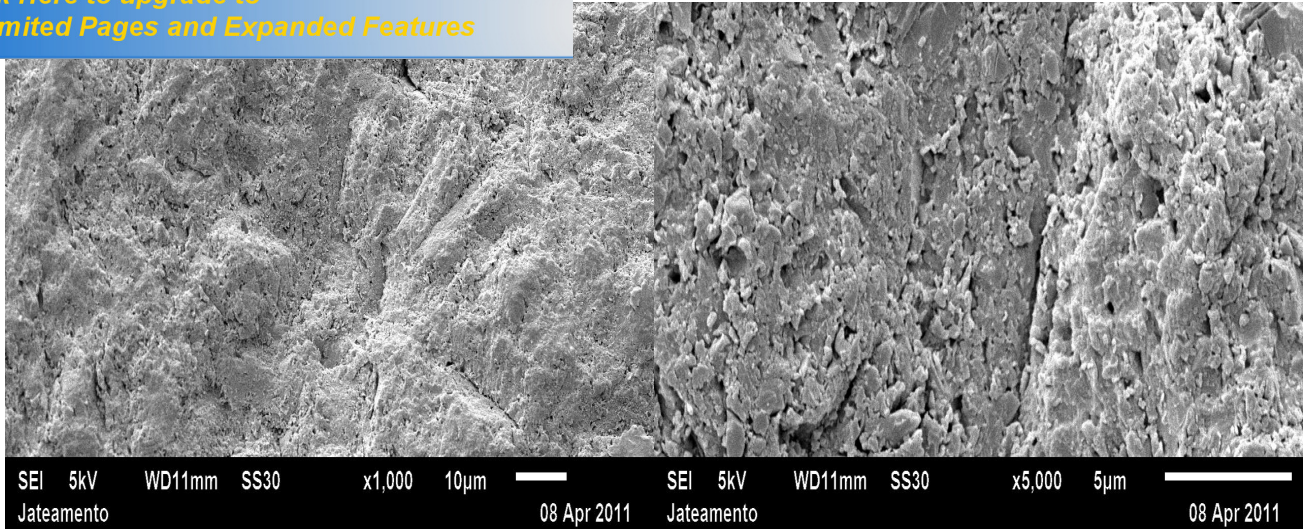
**Figure 3. D** - SEM of phosphoric acid + silane group (x1000; x5000).



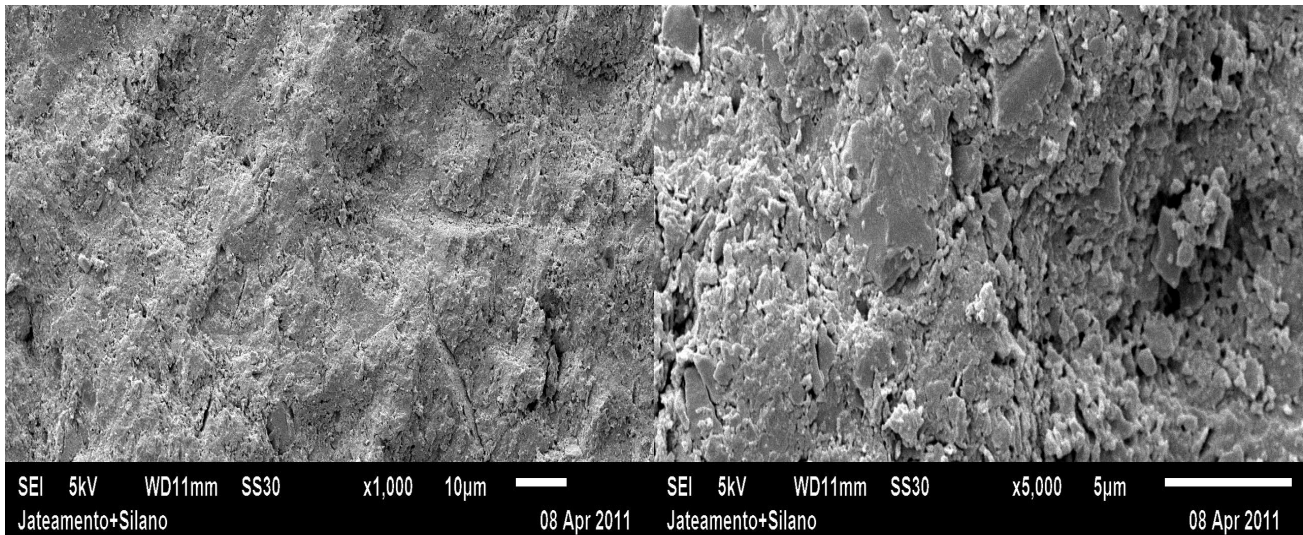
**Figure 3. E** - SEM of hydrofluoric acid group (x1000; x5000).



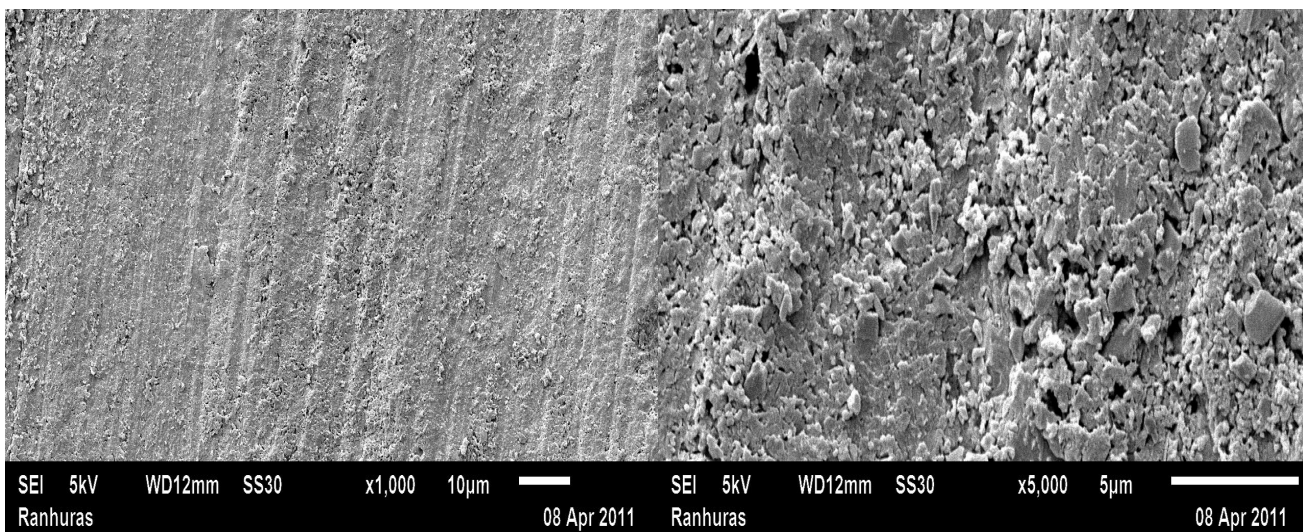
**Figure 3. F** - SEM of hydrofluoric acid + silane group (x1000; x5000).



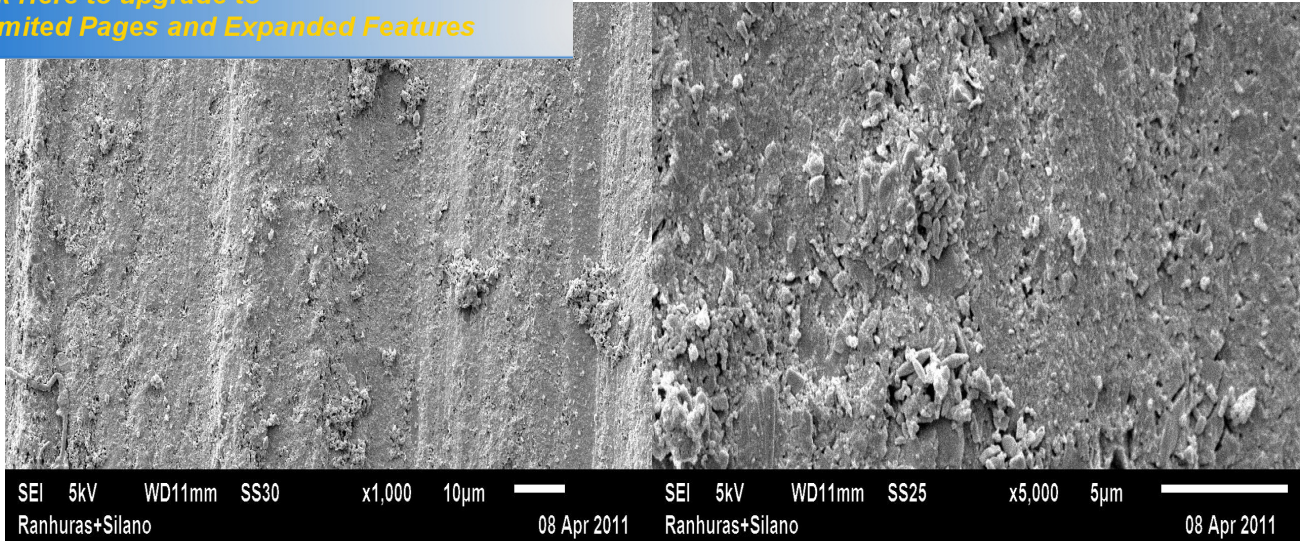
**Figure 3. G** - SEM of sandblasting group (x1000; x5000).



**Figure 3. H** - SEM of sandblasting + silane group (x1000; x5000).



**Figure 3. I** - SEM of diamond bur group (x1000; x5000).



**Figure 3. J** - SEM of diamond bur + silane group (x1000; x5000).

1. Shono, Y, Terashita M, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russell CM & Pashley DH (1999) Durability of Resin-Dentin Bonds *Journal of Adhesive Dentistry* **1** 211-218
2. Weinmann W, Thalacker C & Guggenberger R (2005) Siloranes in dental composites *Dental Materials* **21** 68674.
3. Dall'Oca S, Papacchini F, Goracci C, Cury AH, Suh BI, Tay FR, Polimeni A, Ferrari M (2007) Effect of oxygen inhibition on composite repair strength over time *Journal of biomedical materials research Part B* **81** 493698.
4. Rinastiti M, Özcan M, Siswomihardjo W & Busscher HJ (2009) Immediate repair bond strengths of microhybrid, nanohybrid and nanofilled composites after different surface treatments *Journal of Dentistry* 1-10.
5. Murdock-Kinch CA, McLeam ME (2003) Minimally invasive dentistry *Journal of the American dental association* **134** 87-95.
6. Gordan VV, Mjör IA, Blum IR & Wilson N (2003) Teaching students the repair of resin-based composite restorations. A survey of North American dental schools *Journal of American Dental Association* **134** 317-323.
7. Schweikl H, Schmalz G & Weinmann W (2004) The induction of gene mutations and micronuclei by oxiranes and siloranes in mammalian cells in vitro *Journal of Dental Research* **83(1)**17621.
8. Ilie N, Jelen E, Clementino- Luedemann T & Hickel R (2007) Low-shrinkage composite for dental application *Dental Materials* **26(2)** 1496155.
9. Lühns AK, Görmann B, Jacker-Guhr S & Geurtsen W (2011) Repairability of dental siloranes in vitro *Dental Materials* **27** 1446149.
10. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y (1999) The microtensile bond test: a review *Journal of Adhesive Dentistry* **1** 2996309.
11. Sano H, Yoshikawa T, Pereira PNR, Kanemura N, Morigamui M, Tagami J & Pashley DH (1999) Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo *Journal of Dental Research* **78** 906-911.
12. Goracci C, Sadek FT, Monticellia F, Cardoso PEC, Ferrari M (2004) Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens structural integrity and their measured bond strengths *Dental Materials* **20** 6436654.
13. Li J (1997) Effects of surface properties on bond strength between layers of newly cured dental composites *Journal of Oral Rehabilitation* **24** 358-360.
14. Fawzy AS, El-Askary FS & Amer MA (2008) Effect of surface treatments on the tensile bond strength of repaired water-aged anterior restorative micro-fine hybrid resin composite *American Journal of Dentistry* **36** 9696976.
15. Özcan M, Matinlinna JP, Vallittu PK & Huysmans MC (2004) Effect of drying time of 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane on the shear bond strength of a composite resin to silica-coated base/noble alloys *Dental Materials* **20** 5866590.
16. Tezvergil-Mutluay A, Lassila LVJ & Vallittu PK (2008) Incremental layers bonding of silorane composite: The initial bonding properties *Journal of dentistry* **36** 5606563.

- dison O & Palin WM (2009) Oxygen inhibition and incremental layer bond strengths of resin composites *Dental Materials* **25** 133861346.
18. Suh BI (2004) Oxygen-inhibited layer in adhesion dentistry *Journal of Esthetic Restorative Dentistry* **16** 3166323.
  19. Brosh T, Pilo R, Bichacho N & Blutstein R (1997) Effect of combinations of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites *Journal of Prosthetic Dentistry* **77** 122-126.
  20. Hannig C, Laubachb S, Hahnc P & Attin T (2006) Shear bond strength of repaired adhesive filling materials using different repair procedures *Journal of Adhesive Dentistry* **8** 35640.
  21. Rathke A, Tymina Y & Haller B (2009) Effect of different surface treatments on the composite-composite repair bond strength *Clinical Oral Investigations* **13(3)** 317-323.
  22. Rodrigues Junior SA, Ferracane JL & Bona AD (2009) Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials *Dental Materials* **25** 4426451.
  23. Yesilyurt C, Kusgoz A, Bayram M & Ulker M (2009) Initial Repair Bond Strength of a Nano-filled Hybrid Resin: Effect of Surface Treatments and Bonding Agents *Journal of Esthetic Restorative Dentistry* **21(4)** 251-260.
  24. Brendeke J & Ozcan M (2007) Effect of physicochemical aging conditions on the composite-composite repair bond strength *Journal of Adhesive Dentistry* **9(4)** 399-406.
  25. Lucena-Martín C, González-López S & Mondelo JMN-R (2001) The effect of various surface treatments and bonding agents on the repaired strength of heat-treated composites *Journal of Prosthetic Dentistry* **86** 481-488.
  26. Cavalcanti AN, De Lima AF, Peris AR, Mitsui FH & Marchi GM (2007) Effect of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* **19(2)** 90-99.
  27. Costa TRF, Ferreira SQ, Klein-Júnior CA, Loguercio AD & Reis A (2010) Durability of surface treatments and intermediate agents used for repair of a polished composite *Operative Dentistry* **35(2)**, 231-237.
  28. Boyer DB, Chan KC & Reinhardt JW (1984) Build-up and repair of light-cured composites: Bond strength *Journal of Dental Research* **63(10)** 1241-1244.
  29. Shahdad SA & Kennedy JG (1998) Bond strength of repaired anterior composite resins: an in vitro study *Journal of Dentistry* **26** 6856694.
  30. Moser S, Hickel R & Ilie N (2009) Are siloranes compatible with methacrylate-based composites? *Dent Mater* **25** e14615.
-

## 8- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

1. Rodrigues Junior, S.A.; Ferracane, J.L.; Della Bona, A. Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials. **Dent Mater.** v. 25, p. 442651. 2009.
2. Sano, H. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-evaluation of a microtensile bond test. **Dent Mater.** v. 10, p. 236-40. 1994.
3. Yesilyurt, C. et al. Initial Repair Bond Strength of a Nano-filled Hybrid Resin: Effect of Surface Treatments and Bonding Agents. **J Esthet Restor Dent.** v. 21, n. 4, p. 251-60. 2009.
4. Cardoso, P.C. et al. Influência do tratamento de superfície na resistência adesiva de compósito nanoparticulado. **Ciência Odontológica Brasileira.** v. 9, n. 2, p.83-8. 2006.
5. Gordan, V.V. et al. Teaching students the repair of resin-based composite restorations. A survey of North American dental schools. **J Am Dent Assoc.** v. 134, p.317-23. 2003.
6. DeGois, A.M. et al. Bond strength in composite resin repairs: preliminary results of surface treatment with different techniques. **J Oral Laser Applications.** v. 5, p. 219-24. 2005.
7. Sobreira, F.M.S. et al. Métodos de reparo em resina composta: uma revisão. **Odontologia Clínico-Científica.** v. 7, n. 2, p. 123-28. 2008.
8. Rinastiti, M. et al. Immediate repair bond strengths of microhybrid, nanohybrid and nanofilled composites after different surface treatments. **J Dent.** p. 1-10. 2009.
9. Hannig, C. et al. Shear bond strength of repaired adhesive filling materials using different repair procedures. **J Adhes Dent.** v. 8, p. 35640. 2006.
10. Brosh, T. et al. Effect of combinations of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. **J Prosthet Dent.** v. 77, p. 122-26. 1997.
11. Ozcan, M. et al. Effect of drying time of 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane on the shear bond strength of a composite resin to silica-coated base/noble alloys. **Dent Mater.** v. 20, p. 586690. 2004.
12. Rosales-Leal, J.I. et al. Dentin wetting by four adhesives systems. **Dent Mater.** v. 17, p. 526-32. 2001.
13. Shahdad, S.A.; Kennedy, J.G. Bond strength of repaired anterior composite resins: an in vitro study. **J Dent.** v. 26, p. 685694. 1998.
14. Fawzy, A.S. et al. Effect of surface treatments on the tensile bond strength of repaired water-aged anterior restorative micro-fine hybrid resin composite. **Am J Dent.** v. 36, p. 969 ó 76. 2008.

16. Weinmann, W.; Thalacker, C.; Guggenberger, R. Siloranes in dental composites. **Dent Mater.** v. 21, p.6864. 2005.
17. Miletic, V. et al. Temperature changes in silorane-, ormocer-, and dimethacrylate-based composites and pulp chamber roof during light-curing. **J Esthet Restor Dent.** v. 21, p. 122632. 2009.
18. Eick, J.D.; Smith, R.E.; Pinzino, C.S.; Kostoryz, E.L. Stability of silorane dental monomers in aqueous systems. **J Dent.** v. 34, p. 405610. 2006.
19. Eick, J.D. et al. Properties of silorane-based dental resins and composites containing a stress-reducing monomer. **Dent Mater.** v. 23, p. 1011617. 2007.
20. Ilie, N. et al. Low-shrinkage composite for dental application. **Dent Mater.** v. 26, n. 2, p. 149655. 2007.
21. Guiraldo, R.D. et al. Comparison of silorane and methacrylate-based composite resins on the curing light transmission. **Braz Dent J.** v. 2, n. 6, p. 538-42. 2010.
22. Furuse, A.Y. et al. Colour-stability and gloss-retention of silorane and dimethacrylate composites with accelerated aging. **J Dent.** v. 36, p. 945 ó 52. 2008.
23. Ilie, N.; Hickel, R. Macro-, micro- and nano-mechanical investigations on silorane and methacrylate-based composites. **Dent Mater.** v. 25, p. 810-19. 2009.
24. Palin, W.M. et al. The influence of short and medium-term water immersion on the hydrolytic stability of novel low-shrink dental composites. **Dent Mater.** v. 21, p. 8526863. 2005.
25. Schweickl, H.; Schmalz, G.; Weinmann, W. The induction of gene mutations and micronuclei by oxiranes and siloranes in mammalian cells in vitro. **J Dent Res.** v. 83, n. 1, p.17621. 2004.
26. Buegers, R. et al. Streptococcal adhesion to novel low-shrink silorane-based restorative. **Dent Mater.** v. 25, p. 269675. 2009.
27. Li, J. Effects of surface properties on bond strength between layers of newly cured dental composites. **J Oral Rehabil.** v. 24, p.358-60. 1997.
28. Tezvergil-Mutluay, A.; Lassila, L.V.J.; Vallittu, P.K. Incremental layers bonding of silorane composite: The initial bonding properties. **J Dent.** v. 36, p. 5606563. 2008.
29. Lührs, A.K. et al. Repairability of dental siloranes in vitro. **Dent Mater.** v. 27, p. 144649. 2011.
30. International Standard ISO 11405. Dental materials ó Testing of adhesion to tooth structure, 2003.



**PDF Complete**

Your complimentary use period has ended.  
Thank you for using PDF Complete.

[Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features](#)

tion on composite repair strength over time. **J Biomed Mater Res** 007.

32. Sano, H. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-evaluation of a microtensile bond test. **Dent Mater.** v. 10, p.236-40. 1994.
33. Pashley, D.H. et al. The microtensile bond test: a review. **J Adhes Dent.** v. 1, p.299-309. 1999.
34. Sano, H. et al. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. **J Dent Res.** v. 78, p.906-11. 1999.
35. Goracci, C. et al. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens structural integrity and their measured bond strengths. **Dent Mater.** v. 20, p. 643-654. 2004.
36. Shono, Y. et al. Durability of resin-dentin bonds. **J Adhes Dent.** v. 1, p.211-18. 1999.