

# INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CARGA INORGÂNICA AOS SISTEMAS ADESIVOS NA RESISTÊNCIA ADESIVA À DENTINA

*INFLUENCE OF FILLER ADDITION TO BONDING AGENTS ON DENTIN BOND STRENGTH*

---

Cesar, Patricia Desiderio\*  
Vasquez, Renzo Alberto Ccahuanna\*  
Torres, Carlos Rocha Gomes\*\*  
Araújo, Maria Amélia Máximo\*\*\*

---

---

## RESUMO

O objetivo desse estudo foi avaliar o papel da presença ou não de partículas de carga nos sistemas adesivos sobre a resistência adesiva à dentina. Foram utilizados 70 dentes bovinos, divididos em 7 grupos, que foram embutidos em resina acrílica e desgastados até a exposição de uma área plana de dentina. Todos os espécimes receberam o condicionamento ácido e aplicação dos sistemas adesivos, contendo ou não as partículas de carga, de acordo com as instruções do fabricante: Prime & Bond 2.1 (sem carga – SC), Prime & Bond NT (com carga – CC), Prime & Bond 2.1 + 10% de SiO<sub>2</sub> (CC), One Step (SC), One Step Plus (CC), Sigle Bond (SC) e Single Bond + 10% de SiO<sub>2</sub> (CC). Cilindros de resina composta TPH Spectrum foram realizados sobre a área de adesão. Os espécimes foram armazenados por 24 a 37°C, e então submetidos ao teste de cisalhamento. Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística, empregando-se o teste de análise de variância paramétrica, seguida pelo teste de Tukey a um nível de significância de 5%. Concluiu-se que, para todos os sistemas adesivos testados, a adição de partículas de carga não resultou em diferenças significativas na força de adesão. Porém, entre as marcas comerciais, observamos diferenças significativas, o que demonstra a influência dos demais componentes na eficiência adesiva.

**UNITERMOS:** adesivos dentinários; cisalhamento; carga.

## SUMMARY

*The aim of this study was to evaluate the role of the presence or not of filler particles on adhesive systems over the dentin bond strength. Seventy bovine teeth were used, divided in seven groups that were fitted in acrylic resin then worn out until a plane area of dentin was exposed. All specimens were acid etched and received the adhesive systems, containing or not filler particles, according the manufacture's instructions: Prime & Bond 2.1 (whithout filler – WOF), Prime & Bond NT (with filler – WF), Prime & Bond 2.1 + 10% of SiO<sub>2</sub> (WF), One Step (WOF), One Step Plus (WF), Single Bond (WOF), and Single Bond + 10 % of SiO<sub>2</sub> (WF). The specimens were stored at 37°C, for 24h and then taken to a shear test. The obtained data was submitted to statistical analysis using the ANOVA test and Tukey's tests at a significance level of 5%. In conclusion, for all tested adhesive systems, the filler particles did not result in significant differences to bond strength. However, among commercial brands we observed significant differences, which demonstrates the influence on other components on adhesive efficiency.*

**UNITERMS:** dentin-bonding agents; shear strength; filler.

---

\* Estagiários do Grupo Acadêmico de Pesquisas Clínicas (GAPEC), Faculdade de Odontologia, UNESP, São José dos Campos, SP

\*\* Doutor. Professor Assistente do Departamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia, UNESP, São José dos Campos, SP

\*\*\* Professora Titular do Departamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia, UNESP, São José dos Campos, SP

## INTRODUÇÃO

A utilização de partículas de carga tem se mostrado eficiente em melhorar as propriedades físicas de materiais poliméricos como a resina composta<sup>10,2</sup>. Seguindo esta mesma idéia, diversas pesquisas e fabricantes têm buscado aperfeiçoar as propriedades da junta adesiva, visando a diminuição da microinfiltração marginal e o aumento da resistência adesiva, proporcionando conseqüentemente uma maior durabilidade das restaurações estéticas<sup>18,13,12</sup>.

Alguns estudos sugerem que a adição de carga possa proporcionar um aumento da resistência coesiva da camada de adesivo, resultando conseqüentemente em aumento da resistência adesiva<sup>9,8,19</sup>. Outros autores afirmam que os adesivos com carga formariam camadas mais espessas, o que proporcionaria uma certa elasticidade para esta camada e poderia contribuir com a melhora no selamento marginal<sup>4,5,18,19,16</sup>.

Por outro lado, Miyazaki et al.<sup>11</sup> (1995) afirmam que o aumento da viscosidade do agente adesivo em virtude das partículas de carga pode impedir a completa impregnação da malha colágena exposta pelo condicionamento ácido, o que poderia prejudicar a durabilidade das restaurações<sup>3,13,7</sup>. O tamanho e a quantidade das partículas de carga adicionadas também são assuntos discutidos. Perdígão et al.<sup>15</sup> (1999), afirmaram que, para uma maior efetividade, as partículas devem ser de tamanho nanométrico, para que fossem capazes de reforçar a camada híbrida. Com relação à quantidade de carga, Miyazaki et al.<sup>11</sup> (1995), constataram que a partir de um certo percentual, a adição de carga pode resultar em queda na resistência adesiva. Em virtude das diversas questões levantadas e das dúvidas que pairam sobre a real efetividade da adição de carga nos sistemas adesivos, o objetivo deste estudo foi determinar a sua influência sobre a resistência adesiva à dentina.

## MATERIAIS E MÉTODO

Nesse estudo foram utilizados 70 incisivos bovinos hígidos e irrompidos, obtidos após o abate, limpos com lamina de bisturi e polidos com pedra pomes, armazenados em água destilada e congelados em freezer a  $-18^{\circ}\text{C}$  até sua utilização<sup>1</sup>. As raízes foram seccionadas no limite esmalte-cemento com auxílio de um disco de carburundum e desprezadas. O remanescente pulpar foi extirpado através de instrumentos endodônticos por meio do orifício radicular exposto. Após a extirpação da

polpa dental, os condutos foram irrigados com água destilada e secos com breves jatos de ar. A seguir, com uma ponta diamantada esférica, foi realizada uma abertura na face lingual, na região do cingulo, chegando na câmara pulpar que, juntamente com orifício radicular, foram obliterados com cera utilidade evitando a penetração de resina utilizada no embutimento. Os dentes foram embutidos em blocos de resina acrílica incolor de rápida polimerização com o auxílio de uma matriz silicone.

A seguir, as superfícies dentinárias foram desgastadas em recortador de gesso, sob refrigeração com água, expondo uma área de dentina aproximadamente de 4 mm de diâmetro. A abertura lingual foi desobstruída para que a dentina remanescente pudesse ser medida com o auxílio de um espessímetro, padronizando assim, a espessura do remanescente dentinário utilizado para a adesão em 1,5 mm ( $\pm 0,1$ ). A *smear layer* superficial foi padronizada utilizando lixas d'água de granulação 600, acopladas a uma politriz circular (DP-10, Panambra). Uma fita adesiva de teflon com perfuração 3 mm de diâmetro foi fixada sobre a região de dentina exposta, de forma a delimitar a área de atuação do sistema adesivo. Todas as superfícies dentinárias receberão condicionamento ácido com gel de ácido fosfórico a 35% (3M) por 15s, seguido de lavagem com água por 10s e remoção do excesso de umidade pela técnica da absorção, utilizando-se papel absorvente.

Os corpos de prova foram divididos em 7 grupos de 10 dentes, sendo aplicado em cada grupo um sistema adesivo diferente, contendo ou não partículas de carga, aplicados segundo as instruções dos respectivos fabricantes. As marcas comerciais e as composições químicas dos sistemas adesivos testados estão apresentados no Quadro 1. Alguns fabricantes disponibilizam duas versões de seus materiais, com e sem carga, como o Prime & Bond e One Step. Os adesivos Prime & Bond 2.1 e Single Bond foram modificados pela adição de 10% em peso por volume de partículas de dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ) com tamanho médio de  $0,01 \mu\text{m}$ . Após a aplicação, os sistemas adesivos foram fotopolimerizados por 10s, utilizando um aparelho XL3000 (3M), com densidade de potência de  $600 \text{ mW/cm}^2$ .

Os corpos de prova foram levados a uma matriz de teflon bipartida com 4 mm de espessura e perfuração de 3 mm de diâmetro, de forma que a perfuração coincidissem com a área delimitada pela fita adesiva. A resina composta TPH Spectrum (Dentsply) foi inserida em dois incrementos, sen-

QUADRO 1 – Distribuição dos Grupos experimentais, composição e marca comercial dos agentes adesivos estudados.

Grupo	Nome	Presença de Carga	Composição*	Fabricante
OS	One Step	Não	Bis-GMA, BPDM, HEMA, acetona, fotoiniciadores.	Bisco
OSP	One Step Plus	Sim	BPDM, HEMA, acetona, fotoiniciadores, 8,5% de partículas de carga.	Bisco
PB	Prime & Bond 2.1	Não	Resinas di e tri metacrilato, PENTA, fotoiniciadores, estabilizantes, cetilamina hidrofluoride, acetona.	Dentsply
PBNT	Prime & Bond NT	Sim	Resinas di e tri metacrilato, PENTA, fotoiniciadores, estabilizantes, cetilamina hidrofluoride, acetona, sílica amorfa (3% de partículas de carga).	Dentsply
PBM	Prime & Bond 2.1 Modificado	Sim	Resinas di e tri metacrilato, PENTA, fotoiniciadores, estabilizantes, cetilamina hidrofluoride, acetona, 10% de partículas de carga.	Dentsply
SB	Single Bond	Não	Bis-GMA, HEMA, dimetacrilatos, copolímeros dos ácidos poliacrílicos e poliitacônicos, água, álcool, fotoiniciadores.	3M
SBM	Single Bond Modificado	Sim	Bis-GMA, HEMA, dimetacrilatos, copolímeros dos ácidos poliacrílicos e poliitacônicos, água, álcool, fotoiniciadores, 10% de partículas de carga.	3M

\* BIS-GMA: bisfenol-A glicidil metacrilato, BPDM: bisfenil dimetacrilato, HEMA: 2-hidroxiethylmetacrilato, PENTA: di-pentaeritritol pentacrilato monofosfato.

do cada qual polimerizado por 40s. Após a remoção da matriz a polimerização do cilindro de resina foi completada por mais 40s de cada lado do corpo de prova. Os espécimes foram imersos em água destilada a 37°C por 24h. A resistência adesiva ao cisalhamento foi avaliada numa máquina de testes universais DL-1000 (EMIC), munida com célula de carga de 100 kg, a uma velocidade de 1 mm/min. Os dados obtidos após o teste de cisalhamento foram submetidos à análise estatística, empregando-se o teste de análise de variância paramétrica (ANOVA), seguida pelo teste de Tukey. Para todas as análises foi adotado um nível de significância de 5%.

## RESULTADOS

Através da análise de variância obtivemos um valor de  $p = 0,01$  ( $F = 2,82$  para 6 graus de liberdade), o que indica que existem diferenças significativas entre pelo menos dois grupos. Podemos observar, na Tabela 1, as médias em MPa da resistência ao cisalhamento para os diferentes grupos, assim como os resultados do teste de Tukey.

Comparando-se para o mesmo adesivo a presença ou não de carga, observamos diferenças

significantes apenas entre PB e PBNT (Tabela 1). Comparando-se as diferentes marcas entre si, observamos diferenças apenas entre SBM e PBNT (Tabela 1). A resistência de união entre os adesivos Single Bond Modificado e Single Bond convencional aumentou com a adição de partículas de carga, mas não de maneira significativa (Tabela 1). Na Figura 1, podemos comparar as médias de resultados entre os diferentes grupos.

TABELA 1 – Médias de resistência de união em MPa e resultados do teste de Tukey.

Grupos	Média (± Desvio padrão)	Conjuntos*
PB	11,88 (± 1,93)	A
SBM	11,86 (± 4,07)	A
OS	11,09 (± 3,10)	AB
PBM	11,07 (± 3,23)	AB
SB	9,84 (± 3,80)	AB
OSP	9,05 (± 2,60)	AB
PBNT	7,62 (± 0,75)	B

\* As médias acompanhadas das mesmas letras não apresentam diferenças significantes.

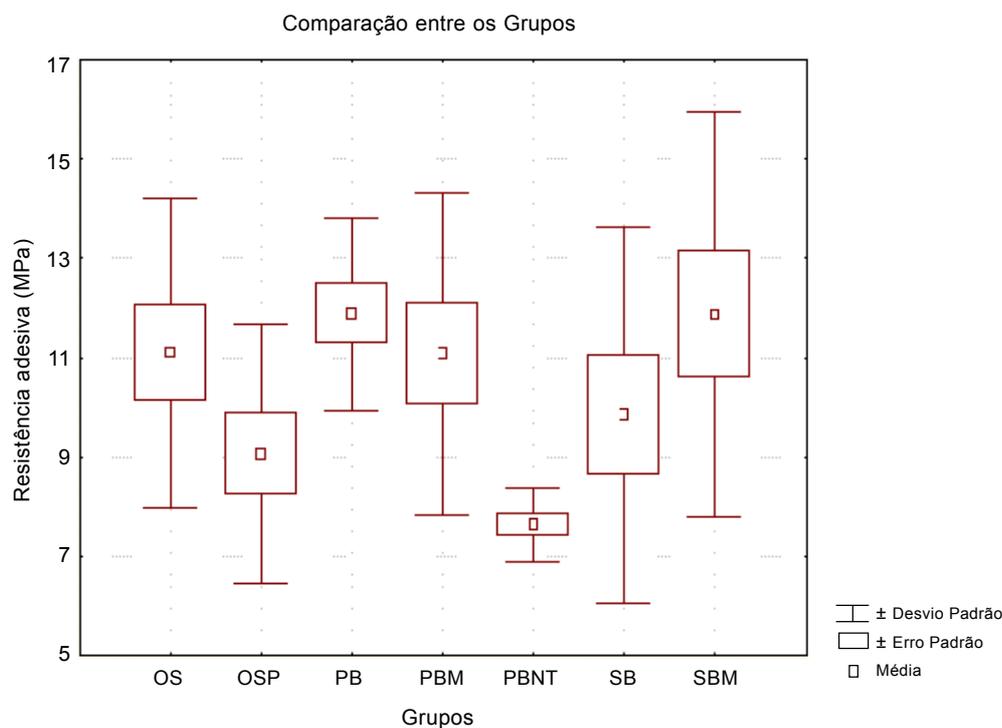


Figura 1 – Comparação das médias de resistência adesiva entre os Grupos.

## DISCUSSÃO

A adição de partículas de carga está sendo utilizada como um novo recurso na tentativa de melhorar as qualidades dos sistemas adesivos dentinários. Modificações nos tipos e tamanhos de partículas assim como volume em peso vêm sendo estudadas com o intuito de oferecer melhor adequação dos mesmos às inúmeras variações de substratos encontrados na dentina<sup>5,18,13,16,11,7</sup>. Contudo, os benefícios desse procedimento ainda não são totalmente nítidos. Uma vantagem deste procedimento seria a radiopacidade da camada de adesivo quando da utilização de adesivos com carga sob os compósitos, onde a falta desta, traria a idéia errônea de cárie recorrente ou formação de fendas<sup>6</sup>.

Por outro lado, como podemos observar na Tabela 1, para algumas marcas comerciais, a adição de carga não alterou a resistência de união entre resina e dentina, como vemos entre os grupos PB, PBM, PBNT e entre OS e OSP. Apenas para o Single Bond, a adição de carga resultou em aumento da força de adesão, porém não significativamente. Isto pode ter ocorrido em função do tipo de solvente encontrado neste adesivo. Segundo Pashley et al.<sup>14</sup> (2001) a dentina condicionada e úmida pode se contrair em torno de 25 a 30% quando em contato com o adesivo. As maiores

contrações foram constatadas com o uso da acetona, enquanto os melhores resultados ocorrem com o uso de solventes alcoólicos, como é o caso do Single Bond. Portanto, havendo uma menor contração das fibras colágenas, existe uma maior probabilidade das partículas de carga terem sido capazes de penetrar nos espaços interfibrilares e contribuir no aumento da resistência adesiva.

O incremento de carga nos sistemas adesivos proporciona uma película de menor módulo de elasticidade, funcionando como uma camada elástica, entre a restauração e o dente, distendendo-se quando da contração de polimerização da resina, impedindo a deformação e as trincas na estrutura dental<sup>18,19</sup>. Porém, um dos fatores a ser questionado seria o aumento da viscosidade do adesivo dentinário devido à presença das partículas de carga, trazendo dificuldade na penetração no substrato, proporcionando lacunas internas<sup>11,7</sup>. Foram utilizados nesse estudo adesivos dentinários com porcentagem de carga até 10% de peso por volume e partículas de SiO<sub>2</sub> com tamanho médio de 0,01 μm, exceção feita ao Prime & Bond NT com tamanho médio de 7 nm. Miyazaky et al.<sup>11</sup> (1995), avaliaram o efeito da quantidade de carga na resistência adesiva. Para tal eles acrescentaram partículas de SiO<sub>2</sub> com tamanho médio de 0,05 μm em concentração de peso por volume de 0, 10, 20, 30, 40, 50, 60 e 70%. Eles observaram que a

partir de 30% de carga, a resistência adesiva caiu substancialmente, sendo que os melhores resultados foram obtidos para uma concentração de 10%. Segundo estes autores, esta queda na resistência adesiva deve estar relacionada ao aumento da viscosidade do adesivo dentinário, dificultando sua penetração no substrato condicionado e havendo a formação de lacunas internas na camada híbrida. Eles concluíram que a qualidade da camada impregnada pela resina é de grande importância para criação do aumento da força de adesão e não somente sua espessura. Segundo Knight e Barghi<sup>8</sup> (1997), a adesão entre resina e dentina requer o uso de um adesivo de baixa viscosidade e resina hidrofílica para penetração na matriz de colágeno descalcificada, de modo a formar uma zona de interdifusão ou camada híbrida. Para eles, embora a adição de partículas de carga aumente a força coesiva da camada de adesivo, ela reduz a capacidade de molhamento devido ao aumento de sua viscosidade.

No presente estudo utilizamos a adição de 10% de carga nos sistemas adesivos modificados (SBM e PBM), o que poderia sugerir uma alta viscosidade do adesivo. Desta forma observamos efeitos não significantes quanto à força de adesão. Por outro lado, o adesivo Prime & Bond NT apresenta 3% de carga em sua composição e apresentou uma menor média de resistência adesiva (Tabela 1).

O tamanho da partícula também pode exercer papel decisivo. Segundo Tay et al.<sup>17</sup> (1999), a largura do espaço interfibrilar é aproximadamente 20 nm. Nunes et al.<sup>13</sup> (2001), utilizando partículas de zirconia silanizada de aproximadamente 0,6  $\mu\text{m}$  encontrou valores pouco significantes de força de adesão com a inclusão de carga. Eles levantaram a hipótese que isso poderia ser devido ao fato da dentina ácido condicionada funcionar como uma peneira, resultando no acúmulo das partículas em sua superfície, obstruindo a penetração dos monômeros de resina para dentro da dentina mais profunda, reforçando a hipótese de que a carga reduz a penetração no substrato, produzindo uma camada híbrida defeituosa. No entanto, em nosso estudo utilizamos partículas de  $\text{SiO}_2$  com aproximadamente 0,01  $\mu\text{m}$ , (equivalente a 10 nm). Dessa forma as partículas de carga podem ter fluído mais facilmente através dos espaços interfibrilares. Contudo, isto pode não ter sido suficiente para influenciar significativamente os valores de força de união.

Se considerarmos o espaço interfibrilar 20 nm a partícula de 7 nm (equivalente a 0,007  $\mu\text{m}$ ) presente no adesivo PBNT deveria penetrar através

dele. Porém, Tay et al.<sup>17</sup> (1999) não encontraram a presença das nanocargas entre os espaços interfibrilares, mas congestionadas ao redor dos túbulos dentinários. Segundo Pashley et al.<sup>14</sup> (2001) e Nakajima et al.<sup>12</sup> (2002), a aplicação dos adesivos sobre a dentina condicionada e hidratada provoca uma contração da rede de fibras colágenas de cerca de 30%, diminuindo tanto a dimensão dos espaços interfibrilares quanto o diâmetro das próprias fibras, podendo isto haver impedido a penetração dos monômeros resinosos das nanocargas do adesivo Prime & Bond NT. Desta forma, independentemente do tamanho das partículas de carga, elas não serão capazes de penetrar nos espaços interfibrilares, devendo a sua contribuição estar limitada às melhoras apenas das propriedades físicas da camada adesiva.

Nós observamos também neste estudo que, embora a presença de carga tenha exercido influências significativas na resistência adesiva, um comportamento diferente foi constatado entre algumas marcas de sistemas adesivos (Tabela 1). Parece que outros fatores relacionados à composição dos materiais, os tipos de monômeros resinosos presentes, sua concentração e o tipo de solvente, possam exercer uma influência mais significativa. Talvez a capacidade de impregnação dos adesivos, influenciada por propriedades como a viscosidade, a tensão superficial e a hidrofiliabilidade tenham um papel mais expressivo.

## CONCLUSÕES

1. Para todos os sistemas adesivos testados, a adição de partículas de carga não resultou em diferenças significativas na força de adesão.
2. Entre as marcas comerciais observamos diferenças significativas na força de adesão, o que demonstra a efetividade da influência dos demais componentes nos sistemas adesivos dentinários.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Araújo RM, et al. Influência dos diferentes meios de armazenamento de dentes extraídos na infiltração marginal. *J Bras Odontol Clin* (Curitiba). 1999;3(14):31-5.
2. Braem M, Finger W, Van Doren Ve, Lambrechts P, Vanherle G. Mechanical properties and filler fraction of dental composites. *Dent Mater*. 1989; 5:346-34.
3. Cardoso PEC, Placido E, Francci CE, et al. Microleakage of class V composite resin restorations using five simplified adhesive systems. *Am J Dent*. 1999;12:291-94.

4. Conceição E N. Dentística, saúde e estética. 1ª ed. Porto Alegre: Artmed; 2002.
5. Fanning DE, et al. Effect of a filled adhesive on a bond strength in tree dentinal bonding systems. *Gen Dent*. 1995;43:256-62.
6. Frankenberger R, et al. The use de flowable composites as filled adhesives. *Dent Mater*. 2002; 18:227-38.
7. Gallo JR, et al. Shear bond strength of four filled denting bond systems. *Oper Dent*. 2001;26(1): 44-7.
8. Knight GT. Berghi, effect of adhesive filler concentration on resin/dentin bond strength. *J Dent Res*. 1997;76:280; Abstract 2134.
9. Labella R et al. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. *Dent Mater*. 1999;10:128-37.
10. Li Y, Swartz ML, Phillips Rew Moore Bk. Effect of filler content and size on properties of composites. *J Dent Res*. 1985;64:1396-1401.
11. Miyazaki M et al. Influence of filler addition to bonding agents on shear bond strength to bovine dentin. *Dent Mater*. 1995;11:234-8.
12. Nakajima M, Okuda M, Pereira PNR, Tagami J, Pashley DH. Dimensional changes and ultimate tensile strengths of wet decalcified dentin applied whit one-bottle adhesives. *Dent Mater*. 2002;18: 603-08.
13. Nunes MF, Swift Junior EJ, Perdigão J. Effects of adhesive composition on microtensile bond strength to human dentin. *Am J Dent*. 2001;14(6): 340-3.
14. Pashley DH, et al. Solvent-induced shrinkage of moist desmineralized dentin. *J Dent Res*. 2001; 80(117):50.
15. Perdigão J, Baratieri LN, Lopes N. Laboratory evaluation and clinical application of a new one bottle adhesive. *J Esthet Dent*. 1999;11(1):23-5.
16. Reis R. et al. Initial sealing capacity on dentin of adhesives with and without filler reinforcement. *RBO* 1998;55(6):332-4.
17. Tay FR, Moulding KM, Pashley, DH. Distribution of nanofillers from a simplified-step adhesive in acid conditioned dentin. *J Adhes Dent*. 1999;2:103-17.
18. Van Merbeek B, et al. The clinical performance of adhesives. *J Dent*. 1998;26(1):1-20.
19. Youssef JA, et al. Resistência de união à dentina de resinas compostas associadas a sistemas adesivos com e sem carga. *Pesq Odontol Bras*. 2001;15(2): 157-60.

Recebido para publicação em: 12/10/04; aceito em: 12/01/05.

**Endereço para correspondência:**

PATRICIA DESIDERIO CESAR  
Av. Eng. Francisco José Longo, 777 – Jd. São Dimas  
CEP 12245-000, São José dos Campos, SP, Brasil  
Fone: (12) 3947-9048 – Fax: (12) 3947-9077  
E-mail: pattcesar@terra.com.br