



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA
Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese

Renata Garcia Fonseca

**Avaliação da eficácia de primers para metal na resistência
ao cisalhamento da união entre cimentos resinosos e
metais não nobres. Efeito do armazenamento em água.**

Araraquara
2008



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA
Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese

Renata Garcia Fonseca

**Avaliação da eficácia de primers para metal na resistência
ao cisalhamento da união entre cimentos resinosos e
metais não nobres. Efeito do armazenamento em água.**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da
Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho",
Campus de Araraquara, como parte dos requisitos para a
obtenção do título de Livre-Docente.

Araraquara
2008

Fonseca, Renata Garcia

Avaliação da eficácia de primers para metal na resistência ao cisalhamento da união entre cimentos resinosos e metais não nobres. Efeito do armazenamento em água / Renata Garcia Fonseca. – Araraquara: [s.n.], 2008.

125 f. ; 30 cm.

Tese (Livre-Docência) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia.

1. Resistência ao cisalhamento 2. Cimentos de resina
3. Titânio. I. Título

DADOS CURRICULARES

Renata Garcia Fonseca

NASCIMENTO	25/01/1970
FILIAÇÃO	Aluízio Deodoro Fonseca Cleusa Garcia Fonseca
1990-1993	Curso de Graduação Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP
1996-1998	Curso de Pós-Graduação em Reabilitação Oral (Prótese), nível de Mestrado, na Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP
1999	Contratação como Professora Assistente Doutora – Disciplina de Materiais Dentários – Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP
1999-2001	Curso de Pós-Graduação em Reabilitação Oral (Prótese), nível de Doutorado, na Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

Dedicatória

Dedico este trabalho

Aos meus amados pais, **Aluízio Deodoro Fonseca** (em memória) e **Cleusa Garcia Fonseca**, por toda a dedicação, pelos valores que hoje percebo como são importantes, pelas formações pessoal e profissional, pelo apoio e por acreditarem em mim. Sem vocês, toda essa caminhada seria impossível.

À minha querida irmã **Heloisa Helena**, que é um exemplo para mim. Desde garotinha, sempre a admirei e nela me espelhei, buscando ser aquela pessoa determinada, de garra e com tantas outras qualidades, da qual tinha e tenho o maior orgulho.

Ao meu grande marido, **Antônio José**, por estar sempre ao meu lado, principalmente nos momentos difíceis e igualmente importantes da minha vida. Pelo carinho, pelo companheirismo, pela paciência ... Tantas coisas aprendemos juntos, na alegria e na tristeza.

Agradecimentos Especiais

Ao meu **Pai**, não só por este momento de minha vida, mas por todas as oportunidades que, mesmo parecendo muito difíceis e intermináveis, me fizeram crescer e mudar, acredito que para melhor.

Aos meus queridos pais, **Aluízio Deodoro Fonseca** (em memória) e **Cleusa Garcia Fonseca**, à minha irmã **Heloisa Helena** e ao meu marido, **Antônio José**, aos quais dediquei este trabalho.

Ao meu querido tio **Valdir Gouveia Garcia**, ao qual serei sempre grata por ter me incentivado a seguir a carreira de Odontologia e por todo o apoio e a amizade que foram muito importantes para mim.

Aos meus queridos amigos **Carlos Alberto dos Santos Cruz**, **Sônia Belletti Cruz** e **seus filhos**, pela amizade, pelo carinho e pelo acolhimento nos momentos bons e também nos difíceis que passei aqui em Araraquara.

Agradecimentos

Aos meus amigos e colegas de Disciplina, professores **Carlos Alberto dos Santos Cruz** (novamente) e **Gelson Luis Adabo**, pela colaboração em minha formação profissional, pelas orientações, pelos conselhos e pela oportunidade de formarmos uma equipe que, concluída mais recentemente (não tanto assim) com o meu também amigo e colega de Disciplina **Prof. Luis Geraldo Vaz**, é bastante harmoniosa e unida.

Aos meus queridos alunos de iniciação científica, de mestrado e de doutorado que passaram ou que estão passando pela Disciplina, pela contribuição neste trabalho, pelos momentos descontraídos, pela seriedade, pelo compromisso e pela amizade que ficou.

Ao docente da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – USP, Prof. Ricardo Faria Ribeiro, pela atenção e pela realização da fundição do titânio.

Aos docentes do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, muitos dos quais contribuíram com a minha formação profissional e atualmente são meus colegas de trabalho.

Aos funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, pelo auxílio e pela convivência harmoniosa que temos tido ao longo de todos esses anos, tornando meu trabalho mais prazeroso.

Aos funcionários da Biblioteca, pela amabilidade, pelo respeito, pela disponibilidade e pela prontidão com que sempre me atenderam. Em especial, meu agradecimento à Ceres Maria C. Galvão Freitas, que gentilmente realizou a revisão deste trabalho.

Aos demais funcionários das diferentes seções desta Faculdade, pelo suporte que tive sempre que precisei.

À Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, nas pessoas da Prof^a Dr^a Rosemary Adriana Chierici Marcantonio e do Prof. Dr. José Cláudio Martins Segalla, respectivamente Diretor e Vice-Diretor da Unidade.

À Fapesp e à Fundunesp, pelos recursos financeiros, que possibilitaram a execução deste trabalho.

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS	8
RESUMO	10
ABSTRACT	13
INTRODUÇÃO	16
REVISÃO DA LITERATURA	22
PROPOSIÇÃO	65
MATERIAL E MÉTODO	67
RESULTADO	77
DISCUSSÃO	95
CONCLUSÃO	109
REFERÊNCIAS	111
APÊNDICE	121

LISTA DE ABREVIATURAS

Monômeros Funcionais

⇒ Derivados do ácido fosfórico:

MP= methacrylate phosphate

MDP= 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate

⇒ Derivados do ácido carboxílico:

MAC-10= 11-methacryloyloxyundecan 1,1- dicarboxylic acid

4-META= 4-methacryloxyethyl trimellitate anhydride

4-AET= 4-acryloxyethyl trimellitic acid

BPDM= 2-hydroxyethyl η methacrylate and 3,4,4',5'- biphenyltetracarboxylic anhydride

⇒ Derivados sulfúricos:

VBATDT= 6-(4-vinylbenzyl-n-propyl) amino-1,3,5-triazine-2,4 dithiol

MTU-6= 6-methacryloyloxyhexyl 2-thiouracil-5-carboxylate

MEPS= thiophosphate methacryloyloxyalkyl

EP3MA= 4,5-epithiopentyl methacrylate

EP8MA= 9,10-epithiodecyl methacrylate

5VS= 5-(4-vinylbenzyl)-2-thiobarbituric acid

Outros monômeros:

Bis-GMA= bisphenol A glycidyl dimethacrylate

HEMA= 2-hydroxyethyl methacrylate

UEDMA= urethane dimethacrylate

PMMA= poly methyl methacrylate

MMA-TBB= methyl methacrylate and tri- η -butylborane initiator

BPO-DEPT= benzoyl peroxide N,N-bis (2-hydroxyethyl)-p-toluidine initiator

Fonseca RG. Avaliação da eficácia de primers para metal na resistência ao cisalhamento da união entre cimentos resinosos e metais não nobres. Efeito do armazenamento em água [Tese de Livre-Docência]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2008.

RESUMO

O sucesso das restaurações metálicas indiretas depende, dentre outros fatores, de uma união eficaz entre a estrutura metálica e o cimento dentário empregados. Sabe-se que os primers para metal atuam com comprovada eficácia na resistência adesiva dos cimentos resinosos às ligas nobres. Entretanto, pouco foi estudado sobre o efeito de tais materiais em ligas não nobres. O propósito deste estudo foi avaliar a eficácia de primers para metal na resistência ao cisalhamento da união entre cimentos resinosos e metais não nobres. Discos (9 mm de diâmetro e 3 mm de altura) foram fundidos em liga de NiCr (n=80) e em titânio comercialmente puro (Ti c.p.) (n=80) e foram incluídos em anel de PVC com resina acrílica quimicamente ativada. As superfícies dos discos foram regularizadas com lixas de carbetto de silício de granulação 320, 400 e 600 e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm. Espécimes de cada metal foram divididos em quatro grupos (n=20). Uma matriz metálica bi-partida (5 mm de diâmetro interno e 2 mm de altura) foi posicionada na superfície do espécime. As áreas adesivas receberam um dos seguintes tratamentos: 1) Panavia F; 2) Alloy Primer e Panavia F; 3) Bistite DC e 4) Metaltite e Bistite DC. Para evitar a exposição dos cimentos à luz, estes foram espatulados e inseridos na matriz dentro de uma câmara de revelação radiográfica. Quarenta minutos após a confecção, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas e então

termociclados (1.000 ciclos, 5°C e 55°C, 30 segundos cada banho). Após a termociclagem, os espécimes foram armazenados novamente nas mesmas condições descritas anteriormente por um período de 24 horas (n=10) ou de 6 meses (n=10) antes do ensaio de cisalhamento em uma máquina de ensaios mecânicos (Material Test System 810). O modo de fratura foi observado em um estereomicroscópio e foi classificado como adesiva, coesiva ou mista. Os dados foram analisados estatisticamente por meio de testes paramétricos ($\alpha=0,05$). Na liga de NiCr, em ambos os tempos de armazenamento, e no Ti c.p., às 24 horas, o Alloy Primer promoveu redução significativa da resistência adesiva do Panavia F. No titânio, aos 6 meses, este primer não influenciou a resistência adesiva do Panavia F. Em ambos os metais e tempos, o Metaltite não alterou a resistência adesiva do Bistite DC. Na liga de NiCr, o armazenamento em água influenciou apenas os grupos Bistite DC e Metaltite + Bistite DC, tendo promovido uma redução da resistência dos mesmos. No titânio, o armazenamento em água aumentou a resistência adesiva dos grupos Panavia F e Alloy Primer + Panavia F. Tanto às 24 horas (com exceção do grupo Bistite DC em que houve igualdade estatística) quanto aos 6 meses, os materiais empregados neste estudo apresentaram resistência adesiva significativamente maior no titânio do que na liga de NiCr. Todos os grupos experimentais apresentaram predominância de fratura adesiva.

Palavras-chave: Resistência ao cisalhamento; cimentos de resina; titânio.

Fonseca RG. Efficacy of metal primers on adhesive bonding of resin cements to base metals. Effect of water storage [Tese de Livre-Docência]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2008.

ABSTRACT

A successful indirect metallic restoration depends, among other factors, on an effective bonding between metal framework and dental cements. There is scientific evidence that metal primers work effectively on adhesive bonding of resin cements to noble alloys. However, there are few studies about the effect of these primers on base metal alloys. The purpose of this study was to evaluate the efficacy of metal primers on shear bond strength of resin cements to base metals. Discs specimens (9 mm diameter and 3 mm thick) were cast from nickel-chromium alloy (n=80) and pure titanium (CP Ti) (n=80), and were embedded in a polyvinyl chloride ring, using polymethyl methacrylate acrylic resin. All specimen bonding surfaces were smoothed with 320-, 400- and 600-grit silicon carbide paper, and airborne-particle abraded with 50 µm aluminum oxide. Specimens for each metal was divided into 4 groups (n=20). A custom-made metal matrix (5.0 mm internal diameter and 2.0 mm thick) was placed on the surface of the specimen. The bonding sites received 1 of the following treatments: 1) Panavia F; 2) Alloy Primer plus Panavia F; 3) Bistite DC and 4) Metaltite plus Bistite DC. To avoid exposure of the resin cements to daylight, they were mixed and inserted into the matrix inside a radiographic developing chamber. Forty minutes after preparation, all specimens were stored in distilled water at 37°C for 24 hours, and thermal cycled (1000 cycles, 5 to 55°C, dwell time of 30 seconds). After the thermal cycles, the specimens were stored in 37°C distilled water for an additional 24

hours (n=10) or 6 months (n=10) before being subject to a shear load using a mechanical testing machine (Material Test System 810). Mode of failure was observed by means of stereomicroscopic, and classified as either adhesive, cohesive or a combination of both. Data were analyzed using parametric tests ($\alpha=.05$). For NiCr alloy, at both storage times, and for CP Ti, at 24 hours, the Alloy Primer reduced significantly the adhesive bonding of Panavia F. For CP Ti, at 6 months, this primer did not influence the adhesive bonding of Panavia F. For both metals and storage times, Metaltite did not affect the adhesive bonding of Bistite DC. For the NiCr alloy, only the groups Bistite DC and Metaltite plus Bistite DC were affected by water storage, presenting significant reduction in shear bond strength at 6 months. For CP Ti, water storage increased the shear bond strength of the groups Panavia F and Alloy Primer plus Panavia F. At 24 hours (except for the Bistite DC group, which showed statistical equality) as well as at 6 months, the material used in this study presented significantly higher strength values for CP Ti, compared to NiCr alloy. The mode of failure was 100% adhesive for all groups.

Keywords: Shear strength; resin cements; titanium.

1 INTRODUÇÃO

O sucesso de uma restauração metálica indireta depende, dentre outros fatores, de uma união efetiva, não apenas na interface dente/cimento, mas também na interface metal/cimento, caso contrário poderão ocorrer problemas como deslocamento da restauração ou infiltração marginal e conseqüente desenvolvimento de cárie.

Essa união da interface metal/cimento geralmente ocorre por meio de uma relação exclusivamente mecânica ou mecânica e química, sendo determinada pelo tratamento de superfície realizado no metal e pelo cimento selecionado.

Tratamentos de superfície como ataque eletrolítico, ataque químico e jateamento com partículas de óxido de alumínio resultam em irregularidades na superfície, que são responsáveis pela retenção mecânica. Os silanos e primers para metal promovem união exclusivamente química e, finalmente, técnicas como oxidação controlada, eletrodeposição de estanho e deposição de sílica por jateamento convencional ou pela utilização de equipamentos específicos constituem-se em tratamentos que promovem tanto retenção mecânica quanto união química^{11,19,37,46}.

Em relação ao cimento empregado, o cimento de fosfato de zinco possui uma relação exclusivamente mecânica com a superfície metálica. Os cimentos ionoméricos possuem relação mecânica e química¹⁰. Finalmente, os cimentos resinosos, dependendo de sua composição, possuem relação estritamente mecânica ou mecânica e química^{8,33}.

Esta última categoria de cimentos, por convenção, pode ser classificada em cimentos resinosos convencionais e adesivos²⁹. Os convencionais não possuem em sua composição componentes responsáveis por qualquer união química. Os adesivos possuem monômeros capazes de estabelecer uma união química com as ligas metálicas. Alguns cimentos como Panavia F (Kuraray, Japão), Bistite DC (Tokuyama, Japão) e Super Bond C&B (Sun Medical, Japão) possuem, respectivamente, os monômeros MDP, MAC-10 e 4-META, responsáveis pela ligação química com os óxidos metálicos naturalmente presentes nas ligas não nobres^{2,35}. Os significados de cada monômero citado em todas as seções deste estudo podem ser encontrados na lista de abreviaturas.

De acordo com Tsuchimoto et al.⁴², uma união efetiva, na interface metal/cimento, seria aquela na qual houvesse uma relação mecânica e química. Esta situação pode ser alcançada por meio de várias combinações de tratamentos e cimentos, podendo-se empregar, inclusive, mais de uma modalidade de tratamento em uma mesma superfície metálica.

Na cimentação de restaurações confeccionadas em metais não nobres, os cimentos resinosos têm sido frequentemente utilizados, muito provavelmente pelo fato de possuírem propriedades clinicamente importantes reunidas em apenas um material, como elevada resistência mecânica^{6,8}, baixa solubilidade^{3,6,8,54}, consistência e espessura de película adequadas^{4,44} e capacidade de união química ao metal dos cimentos adesivos, comentada anteriormente^{6,8,33}.

Em associação aos cimentos resinosos, existem modalidades de tratamento de superfície que, juntos, resultam em uma relação mecânica e química. Dentre as opções, as mais simples quanto à realização são: 1) jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica seguido da aplicação de silano e utilização de um cimento convencional, 2) jateamento com partículas de óxido de alumínio e cimento adesivo ou 3) associação de jateamento com partículas de óxido de alumínio e primer para metal seguida do emprego de cimento resinoso convencional ou adesivo.

Em relação aos primers para metal citados no último item do parágrafo anterior, estes materiais, assim como os cimentos resinosos adesivos, também possuem em sua composição monômeros quimicamente ativos que têm como função intermediar a união entre o metal e o cimento resinoso, seja este convencional ou adesivo. Uma das extremidades do monômero reage com os monômeros dos materiais resinosos, sejam eles resina composta, cimento resinoso ou resina acrílica. Na outra extremidade de suas moléculas, radicais livres reagem com os óxidos metálicos presentes na superfície das ligas não nobres ou com elementos metálicos das ligas nobres.

Para que esta última reação seja possível, foram desenvolvidos monômeros específicos para cada liga. Alguns, como o VBATDT e o MTU-6 são designados para ligas nobres. Outros, como o MDP, o MAC-10 e o 4-META, foram desenvolvidos para ligas não nobres. Finalmente, o conhecido como MEPS, apresenta compatibilidade com ambas as ligas.

Primers como *Metaltite* (Tokuyama, Japão), que contém o monômero MTU-6, *V Primer* (Sun Medical, Japão), no qual está presente o VBATDT, *Alloy Primer* (Kuraray Co., Japão), em cuja composição encontram-se os monômeros MDP e VBATDT, e o *Metal Primer II* (GC Dental Industrial Corp., Japão), com seu monômero MEPS, têm comprovada capacidade de melhorar a união entre ligas nobres e cimentos resinosos^{2,24-26,53,55,56}.

Com relação ao emprego dos primers para metal na união entre ligas não nobres e cimentos resinosos, apesar de existirem no mercado para tal finalidade, surpreendentemente poucos estudos^{12,13} foram encontrados em liga de NiCr, apesar de esta ser uma liga ainda muito utilizada na confecção de metalocerâmicas em muitos países.

Em contrapartida, pesquisas sobre o efeito de primers no titânio vêm sendo realizadas, com resultados satisfatórios^{28,36,38,39,41}, porém as informações ainda são insuficientes. Muito provavelmente estes estudos foram impulsionados pelas atrativas propriedades biológicas, físicas, químicas e mecânicas do titânio^{17,47}, e também pelo fato de sua superfície apresentar uma camada de óxidos cujas características são desfavoráveis à adesão de materiais cerâmicos e resinosos^{32,40,47,49,52}, necessitando, portanto, de estudos adicionais nesta área.

Um outro aspecto relacionado, que foi muito pouco investigado e tem grande importância, é que estes materiais são empregados na cavidade bucal, que é um ambiente que possui umidade e, portanto, podem sofrer alterações que, por sua vez, poderiam influenciar a durabilidade da união³⁶.

Considerando os fatos apresentados, julgamos importante avaliar o efeito dos primers para metal na união entre metais não nobres e cimentos resinosos, bem como o comportamento desta união na presença de água, com o objetivo de definir parâmetros mais seguros, ainda que insuficientes, para a utilização dos primers na cimentação de restaurações metálicas.

2 REVISÃO DA LITERATURA

van Noort et al.⁴⁵ (1989) investigaram a sensibilidade dos ensaios de resistências de união a alterações nas condições dos mesmos por meio da análise do elemento finito. Os autores observaram que os valores das resistências à tração e ao cisalhamento são altamente dependentes da configuração do teste e dos materiais envolvidos e que esses valores têm pouca relação com os valores reais. Também ressaltaram que existe uma necessidade de padronização dos procedimentos dos ensaios para as medidas das resistências de união para que uma comparação válida universalmente entre os agentes de união possa ser, de fato, realizada.

Atta et al.¹ (1990) avaliaram as resistências à tração e ao cisalhamento da união dos cimentos Panavia Ex (MDP), Super-Bond C&B (4-META) e ABC Cement (UEDMA + monômero adesivo) à liga de NiCr. Discos desta liga foram fundidos, jateados com partículas de óxido de alumínio de 50 μm , submetidos a ciclos de queima da porcelana e cimentados aos pares com um dos cimentos citados. Os espécimes foram submetidos a uma das seguintes condições de armazenamento antes dos ensaios: 1) imersão em água destilada a $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ por 7 dias, 2) idem ao item 1 seguido de termociclagem (500 ciclos, 5°C , 37°C e 60°C e tempo de imersão de 15 segundos) ou 3) imersão em água destilada a $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ por 6 meses. Os maiores valores de resistência foram obtidos pelo Panavia Ex e não sofreram alterações após termociclagem e armazenamento em água, diferentemente dos cimentos Super-Bond C&B

e ABC Cement, os quais tiveram um aumento da resistência após os ciclos térmicos. O ABC Cement resultou nos menores valores de resistência de união dentre os três cimentos, tendo esses valores sido significativamente reduzidos pelo armazenamento em água por 6 meses.

Lautenschlager, Monaghan¹⁷ (1993) afirmaram que características do titânio como baixa densidade, alta relação resistência/massa, baixo módulo de elasticidade, excelente resistência à corrosão, ótima biocompatibilidade, dentre outras, fazem com que este metal encontre diferentes áreas de aplicação dentro da Odontologia, como implantes e próteses. Além disto, destacam necessidades de desenvolvimento de revestimentos mais adequados e de porcelanas de cobertura compatíveis no quesito expansão térmica.

Lorey et al.¹⁸ (1993) objetivaram verificar, por meio de ensaio de tração, o potencial de união do titânio a diferentes substratos empregando vários cimentos. Para tal, 60 cones e 40 discos de titânio c.p. foram confeccionados e distribuídos da seguinte forma: metal-metal e metal-esmalte. Na união metal-metal, os cimentos empregados foram: Infinity; Metabond; All-Bond 2 e Panavia. Na união metal-esmalte, utilizou-se Panavia e Metabond. Os espécimes foram comparados com aqueles confeccionados em liga de NiCr (cones jateados e cimentados em discos com Panavia). As médias de resistência (MPa) na união metal-metal foram: Infinity: $28,1 \pm 3,6$; Metabond: $28,1 \pm 1,0$; All-Bond 2: $49,5 \pm 4,3$ e Panavia: $57,9 \pm 3,1$. Na união metal-esmalte, os valores foram:

Panavia: $18,5 \pm 4,7$ e Metabond: $19,3 \pm 3,5$. Finalmente, a média da união entre Panavia e liga de NiCr foi de $42,9 \pm 6,6$. O titânio foi mais eficazmente unido com os cimentos All-Bond 2 e Panavia. A união do Panavia ao titânio foi significativamente maior do que a união do Panavia à liga de NiCr.

van Meerbeek et al.⁴⁴ (1994) avaliaram a espessura de película e a consistência de 13 cimentos resinosos (Exp. 3M LCR, Choice Porc. A, Brilliant Duo C., Dicor MGC, GCera II, Heliolink, Microfill Pontic C, Mirage FLC, Optec DC Lut., Palfique IRC, Porcelite DCC, Vita Cerec Duo e Vivadent Dual C.), respeitando-se as especificações da ANS/ADA (1977) para o cimento de fosfato de zinco. A espessura de película foi determinada como sendo a diferença entre as espessuras das lâminas de vidro com e sem a película de cimento, enquanto a consistência foi obtida pela medida do diâmetro do cimento após aplicação de carga de 120 g. Apenas os cimentos Dicor MGC, Microfill Pontic C, Choice Porc. A e Brilliant Duo C. apresentaram uma espessura de película maior que 25 μm . Em relação à consistência, os cimentos Dicor MGC, Microfill Pontic C, Brilliant Duo C., Vita Cerec Duo e Porcelite DCC apresentaram uma consistência superior à do fosfato de zinco, que é de 30 ± 1 mm. Observou-se uma forte correlação entre consistência e espessura de película, mas não entre tamanho máximo de partícula e espessura de película, e nem entre conteúdo de partícula e consistência.

Kern, Thompson¹⁴ (1995) analisaram a durabilidade da união de cimentos ao titânio c.p.. Blocos de resina composta quimicamente ativada (Clearfil FII - Kuraray) foram unidos ao titânio por meio dos seguintes sistemas de união: (1) Bis-GMA (Twinlook); (2) silano Espe-Sil /Bis-GMA; (3) Rocatec/silano Espe-Sil /Bis-GMA; (4) Silicoater/silano Siliseal/Bis-GMA; (5) Panavia Ex e (6) Panavia 21 (n=24). Subgrupos de 8 espécimes foram armazenados em solução de saliva artificial por 1, 30 ou 150 dias. As amostras de 30 e de 150 dias foram termocicladas empregando-se 7.500 e 37.500 ciclos térmicos, respectivamente. O emprego dos sistemas Rocatec e Silicoater, promotores de união mecânico-química, e dos cimentos resinosos com monômeros adesivos, resultou em aumento da resistência de união de 2 a 2,5 vezes maior do que a união estabelecida convencionalmente com o cimento à base de Bis-GMA. Além disto, os grupos tratados com aqueles promotores apresentaram durabilidade significativamente maior do que a união titânio/Bis-GMA.

Taira, Imai³⁵ (1995) avaliaram a eficácia de um primer modificado na resistência da união entre resina e metal. Discos de resina acrílica foram cimentados às ligas de AgPd, AuAg e CoCr fundidas e ao titânio c.p. torneado empregando-se um cimento resinoso à base de polimetilmetacrilato e uma mistura de metil metacrilato e tributilborano sendo este usado como iniciador da reação. Para tal, as superfícies metálicas foram inicialmente polidas com lixas de granulação 200 e 600, limpas e tratadas com diferentes modificações do primer Metal Primer (à base de metacrilato tiofosfórico e metil metacrilato) com monômeros

metacrilato fosfórico e/ou peróxido de benzoíla. Os espécimes foram termociclados (2.000 ciclos) e o ensaio de resistência à tração da união foi realizado. Na liga de CoCr e no titânio, somente os grupos nos quais foi empregado o monômero DP (10-metacrilóiloxidecil fosfato) apresentaram resistência significativamente maior do que aqueles sem este monômero. A durabilidade foi significativamente melhorada quando o metacrilato tiofosfórico foi empregado em associação com monômeros fosfato.

Della Bona, van Noort⁷ (1995) publicaram um estudo no qual estudaram a validade do ensaio de resistência ao cisalhamento. Por meio da análise do elemento finito, foi analisada a distribuição do estresse em três configurações diferentes dos espécimes: 1) convencional - um cilindro de resina composta (3,0 mm de diâmetro e 4,0 mm de altura) cimentado em base de porcelana feldspática; 2) reversa - um cilindro de porcelana feldspática (3,0 mm de diâmetro e 4,0 mm de altura) cimentado em base de resina composta; e 3) todo de resina composta, sem interface adesiva. Nas duas primeiras configurações, as interfaces adesivas eram idênticas quanto à forma e a área da superfície. A configuração 3 possuía forma semelhante à do conjunto das configurações 1 e 2. Antes da cimentação, as superfícies foram tratadas com solução de ácido fluorídrico a 9,6% ou com flúor fosfato acidulado a 4%. Uma carga de 10 N foi aplicada paralelamente à base dos espécimes a 0,2 mm distante da interface adesiva. Os resultados da análise do elemento finito indicaram que o ensaio de cisalhamento mede mais a resistência dos materiais do que a resistência da interface adesiva.

Yoshida et al.⁵⁸ (1995) investigaram a resistência ao cisalhamento dos cimentos resinosos Imperva Dual, Panavia 21, Super Bond C&B e Bistite unidos à liga de CoCr por intermédio dos primers para metal Metal Primer (MEPS) e Cesead Opaque Primer (MDP). Discos fundidos foram tratados empregando-se todas as combinações possíveis de primer para metal e cimentos resinosos. Os grupos não tratados com primer foram empregados como controle. Os espécimes foram submetidos a uma das seguintes condições de armazenamento antes dos ensaios: 1) imersão em água destilada a 37°C por 24 horas, 2) termociclagem (500 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto) ou 3) termociclagem empregando-se 100.000 ciclos. A associação do Cesead Opaque Primer aos cimentos Imperva Dual, Super Bond C&B e Bistite promoveu maiores valores de resistência do que os grupos não tratados com primer ou tratados com Metal Primer. Os grupos cimentados com Panavia F não apresentaram diferença significativa entre os três tratamentos de superfície e entre as condições de armazenamento.

Imbery, Eshelman¹¹ (1996) realizaram um histórico da evolução dos diferentes mecanismos de união entre ligas metálicas e materiais resinosos, destacando os aspectos positivos e negativos de cada uma, bem como suas indicações. Além disto, foram comentadas as propriedades dos cimentos resinosos. Baseados na literatura e considerando todos os métodos de união e ligas metálicas disponíveis, algumas associações apresentaram resultados mais promissores que outras, tais como jateamento ou deposição de sílica (SiO_x) para as ligas

não nobres e eletrodeposição de estanho, para as ligas nobres, empregando-se, na seqüência, cimentos resinosos do tipo adesivos que possuem componentes capazes de interagir quimicamente com as superfícies metálicas tratadas, tais como MDP e 4-META, encontrados, respectivamente, nos cimentos Panavia e C&B Metabond. Entretanto, os autores sabiamente lembram da falta de padronização das metodologias, permitindo uma comparação reservada dos resultados.

Wang, Fenton⁴⁷ (1996) fizeram uma revisão da literatura sobre o desenvolvimento e as propriedades do titânio. Sua menor densidade (4,5 g/cm³) em relação às ligas de NiCr e de CoCr, adequada dureza, relação resistência/massa favorável, bem como sua elevada ductilidade e baixa condutividade térmica permitem modificações no desenho das próteses, resultando em maior funcionalidade e conforto. Também foram abordados outros aspectos positivos do titânio como elevadas biocompatibilidade e resistência à corrosão. Finalmente ressaltaram as interações deste metal com os diferentes revestimentos e os obstáculos existentes em relação aos óxidos metálicos formados na superfície do titânio.

Yoshida et al.⁵⁷ (1996) compararam a durabilidade e a resistência ao cisalhamento das combinações entre três primers para metal e três cimentos resinosos [Imperva Dual (4-AET), Panavia 21 (MDP), Super-Bond C&B (4-META)] em ligas de AgPdCuAu e de CoCr. Discos fundidos foram obtidos com cada uma das duas ligas. Na liga de AgPdCuAu, os três

cimentos foram testados em combinação com os primers Metal Primer (MEPS), V-Primer (VBATDT) ou sem primer adesivo. Na liga de CoCr, os cimentos foram combinados com Metal Primer, Cesead Opaque Primer (MDP) ou sem primer adesivo. Os espécimes foram então: 1) armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas, 2) termociclados (4°C e 60°C – tempo de imersão de 1 minuto) empregando-se 20.000 ciclos térmicos ou 3) 50.000 ciclos térmicos. Nas três condições de armazenamento, a associação do Metal Primer a um dos três cimentos em liga de Ag-Pd-Cu-Au resultou em resistência significativamente maior em relação aos respectivos grupos sem primer. Em liga de CoCr, os grupos do Panavia 21 não apresentaram diferença significativa entre os três tratamentos de superfície, em todas as condições de armazenamento. Ainda nesta liga, a associação do Cesead Opaque Primer com os cimentos Imperva Dual ou com Super-Bond C&B resultou nos maiores valores de resistência após os 50.000 ciclos térmicos.

Cronin, Cagna⁶ (1997) abordaram os principais fatores que deveriam ser considerados na confecção de próteses parciais fixas e fizeram comentários a respeito das propriedades dos cimentos disponíveis para a fixação destas restaurações, chamando atenção para algumas desvantagens do cimento de fosfato de zinco tais como baixo pH inicial, elevada solubilidade ao meio oral e total dependência da geometria dos preparos para promover retenção das restaurações. Por estes motivos, o emprego deste cimento vem sendo substituído por outros materiais presentes no mercado como os cimentos de ionômero de vidro

convencionais e modificados por resina e os cimentos resinosos que, segundo os autores, apresentam propriedades melhoradas, tais como maior resistência, menor solubilidade e maior capacidade de união.

Taira et al.³⁶ (1997) investigaram a resistência de união ao titânio, empregando-se cinco primers [Super Bond Liquid (4-META), Metal Primer [MEPS], Acryl Bond, Tokuso Rebase MR. Bond e All-Bond 2 Primer B] e dois cimentos resinosos (MMA-TBB e All Bond 2 C&B Luting Composite). As superfícies do titânio c.p. foram lixadas com discos de granulação 240 a 600, jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm e tratadas com as combinações de primers e cimentos resinosos já apresentados (n=10). Os espécimes foram armazenados em água destilada por 24 horas e apenas metade foi termociclada (100.000 ciclos – 4°C e 60°C – tempo de imersão de 1 minuto). Após o ensaio de cisalhamento, também foi avaliada a falha em microscopia óptica, tendo sido classificada como adesiva (interface resina/metálico), coesiva (no cimento) ou mista (combinação das anteriores). Todos os primers aumentaram a resistência de união ao titânio e três deles (Super Bond, Metal Primer e Tokuso Rebase) demonstraram maior durabilidade em relação aos demais (Acryl Bond e All Bond 2 Primer B). O cimento resinoso MMA-TBB exibiu maior potencial de união quando comparado ao cimento convencional. A maior força de união foi obtida com a combinação do primer à base de 4-META e o cimento MMA-TBB.

Yoshida, Atsuta⁵³ (1997) publicaram um estudo no qual avaliaram a eficácia de combinações realizadas com os primers adesivos Metal Primer (MEPS) e V-Primer (VBATDT) e os cimentos resinosos Imperva Dual (4-AET), Panavia 21 (MDP) e Super-Bond C&B (4-META) na resistência e durabilidade de união em duas ligas nobres. Discos de dois tamanhos diferentes confeccionados em liga de Ag-Pd-Cu-Au e de ouro tipo IV foram tratados ou não com os primers e cimentados com cada um dos cimentos resinosos (n=15). Os espécimes receberam uma das seguintes condições de armazenamento: 1) 24 horas em água destilada; 2) 24 horas em água destilada e 50.000 ciclos térmicos (4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto) e 3) 24 horas em água destilada e 100.000 ciclos térmicos. Metal Primer foi eficaz em aumentar as resistências ao cisalhamento entre cada um dos três cimentos resinosos e as duas ligas em relação aos espécimes que não receberam primer. Os resultados mostraram que os espécimes cimentados na ausência de primer falharam na interface cimento-metal, enquanto os que receberam Metal Primer apresentaram falha mista. Além disso, os espécimes que apresentaram maior força de adesão foram os cimentados com Super-Bond C&B, tratados previamente com Metal Primer ou V-Primer. Conclui-se que o uso de Metal Primer confere maior durabilidade na união entre cimentos resinosos e ligas nobres. O V-Primer foi ineficaz no aumento da adesão dos cimentos Panavia 21 e Imperva Dual, enquanto aumentou a força de união entre o Super-Bond C&B e ambas as ligas.

Segundo Christensen⁴ (1998), os cimentos resinosos são os materiais de eleição para a cimentação de restaurações estéticas indiretas, uma vez que os cimentos de fosfato de zinco, policarboxilato de zinco e ionoméricos são pouco resistentes para sua utilização na cimentação de tais restaurações. Além disto, foi apontada a ligeira expansão após a presa do ionômero de vidro modificado por resina, aumentando o risco de fratura das restaurações cerâmicas. As vantagens destacadas dos cimentos resinosos são: insolubilidade aos fluidos orais, reduzida espessura de película e capacidade de união à estrutura dental, às cerâmicas e aos polímeros. Também foi comentado que os cimentos resinosos duais não fotoativados nunca são tão completamente polimerizados como os cimentos resinosos quimicamente ativados.

França et al.⁹ (1998) analisaram a resistência à tração entre uma liga de NiCr e os cimentos resinosos Comspan, Panavia Ex e All-Bond C&B, empregando-se os seguintes tratamentos de superfície dos discos metálicos: 1) lisa, 2) jateamento, 3) ataque eletrolítico e 4) Silicoater. Após a cimentação dos pares de discos, os espécimes receberam as seguintes condições de armazenamento: 1) em solução de cloreto de sódio a 0,9% por 3 dias ou 2) na mesma solução por 30 dias intercalando com termociclagem (600 ciclos, 5°C e 55°C e tempo de imersão de 1 minuto). Independentemente do cimento e da condição de armazenamento, as superfícies lisas e as tratadas com Silicoater resultaram, respectivamente, nos menores e nos maiores valores de resistência. A associação do jateamento ao Panavia Ex também alcançou

elevada resistência. A maior resistência foi obtida pela combinação do Silicoater com o cimento All-Bond C&B. A imersão prolongada com termociclagem não influenciou na retentividade das superfícies jateadas.

Ozcan et al.²⁹ (1998) publicaram uma revisão da literatura sobre os diferentes métodos de tratamento das ligas metálicas desenvolvidos com a finalidade de aprimorar a união de materiais resinosos às mesmas. Dos métodos mecânicos, os que têm mostrado resultados mais promissores são o jateamento com partículas de óxido de alumínio, para ligas de metais não nobres, cuja finalidade é a remoção da camada de óxidos e criação de rugosidades na superfície metálica com conseqüente aumento da área de união, apresentando maior praticidade em relação ao ataque eletrolítico, e a eletrodeposição de estanho, desenvolvida especialmente para ligas de metais nobres, resultando na formação de cristais que facilitam a penetração da resina e, portanto, favorecem a imbricação mecânica. Em relação aos métodos de retenção química, o que ficou mais em evidência pelos resultados obtidos e pela possibilidade de aplicação em ligas de metais nobres e não nobres, foi o da deposição de camada de SiO_x , a qual liga-se quimicamente tanto à superfície metálica quanto à resina. Paralelamente ao surgimento das técnicas de retenção mecânica e química, foram desenvolvidos cimentos resinosos denominados *adesivos*, tais como Panavia, C&B Metabond, SuperBond, entre outros, destacados pela sua capacidade de adesão, por meio de ligações químicas às superfícies metálicas, bem como estruturas dentais e resinas, apresentando resultados altamente satisfatórios.

Rosenstiel et al.³³ (1998), tecendo comentários sobre as propriedades dos cimentos empregados na cimentação de próteses parciais fixas, afirmaram que a biocompatibilidade dos cimentos resinosos depende do seu grau de conversão e que, portanto, a sensibilidade apresentada pelo paciente quando do emprego deste material pode estar relacionada à polimerização incompleta do mesmo. Estes autores ainda chamam a atenção, por meio da citação de alguns trabalhos, a respeito da maior capacidade retentiva dos cimentos resinosos adesivos na cimentação de infra-estruturas metálicas quando comparados com os cimentos resinosos convencionais, ionoméricos e de fosfato de zinco. Finalmente discutem a contração de polimerização dos cimentos resinosos podendo esta constituir-se em um sério problema quando o estresse gerado supera a resistência adesiva ou coesiva do agente de cimentação.

Taira et al.³⁹ (1998) investigaram a eficácia de três primers [Cesead Opaque Primer (MDP), Metal Primer (MEPS) e Metal Primer II (MEPS)] na resistência de união entre titânio e quatro cimentos resinosos [Super Bond C&B (4-META), Imperva Dual (4-AET), Bistite (MAC-10) e Panavia 21 (MDP)]. Discos de titânio c.p. foram unidos entre si empregando-se doze combinações diferentes entre primers e cimentos, além de quatro grupos controle. Os espécimes receberam um dos seguintes tratamentos antes do ensaio de cisalhamento: 1) armazenados em água destilada a 37° por 24 horas e 2) termociclados (100.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto). A resistência sofreu influência da termociclagem, dos primers, dos cimentos resinosos e das combinações. Não houve diferença

significativa entre os grupos que não foram termociclados. Após a termociclagem, os grupos que demonstraram as maiores resistências foram as combinações dos primers Cesead Opaque Primer e Metal Primer II com os cimentos Imperva Dual, Panavia 21 e Super Bond C&B.

Taira et al.⁴⁰ (1998) analisaram o efeito de tratamentos do titânio na resistência de união entre este metal e um cimento resinoso, intermediada por um primer. Discos em titânio foram fundidos e receberam uma das seguintes condições: 1) nenhum tratamento, 2) polimento abrasivo ou 3) polimento abrasivo seguido de jateamento com partículas de óxido de alumínio. Posteriormente, as superfícies metálicas foram tratadas com Cesead Opaque Primer (MDP) e então discos de resina acrílica foram cimentados com um cimento resinoso (MMA-TBB). Os espécimes receberam um dos seguintes tratamentos antes do ensaio de cisalhamento: 1) armazenados em água destilada a 37° por 24 horas e 2) termociclados (5.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto). Após termociclagem, a maior resistência de união foi obtida com jateamento com partículas de óxido de alumínio. De acordo com os autores, o excesso de camada de óxidos que se forma espontaneamente na superfície do titânio é uma possível causa da menor durabilidade de materiais resinosos a este metal e tal problema pode ser minimizado com o jateamento que deixa uma reduzida película de óxidos na superfície, sendo essencial para uma união estável.

Yoshida et al.⁵⁴ (1998) avaliaram a solubilidade de algumas categorias de cimentos em duas soluções diferentes. A partir dos cimentos Elite Cement 100 (fosfato de zinco), HY-Bond Carbo-Plus (policarboxilato de zinco), Fuji I (ionômero de vidro) e All-Bond C&B, Panavia 21 e Super-Bond C&B (sendo os três resinosos), foram confeccionados discos de 15mm de diâmetro e 0,6mm de espessura. Os espécimes foram armazenados, por 24 horas, em ambiente a 37°C com 100% de umidade relativa, e posteriormente imersos, por 30 dias, em 50 ml de uma das seguintes soluções: 1) água destilada (pH 5,7) e 2) 0,001 mol/l de ácido láctico (pH 4,0). A porcentagem de solubilidade dos cimentos foi obtida calculando-se a diferença entre as massas antes e após a imersão dos espécimes e multiplicando-a por 100. Os autores observaram que, em ambas as soluções, os três cimentos resinosos foram menos solúveis que os demais, os quais, por sua vez, apresentaram a seguinte ordem decrescente de solubilidade: policarboxilato de zinco, fosfato de zinco e ionômero de vidro.

Campos et al.³ (1998) observaram a infiltração marginal em coroas metálicas fundidas fixadas com diferentes agentes cimentantes. Após a realização de preparos cavitários em 20 dentes naturais extraídos, coroas em liga de NiCr Durabond MS, foram confeccionadas e cimentadas nos respectivos dentes com os cimentos de fosfato de zinco e resinoso Panavia 21. Os espécimes foram então submetidos à ciclagem térmica e, a seguir, imersos em solução de azul de metileno a 0,5% durante 4 horas. Após a secção vestibulo-lingual, os mesmos foram examinados com lupa para

analisar possível infiltração do corante. Os autores observaram que todos os espécimes do grupo constituído pelo fosfato de zinco apresentaram infiltração atingindo dentina e polpa, enquanto no grupo cujas coroas foram cimentadas com cimento resinoso, não foi observado qualquer sinal de infiltração.

Diaz-Arnold et al.⁸ (1999) publicaram um artigo abordando as principais propriedades dos cimentos empregados na cimentação de próteses parciais fixas. Em relação ao cimento de fosfato de zinco, sua elevada resistência à compressão (80,0 a 110,0 MPa) e adequada resistência à tração (5,0 a 7,0 MPa) permitem que este material seja empregado mesmo em regiões de maior esforço mastigatório. Entretanto, sua elevada solubilidade aos fluidos bucais, baixo pH inicial e dependência da forma do preparo para promover retenção mecânica são considerados aspectos indesejáveis. Apesar de o cimento de policarboxilato de zinco apresentar adesão química às estruturas dentais, ser biocompatível ao complexo dentina-polpa e possuir maior resistência à tração (8 a 12 MPa) em relação ao cimento anterior, sua menor resistência à compressão (55 a 85 MPa) acabou limitando seu emprego a regiões de menor força mastigatória. Os cimentos de ionômero de vidro apresentam maior resistência à compressão (90 a 230 MPa), adesão à estrutura dental e menor infiltração marginal em relação aos cimentos descritos anteriormente. O grande problema deste material, principalmente no caso dos ionômeros convencionais, é sua elevada solubilidade quando em contato com umidade durante seu período de presa inicial. Finalmente, os

cimentos resinosos apresentam elevada resistência à compressão e à tração diametral, são praticamente insolúveis no meio oral e sua união às estruturas dentais se dá por meio de sistemas adesivos. Alguns destes materiais contêm componentes capazes de promover adesão às estruturas metálicas, resultante de ligações químicas. Entretanto, determinadas características dos cimentos resinosos como desgaste, degradação hidrolítica e contração de polimerização geram grande preocupação entre os pesquisadores. Diante do exposto, os autores concluíram que não existe um cimento ideal para todas as situações clínicas e que cada material pode ser considerado fisicamente e quimicamente único.

No trabalho de Matsumura et al.²⁶ (1999), foi avaliado o efeito de quatro primers para metal [Alloy Primer (MDP), Metal Primer II (MEPS), Metaltite (MTU-6) e V Primer (VBATDT)] na durabilidade da união entre uma resina fotoativada (Axis) e uma liga de Ag-Pd-Cu-Au. A partir desta liga, foram fundidos 80 discos, cujas superfícies foram lixadas com lixas de granulação 600 e posteriormente jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm. Os discos foram então tratados com um dos primers para metal e um quinto grupo não recebeu primer (n=16). Os espécimes de cada grupo (n=8) foram subdivididos de acordo com o tratamento realizado antes do ensaio de cisalhamento: 1) armazenamento em água destilada a 37° por 24 horas ou 2) termociclagem (20.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto). Tanto nos grupos termocicladados quanto nos não termocicladados, as maiores resistências foram alcançadas pelos primers Metal Primer II, Alloy Primer e Metaltite. Em todos os

grupos, com exceção do V-Primer, apresentaram redução significativa da resistência com a termociclagem.

Matsumura et al.²⁴ (1999) estudaram a resistência adesiva e a durabilidade da união da associação V Primer (monômero VBATDT) e Super-Bond (monômero 4-META) nas ligas de ouro tipo IV, de AuPtPd, de PdGaCo, de AgInZn, de AgPdCu e finalmente na Ag pura. Discos fundidos confeccionados com as ligas descritas anteriormente e discos usinados de Ag pura foram lixados com lixas de carbeto de silício de granulação 600 e jateados com partículas de Al_2O_3 de 50 μm . (32 pares de cada metal). Metade dos discos (16 pares) foi tratada com V Primer e a outra metade não recebeu primer para metal. Pares de discos foram cimentados com o cimento resinoso Super-Bond. Após sua confecção, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas ou termociclados (100.000 ciclos, 4 °C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto). Antes de serem submetidos ao ensaio de cisalhamento. O modo de fratura foi observado em microscópio óptico. Os valores de resistência de todos os grupos não termociclados (com e sem primer) variou entre 39,8 a 42,5 MPa, não tendo havido diferença estatística entre eles. A termociclagem reduziu significativamente a resistência de todos os grupos. Os grupos condicionados com primer (com exceção da liga de AgInZn) apresentaram maior resistência pós-termociclagem em relação aos que não receberam primer e suas resistências (dos grupos condicionados com primer) foram estatisticamente iguais entre si. Concluiu-se que o monômero VTD é significativamente mais eficaz que o monômero 4-META.

Cobb et al.⁵ (2000) observaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união entre liga nobre e resina composta. Cem discos de liga de AuPd foram fundidos. Oitenta discos foram polidos e suas superfícies receberam um dos seguintes tratamentos (n=20): 1) ponta diamantada; 2) jateamento com partículas de óxido de alumínio por meio de jateador intra-oral; 3) jateamento com KPC-2000 e 4) jateamento com Cojet Sand – partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica. Metade dos discos (n=10) foi tratada com silano antes da cimentação com All-Bond 2 e resina composta Pertac-Hybrid. Os espécimes foram termociclados (300 ciclos – 5°C e 55°C) e posteriormente submetidos ao ensaio de cisalhamento. Os espécimes remanescentes foram utilizados na análise de microscopia eletrônica para avaliação da morfologia das superfícies tratadas e EDS na análise da composição dessas superfícies. O jateamento com Cojet Sand seguido da aplicação do silano promoveu a maior resistência de união, enquanto a asperização com ponta diamantada, a menor. O silano não aumentou a resistência das superfícies tratadas com ponta diamantada ou com óxido de alumínio. Nas superfícies tratadas com partículas de óxido de alumínio, foi encontrada alta concentração do elemento alumínio e nas tratadas com Cojet Sand, alta concentração dos elementos alumínio e silício. A baixa resistência obtida neste estudo em relação à encontrada na literatura foi justificada pela alta concentração de estresse no topo dos espécimes, reduzindo os valores.

Matsumura et al.²⁵ (2000) avaliaram a força de união (resistência ao cisalhamento) entre um cimento resinoso e ligas nobres empregando-se os primers para metal Alloy Primer (MDP) e Metaltite (MTU-6). Discos fundidos foram obtidos de cada um dos seguintes metais: Ag pura, AgInZn, AgPdCu, AuPtPd, PdGaCo e ouro tipo IV. As superfícies metálicas foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm, tratadas com um dos primers para metal e então pares de discos foram cimentados com Super-Bond Opaque (4-META). Os espécimes foram: 1) armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas ou 2) termociclados (100.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto) (n=8). Os resultados obtidos mostraram que, antes da termociclagem, obtiveram maior resistência em relação aos grupos sem primer os metais AuPtPd e AgPdCu, com Metaltite, o ouro tipo IV, com Alloy Primer, e PdGaCo e AgInZn com ambos os primers. Apenas a Ag pura não foi beneficiada com nenhum dos primers. Após a termociclagem, todos os metais obtiveram maior resistência em relação aos grupos sem primer, com exceção do AgInZn que apresentou igualdade estatística entre as três condições. Nas ligas de AuPtPd e PdGaCo, o Metaltite teve um desempenho menor que o Alloy Primer e, nos demais metais, foram iguais. A resistência de todos os grupos foi significativamente reduzida com a termociclagem.

Ohkubo et al.²⁸ (2000) analisaram a resistência ao cisalhamento entre uma resina e titânio puro, liga de Ti6Al4V e de CoCr, empregando-se diferentes primers para metal. Discos foram fundidos com os três metais. As superfícies dos discos foram jateadas com partícula de óxido de

alumínio de 50 μm e tratadas com Metal Primer II (MEPS), Cesead Opaque Primer (MDP), Meta Base (4-META), um primer experimental ou sistema Siloc. Uma resina à base de PMMA foi aplicada sobre as superfícies tratadas. Espécimes sem primers foram empregados como grupos controle. Os espécimes receberam um dos seguintes tratamentos antes do ensaio de cisalhamento: 1) armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas e 2) termociclados (2.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto). Em ambas as condições de armazenamento, todos os primers avaliados promoveram um aumento significativo da resistência ao cisalhamento nos três metais e, dentro de cada tratamento, não houve diferença significativa entre os metais. Após a termociclagem, a resistência dos grupos tratados com Meta Base e com Siloc foi reduzida significativamente. O Meta Base mostrou a menor durabilidade entre os primers.

Taira et al.⁴¹ (2000) verificaram a eficácia de três primers para metal [Alloy Primer (MDP + VBATDT), Cesead Opaque Primer (MDP) e Metal Primer II (MEPS)] na união entre titânio c.p. (usinado e fundido) e dois cimentos resinosos (Panavia 21 e Super Bond C&B). Os discos foram unidos com oito combinações de três primers e dois cimentos resinosos (Panavia 21 e Super Bond C&B), além de dois controles. A resistência ao cisalhamento foi determinada: 1) após armazenamento em água destilada a 37° por 24 horas e 2) após termociclagem (10.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto). Não houve diferença significativa entre os dois métodos de processamento do titânio e nem entre os primers para

metal. As maiores resistências foram obtidas com a associação dos três primers com o cimento Super Bond C&B, sendo que, apenas nesses grupos, os valores foram significativamente maiores do que os grupos controle.

Yanagida et al.⁴⁹ (2001) avaliaram a capacidade adesiva dos primers para metal (seus monômeros funcionais encontram-se entre parênteses) Acryl Bond (4-AET), All Bond 2 Primer B (BPDM), Alloy Primer (MDP e VBATDT), Cesead II Opaque Primer (MDP), Eye Sight Opaque Primer (MP), Metafast Bonding Liner (4-META), Metal Primer II (MEPS) e MR Bond (MAC-10) e de um sistema de modificação de superfície (Siloc) empregados na união entre uma resina composta fotoativada (Artglass) e discos fundidos em liga de Ti-6Al-7Nb. Trinta minutos após a confecção dos espécimes, estes foram imersos em água destilada a 37°C por 24 horas ou então termociclados (20.000 ciclos, 4°C e 60°C, 1 minuto por banho) (n=8). Posteriormente, os espécimes foram submetidos ao ensaio de cisalhamento. O sistema Siloc mostrou a maior resistência de união pós-termociclagem, seguido dos grupos condicionados com Cesead II Opaque Primer e Alloy Primer, sendo que ambos contêm MDP.

Yoshida et al.⁵⁵ (2001) investigaram a eficácia dos primers para metal Alloy Primer (MDP + VBATDT), Metal Primer II (MEPS) e Metaltite (MTU-6) na durabilidade e na resistência ao cisalhamento da união entre os cimentos resinosos Bistite II (MAC-10), Panavia F (MDP) e Super Bond C&B (4-META) e liga de AgPdCuAu. Discos fundidos foram tratados com as

diferentes combinações dos primers para metal com os cimentos (n=10). Grupos que não receberam primer foram utilizados como grupos controle. Metade dos espécimes foi armazenada em água destilada a 37°C e a outra metade foi submetida à termociclagem (100.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto). Os primers Metal Primer II e Metaltite associados aos três cimentos promoveram resistência significativamente maior do que os respectivos grupos controle. Entretanto, aos 100.000 ciclos térmicos, os grupos tratados com um destes dois primers e cimentados com Super Bond C&B tiveram uma redução significativa da resistência em relação aos grupos não termocicladados. As combinações do Alloy Primer com os cimentos Bistite II e Panavia F apresentaram menor resistência em relação aos grupos que não receberam primer e, além disto, apresentaram falha do tipo adesiva após ciclagem térmica. Este primer somente foi efetivo no aumento da resistência do Super Bond C&B.

Yoshida et al.⁵⁶ (2001) verificaram o efeito dos primers para metal Metal Primer II (MEPS), Alloy Primer (MDP e VBATDT) e Metaltite (MTU-6) na resistência ao cisalhamento da união entre liga de AgPdCuAu e as resinas fotoativadas Axis, Cesead II, Solidex e Dentacolor. Discos fundidos foram tratados com as doze combinações de primers e resinas citados anteriormente. Os grupos que não receberam primers foram empregados como controle (n=10). Os espécimes foram divididos em subgrupos da seguinte forma: 1) armazenamento em água destilada a 37°C por 24 horas e 2) idem ao item anterior seguido de termociclagem (20.000 ciclos, 4°C e 60°C, 1 minuto por banho). Nos grupos não termocicladados, todos os

primers aumentaram as resistências ao cisalhamento das resinas. Todos os espécimes apresentaram falha adesiva, ou seja, na interface resina-metal. Dentre resistências da união das quatro resinas em relação aos grupos sem primer. Dentre os grupos termociclados, as maiores resistências foram alcançadas pelas combinações do Alloy Primer com Dentacolor e do Metaltite com Axis, Cesead II e Dentacolor.

Hibino et al.¹⁰ (2002) avaliaram o efeito da variação na proporção pó/líquido dos ionômeros de vidro Fuji I, Hy-Bond Glasionomer CX e DNT Ionomer nas resistências à compressão, à tração diametral e ao cisalhamento. Esta última resistência foi investigada nos metais AuAgCu, AgPdAu, NiCr e Ti c.p.. Além disto, também foi verificado se há ou não correlação entre resistência mecânica e resistência adesiva. Observou-se um aumento das resistências à compressão, à tração diametral e ao cisalhamento com o aumento da proporção pó/líquido, tendo esta última modalidade de resistência se comportado de forma semelhante em todos os metais. Foi encontrada uma forte correlação entre resistência à tração diametral e resistência ao cisalhamento e entre resistência à compressão e resistência ao cisalhamento. Finalmente, a resistência ao cisalhamento dos ionômeros de vidro unidos aos metais não nobres foi maior do que nos metais nobres, sendo que nestes últimos, diferentemente dos primeiros, só houve falha adesiva.

Kadoma¹² (2002) investigou o efeito dos monômeros EP3MA, EP8MA (desenvolvidos para ligas nobres), MDP e suas associações, na

resistência à tração de uma resina - com dois diferentes iniciadores (TBBO e BPO-DEPT) – unida às ligas de AuCuAgPtPd, AgPdCuAu, AgZnInCu, CoCrMo, NiCr e ao titânio c.p.. As superfícies metálicas foram polidas com lixas de granulação 1.000, 2.000 e 4.000 e posteriormente lavadas com acetona. Após a aplicação dos primers EP3MA, EP8MA, MDP, EP3MA-MDP e EP8MA-MDP, diluídos em etanol ou acetona, cilindros da mesma liga foram unidos entre si com resina (MMA-PMMA) (n=5). Os espécimes foram termociclados (2.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto) e submetidos ao ensaio mecânico. O monômero MDP aumentou significativamente a resistência de todos os metais avaliados, em relação aos grupos que não receberam primer. Os monômeros EP3MA e EP8MA promoveram aumento da resistência apenas nas ligas nobres. De uma forma geral, as associações EP8MA-MDP e EP3MA-MDP foram mais eficazes do que os monômeros empregados isoladamente.

Rocha et al.³² (2002) publicaram um artigo de revisão sobre os mecanismos químicos desenvolvidos e disponíveis para contornar a dificuldade de união de materiais de cobertura estética ao titânio, resultante da presença da camada de óxidos formada na superfície deste metal devido a sua elevada reatividade. Dentre os recursos existentes, destacou-se a deposição de sílica por meio dos sistemas Rocatec, Siloc, Silicoater MD e o emprego de diferentes monômeros funcionais adesivos, chamando a atenção para a necessidade de se realizar estudos adicionais que contribuam nesta área.

Yanagida et al.⁵¹ (2002) verificaram os efeitos de oito primers para metal – Acryl Bond (4-AET), All Bond 2 Primer B (BPDM), Alloy Primer (MDP e VBATDT), Cesead Opaque Primer (MDP), Eye Sight Opaque Primer (MP), Metafast Bonding Liner (4-META), Metal Primer II (MEPS) e MR Bond (MAC-10) – e de uma técnica de modificação de superfície conhecida por sistema Siloc, na resistência ao cisalhamento da união da resina composta Artglass ao titânio c.p. fundido. Os discos de titânio foram regularizados com lixa de granulação 600 e jateados com partículas de óxido de alumínio. Após aplicação dos tratamentos descritos anteriormente, as superfícies receberam aplicação da resina. Metade dos espécimes foi termociclada (20.000 ciclos, 4°C e 60°C, tempo de imersão de 1 minuto). As resistências de todos os grupos foram reduzidas com os 20.000 ciclos térmicos. Dentre os grupos termociclados, aqueles tratados com Cesead Opaque Primer ou com sistema Siloc foram os que apresentaram maior resistência.

Kadoma¹³ (2003) estudou o efeito dos monômeros desenvolvidos para ligas nobres 5VS, VBATDT e EP8MA na resistência à tração de uma resina - com dois diferentes iniciadores (TBBO e BPO-DEPT) – unida às ligas de AuCuAgPtPd, AgPdCuAu, AgZnInCu, CoCrMo, NiCr e ao titânio c.p. As superfícies metálicas foram polidas com lixas de granulação 1.000, 2.000 e 4.000 e posteriormente lavadas com acetona. Após a aplicação dos primers, diluídos em etanol ou acetona, cilindros da mesma liga foram unidos entre si com resina (MMA-PMMA) (n=5). Os espécimes foram termociclados (2.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto)

e submetidos ao ensaio mecânico. O monômero 5VS aumentou a resistência de união em todos os metais avaliados em relação aos grupos sem primer. O monômero EP8MA foi eficaz apenas nas ligas nobres e, finalmente, o monômero VBATDT, mostrou ser interessante nas ligas nobres e, na resina com iniciador BPO-DEPT, nas ligas de NiCr e titânio.

Matsumura et al.² (2003) avaliaram os efeitos do primer para metal Cesead Opaque Primer (MDP) na resistência ao cisalhamento da união do cimento resinoso quimicamente ativado Super Bond C&B ao titânio c.p., ao Ni c.p. e a uma liga de TiNi. Discos foram fundidos, regularizados com lixa de granulação 600 e jateados com partículas de óxido de alumínio de 50 µm e tratados ou não com primer, antes da inserção do cimento. Metade dos grupos recebeu termociclagem (20.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto). O tratamento com o primer Cesead Opaque Primer aumentou significativamente a resistência adesiva em todos os metais avaliados, sendo de 21,6 para 30,4 MPa no titânio c.p., de 9,3 para 19,5 MPa no Ni c.p. e finalmente de 19,3 para 41,5 MPa na liga de TiNi. A termociclagem reduziu a resistência de todos os grupos, com exceção da liga de TiNi tratada com primer, que não sofreu efeito das variações térmicas.

Parsa et al.³⁰ (2003) analisaram a resistência à tração das ligas de AuPdAg e de NiCrBe tratadas e cimentadas ao esmalte com um cimento resinoso. Sessenta molares tiveram suas superfícies vestibulares preparadas e então foram incluídos com resina acrílica. Sessenta padrões

de cera foram incluídos e fundidos sendo 40 de liga nobre e 20 de liga não nobre. Das 40 fundições da liga nobre, 20 receberam eletrodeposição de estanho, 20 foram tratadas com Alloy Primer (MDP). Todas as fundições da liga não nobre foram jateadas. Todos os espécimes foram cimentados ao esmalte com Panavia F e armazenados em ambiente com 100% de umidade a 37°C, metade por 24 horas e metade para 7 dias. Posteriormente, foram termociclados (500 ciclos, 5°C e 55°C e tempo de imersão de 30 segundos) e ensaiados. Exemplares de cada grupo foram analisados em MEV para determinar o modo de fratura. Observou-se que a resistência dos espécimes tratados com eletrodeposição de estanho foi significativamente maior do que a daqueles que receberam Alloy Primer que, por sua vez, apresentaram menor resistência que a dos grupos jateados, constituídos pela liga de NiCrBe. Estes últimos grupos obtiveram resistência significativamente menor aos 7 dias do que às 24 horas. A análise em MEV revelou fratura mista em todos os grupos.

Von Schalch et al.⁴⁶ (2003) publicaram um artigo de revisão sobre as opções de tratamento existentes que poderiam ser empregadas na superfície de restaurações metálicas para cimentação. Os autores propuseram uma classificação: 1) tratamentos que promovem retenção mecânica onde estariam incluídos macroretenção (perfurações de Rochette, pérolas de resina, deposição de cristais de sal e sistema Duralingual), microretenção (ataque eletrolítico, condicionamento ácido, jateamento com partículas de óxido de alumínio e asperização com ponta diamantada) e 2) tratamentos que promovem adesão participando desta

categoria as diferentes técnicas de oxidação da superfície (como eletrodeposição de estanho), de deposição de sílica (sistemas Rocatec e Silicoater, dentre outros) e os cimentos resinosos adesivos que contêm monômeros funcionais que promovem união química entre cimento e metal. Com base nos estudos levantados, observou-se que uma maior resistência de união é obtida quando são empregados tratamentos que promovem adesão em relação àqueles que promovem retenção mecânica.

Watanabe et al.⁴⁸ (2003) examinaram o efeito dos primers para metal V-Primer (VBATDT), Metal Primer II (MEPS), Cesead II Opaque Primer (MDP) e um primer experimental na resistência de união entre uma resina fotopolimerizada e liga de ouro, liga de AgAuPd e titânio c.p.. Superfícies dos discos fundidos foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm e tratadas com um dos primers citados antes da aplicação da resina. Os grupos sem primer foram empregados como controle. Posteriormente, os espécimes receberam um dos seguintes tratamentos: 1) armazenamento em água destilada a 37°C por 24 horas, 2) termociclagem (5.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto) ou 3) idem ao item 2, porém com 10.000 ciclos. Após as ciclagens térmicas, os três metais avaliados alcançaram maiores valores de resistência em relação aos demais grupos com os primers experimental e Cesead II Opaque Primer.

Yanagida et al.⁵² (2003) avaliaram a eficácia de primers para metal na resistência ao cisalhamento da união entre resina acrílica e liga de

titânio (Ti-6Al-7Nb). Confeccionou-se discos em titânio fundido, cujas superfícies foram regularizadas com lixa de granulação 600 e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm. Posteriormente, foram empregadas 24 combinações de oito primers para metal [Acryl Bond (4-AET), All-Bond 2 Primer B (BPDM), Alloy Primer (VBATDT e MDP), Cesead II Opaque Primer (MDP), Metafast Bonding liner (4-META), Metal Primer II (MEPS), MR Bond (MAC-10) e Super Bond Liquid (4-META)] e três resinas acrílicas quimicamente ativadas [Repairsin (MMA, PMMA, BPO), Super Bond C&B (4-META, MMA, PMMA, TBB) e Tokuso Rebase (PEMA, BPO)]. Os grupos sem primer foram empregados como controle. Posteriormente, os espécimes receberam um dos seguintes tratamentos: 1) armazenamento em água destilada a 37°C por 24 horas, 2) termociclagem (20.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto). Após os ciclos térmicos, a associação Alloy Primer/ Super Bond C&B registrou a maior resistência, seguida dos grupos Cesead II Opaque Primer/Super Bond C&B e Metal Primer II/ Super Bond C&B. As resistências pós- termociclagem dos grupos sem primer/Super Bond e Alloy Primer/Repairsin foram comparáveis. Os menores valores de resistência foram apresentados pelos grupos constituídos pela resina Tokuso Rebase, não havendo diferença significativa entre eles.

Taira et al.³⁸ (2004) investigaram os efeitos de soluções para condicionamento químico e de dois primers para metal [Cesead II Opaque Primer (MDP) e Metal Primer II (MEPS)] na resistência ao cisalhamento da união entre titânio c.p. e cimentos resinosos [Super Bond C&B (4-META) e

MMA-TBB]. Soluções de 0, 5 ou 10%, em massa, de AHF (ammonium hydrogen fluoride) e de 0, 0,03, 0,3 ou 3%, em massa, de CC (cupric chloride) foram utilizadas, associadas ou não. Discos fundidos em titânio tiveram suas superfícies regularizadas com lixas 600 e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm. Posteriormente, as diferentes soluções foram aplicadas durante 10 segundos e foram empregadas as combinações de primers para metal e cimentos resinosos. Dois grupos sem primer e outros dois sem solução ácida serviram como grupos controle. A resistência foi determinada: 1) após armazenamento em água destilada a 37°C por 24 horas e 2) após termociclagem (10.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto). Os valores de resistência pós-termociclagem dos grupos que receberam primer foi significativamente maior do que aqueles sem primer. A associação de 5%, em massa, de AHF e de 0,3%, em massa, de CC aumentaram a durabilidade da união. Observações microscópicas revelaram vários cristais nos grupos tratados com as soluções.

Yanagida et al.⁵⁰ (2004) observaram os efeitos de soluções para condicionamento químico e de dois primers para metal [Cesead II Opaque Primer (MDP) e Metal Primer II (MEPS)] na resistência ao cisalhamento da união entre liga de titânio (TiNbAl) e um cimento resinoso [MMA-TBB]. Foram utilizadas soluções de 5 wt% de AHF (ammonium hydrogen fluoride) e de 0,3 wt% de CC (cupric chloride), associadas ou não. Discos fundidos em liga de titânio tiveram suas superfícies regularizadas com lixas de granulação 600 e jateadas com partículas de óxido de alumínio de

50 μm . Posteriormente, as diferentes soluções foram aplicadas durante 10 segundos e foram empregadas as combinações de primers para metal e cimento resinoso. Grupos sem primer e outros sem solução ácida serviram como grupos controle. A resistência foi determinada: 1) após armazenamento em água destilada a 37°C por 24 horas e 2) após termociclagem (10.000 ciclos, 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto). Os valores de resistência pós-termociclagem dos grupos que receberam primer foi significativamente maior do que aqueles sem primer. A resistência sofreu influência da termociclagem, da solução de AHF e do primer. Os maiores valores foram obtidos com 5%, em massa, de AHF com ou sem 0,3%, em massa, de CC. As superfícies tratadas com soluções ácidas apresentaram pequenos cristais em sua superfície sugerindo aumento da retenção mecânica.

Matinlinna et al.²³ (2004) fizeram uma descrição das propriedades físicas e químicas dos silanos, bem como de sua indicação e das principais experiências clínicas. Para tal, realizaram um levantamento de trabalhos relacionados do período entre 1958 e 2002. Os autores observaram uma grande utilização desses materiais na prótese e na dentística restauradora. Além disto, viram que a maioria dos resultados clínicos apontaram para um papel significativo dos silanos na adesão. Comentaram que os mecanismos de reação dos silanos não estão totalmente compreendidos e que existem várias teorias para explicar os mecanismos de união dos silanos aos substratos. Concluíram que os

silanos devem continuar sendo estudados e que eles têm um papel essencial no desenvolvimento dos materiais.

Kibayashi et al.¹⁵ (2005) publicaram um estudo no qual foi avaliado o efeito da exposição da superfície do titânio c.p. ao plasma em diferentes condições de gás atmosférico. Três formas diferentes de amostras (disco, barra e cilindro) foram obtidas a partir do corte do titânio. As superfícies foram regularizadas com lixas de granulação 1000, devidamente limpas e tratadas em atmosfera de ar, CO₂ e C₃F₈ empregando-se um equipamento de exposição ao plasma. Foram realizadas, nos discos, medidas da energia livre da superfície em água, em tetrabromoetano e em diiodometano. As barras foram empregadas na análise XPS. Finalmente, no ensaio de cisalhamento, os cilindros de titânio c.p., tratados conforme descrito anteriormente, foram cimentados em amostras de aço inoxidável cujas superfícies também foram polidas com lixas de granulação 1000 e então jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm. Nesta etapa, os procedimentos de cimentação foram: 1) resina Unifast Trad (pó e líquido); 2) pó do Unifast Trad e líquido do Super Bond C&B (4-META); 3) pó do Unifast Trad e líquido do Multi-Bond (MAC-10); 4) pó do Unifast Trad e líquido do Unifast Trad + HEMA e 5) Alloy Primer (MDP + VBATDT) e Unifast Trad (pó e líquido). A exposição ao plasma em atmosfera de ar e de CO₂ aumentou a resistência ao cisalhamento dos cimentos ao titânio em relação ao grupo que não recebeu exposição ao plasma. Contrariamente, os grupos expostos ao plasma em atmosfera de C₃F₈ apresentaram redução significativa da resistência em relação ao grupo

controle. Também foi observado que os monômeros VBATDT e MDP são mais eficazes que os monômeros 4-META e MAC-10, respectivamente.

Taira et al.³⁷ (2006) compararam os efeitos de quatro substâncias condicionadoras na resistência da união entre titânio e um cimento resinoso. As superfícies de 60 discos de titânio c.p. fundido foram polidas com lixas de granulação 320, 400 e 600 e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 μm . Na seqüência, estas superfícies foram condicionadas com soluções aquosas de NaF, NH_4F , NaFHF e NH_4FHF durante 30 segundos e tratadas com Alloy Primer. Um grupo controle sem condicionamento da superfície foi empregado. Discos de resina acrílica foram cimentados a estas superfícies com o cimento resinoso quimicamente ativado Super-Bond Quick. Metade dos espécimes foi submetida à termociclagem (10.000 ciclos – 4°C e 60°C e tempo de imersão de 1 minuto) antes do ensaio de cisalhamento. Não houve diferença significativa entre os grupos não termociclados. Dentre os grupos termociclados, aqueles tratados com as soluções à base de NaFHF e NH_4FHF obtiveram resistência significativamente maior que os demais grupos, os quais, por sua vez, apresentaram igualdade estatística entre si.

Tsuchimoto et al.⁴³ (2006) avaliaram os efeitos dos monômeros 4-META e 10-MDP – nas concentrações de 0,1, 1,0 e 10%, em massa, – na resistência à tração dos cimentos Super Bond C&B e Panavia F ao titânio. As superfícies do titânio c.p. foram regularizadas com lixas de granulação 600, limpas com etanol durante 5 minutos em ultra som e posteriormente

receberam uma das combinações dos seis primers e dois cimentos. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas e então ensaiados. No Panavia F, o MDP na concentração de 10%, em massa, resultou em resistência significativamente maior que as demais concentrações do mesmo monômero e que todas as concentrações do monômero 4-META. No cimento Super Bond C&B, os grupos tratados foram iguais ao grupo que não recebeu tratamento (grupo controle).

Tsuchimoto et al.⁴² (2006) investigaram a eficácia de métodos de tratamento do titânio visando um aprimoramento da união entre cimento/titânio e entre titânio/faceta de resina. Discos de titânio c.p. foram tratados com duas concentrações de ácido clorídrico (0,1 N e 1,0 N), ácido fosfórico a 37°C ou não receberam tratamento (grupo controle) e posteriormente unidos ao cimento resinoso Panavia F. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas ou então termociclados (20.000 ciclos, 5°C e 55°C e tempo de imersão de 1 minuto) (n=10) e então submetidos ao ensaio de tração. Os grupos não termociclados não apresentaram diferença significativa entre si. A termociclagem reduziu significativamente a resistência de todos os grupos experimentais, com exceção do grupo tratado com ácido clorídrico 1,0 N. Não houve diferença de rugosidade entre as superfícies tratadas e não tratadas. O ácido clorídrico efetivamente descontaminou a superfície do titânio, aumentando a absorção dos grupos fosfóricos presentes no monômero MDP do cimento Panavia F, enquanto o ácido fosfórico foi fortemente absorvido pela superfície do metal, inibindo aquela absorção.

Koizumi et al.¹⁶ (2006) analisaram a resistência ao cisalhamento da união entre liga de Ti-6Al-7Nb fundida e os cimentos resinosos Super-Bond C&B e Multi Bond intermediada ou não pelos primers Alloy Primer e M.L. Primer. Um total de 96 discos de liga de titânio foram fundidos, polidos com lixas de granulação 600 e jateados com partículas de óxido de alumínio de 50 a 70 μm . Após a cimentação, os espécimes foram armazenados em água destilada por 24 horas ou submetidos à 20.000 ciclos térmicos antes do ensaio de cisalhamento. Nas três condições de superfície (tratadas com Alloy Primer, com M.L. Primer e sem primer), o Super-Bond C&B apresentou maior resistência de união do que o Multi Bond. No primeiro cimento, não houve diferença estatística entre as três condições de superfície, enquanto no segundo, os primers promoveram um aumento significativo da resistência em relação ao grupo não tratado. A termociclagem reduziu significativamente a resistência de união de todos os grupos. De acordo com os autores, a maior resistência adesiva do Super-Bond C&B em relação ao cimento Multi Bond pode ser explicada pela não ocorrência de reação de seu iniciador tri-n-butilborano com componentes do primer, diferentemente do que ocorre no cimento Multi Bond, cujo iniciador da reação de polimerização - sistema peróxido-amina - reage quimicamente com monômeros ácidos, reduzindo a resistência de união do cimento ao substrato metálico.

No estudo de Matinlinna et al.²¹ (2006), foram avaliados três silanos puros ou misturados com um silano de ligação cruzada não funcional na resistência ao cisalhamento de união entre uma resina à base de Bis-GMA

e titânio c.p.. Este metal foi cortado em barras (1 mm espessura x 20 mm de largura x 40 mm de comprimento), cujas superfícies foram jateadas com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica (sistema Rocatec – 3M Espe) e tratadas com um dos seguintes silanos: 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane, N-[3-(trimethoxysilyl)propyl]ethylenediamine e [3-(triethoxysilyl)propyl]urea. Cada silano foi aplicado puro ou associado ao silano de ligação cruzada não funcional 1,2-bis-(triethoxysilyl)ethane que, por sua vez, foi ativado por 1 ou 24 horas. Blocos de resina à base de bis-GMA foram fotoativados nas superfícies tratadas. Metade dos espécimes foi termociclada (6.000 ciclos – 5°C e 55°C e tempo de imersão de 30 segundos). O tempo de ativação do silano de ligação cruzada não exerceu influência na resistência de união. Tanto nos grupos termociclados quanto nos não termociclados, aqueles que apresentaram maior resistência foram os dois constituídos pelo silano 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane adicionados do silano de ligação cruzada. Em todos os grupos formados por este silano, houve falha coesiva da resina. Numericamente, todos os silanos modificados promoveram aumento da resistência em relação ao respectivo silano puro.

Matinlinna et al.²⁰ (2006) investigaram o efeito de cinco marcas comerciais de silanos na resistência de união entre o cimento RelyX ARC e o titânio c.p.. Barras de titânio foram cortadas e tiveram suas superfícies jateadas com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica (sistema Rocatec – 3M Espe). Posteriormente, foram aplicados, na superfície metálica jateada, um dos seguintes silanos: RelyX Ceramic Primer, Bisco

Porcelain Primer, Cimara, ESPE Sil e Pulpdent Silane Bond Enhancer. Na seqüência, o cimento resinoso RelyX foi fotopolimerizado sobre as superfícies tratadas. Metade dos grupos foi termociclada (6.000 ciclos – 5°C e 55°C e tempo de imersão de 30 segundos). Os grupos foram submetidos ao ensaio de cisalhamento. Nos grupos não termociclados, o menor valor de resistência foi obtido com o silano Pulpdent enquanto os demais apresentaram igualdade estatística. Nos grupos termociclados, o Pulpdent continuou apresentando a menor resistência, os silanos Bisco Porcelain Primer e RelyX Ceramic Primer, a maior, e o Cimara e o ESPE Sil, resistência intermediária. A termociclagem reduziu significativamente a resistência dos grupos tratados com os silanos Cimara, ESPE Sil e RelyX Ceramic Primer. Os autores observaram que os silanos com pH mais baixo apresentaram maior eficácia.

Matinlinna et al.²² (2007) avaliaram a eficácia de cinco silanos na resistência ao cisalhamento de união entre o cimento resinoso RelyX ARC e titânio c.p. Este metal foi cortado em barras (1 mm espessura x 20 mm de largura x 40 mm de comprimento), cujas superfícies foram jateadas com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica (sistema Rocatec – 3M Espe) e tratadas com um dos seguintes silanos: 3-acryloyloxypropyltrimethoxysilane (ACR), N-[3-(trimethoxysilyl)propyl]ethylenediamine (TPEA), 3-mercaptopropyltrimethoxysilane (MER), bis-[3-(triethoxysilyl)propyl]polysulfide (PSS) e 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane (ESPE Sil) (grupo controle). Na seqüência, o cimento resinoso RelyX ARC foi fotopolimerizado sobre as

superfícies tratadas. Metade dos grupos foi termociclada (6.000 ciclos – 5°C e 55°C e tempo de imersão de 30 segundos). Tanto nos grupos termociclados quanto nos não termociclados, os menores valores de resistência foram obtidos pelos silanos TPEA e PSS, enquanto as maiores resistências foram alcançadas pelo ACR e MPS, também nas duas condições de armazenamento. A termociclagem reduziu a resistência de união de todos os silanos.

Matinlinna, Vallittu¹⁹ (2007) publicaram uma revisão de literatura sobre os silanos na união resina-metal, abordando os métodos de tratamento da superfície baseados na silanização. De acordo com os autores, os silanos têm a propriedade de estabelecer uma união entre materiais orgânicos e inorgânicos. Também comentam que, para um agente de união ser eficaz, ele deve promover um adequado molhamento do substrato e deve haver retenção micromecânica. Os silanos podem ser descritos pela fórmula $R-Y-SiX_3$, sendo R um grupo orgânico (possui C=C) não hidrolisável que se liga à porção orgânica (polimeriza com monômeros dos materiais resinosos); Y é um intermediador e Xs são grupos hidrolisáveis que se conectam às superfícies inorgânicas como, por exemplo, superfícies jateadas com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica.

Schneider et al.³⁴ (2007) publicaram um estudo no qual foi avaliado o efeito do período decorrente entre jateamento e cimentação de cimentos

resinosos ao titânio c.p.. Cento e vinte discos de titânio c.p. fundidos foram polidos com lixas de granulação 320, 400 e 600 e jateados com partículas de óxido de alumínio de 50 μm . A cimentação dos pares de discos foi realizada: 1) 10 minutos ou 2) 24 horas após o jateamento com as seguintes combinações: 1) Alloy Primer + Panavia F ou 2) silano Ceramic Primer + Rely X, resultando em 4 grupos. Não houve diferença significativa entre os grupos, ou seja: 1) o tempo pós jateamento não influenciou a resistência dos cimentos e 2) os cimentos apresentaram resistência de união estatisticamente iguais.

Plácido et al.³¹ (2007) realizaram uma avaliação da distribuição do estresse nos testes de resistência ao cisalhamento e resistência ao micro-cisalhamento por meio de análise do elemento finito. Esta análise bi-dimensional foi realizada por meio dos softwares MSCPatran e MSCMarc. As configurações dos ensaios foram realizadas com base nos trabalhos de cisalhamento e micro-cisalhamento publicados na literatura. Valores dos módulos de elasticidade e da proporção de Poisson foram estabelecidos para resina, dentina e adesivo. A carga foi aplicada em diferentes distâncias da interface dentina-adesivo, variando entre 0,25 e 2,0 mm na resistência ao cisalhamento e entre 0,05 e 0,4 (escala 1:5). Os estresses máximos de tração e de cisalhamento, bem como a distribuição do estresse ao longo da interface foram analisados. De acordo com os autores, a distribuição do estresse foi sempre não uniforme e diferiu significativamente entre os testes de cisalhamento e micro-cisalhamento. Estresses de tração foram maiores do que os estresses de cisalhamento.

Para reduzir ao máximo a concentração do estresse, foi estabelecida uma distância de aplicação da carga apropriada para cada teste sendo de 1,0 mm para cisalhamento e de 0,1 mm para micro-cisalhamento. Segundo os autores, estas distâncias deveriam ser padronizadas nos ensaios experimentais.

Bertolotti² (2007) publicou um estudo no qual faz uma retrospectiva das modalidades de tratamento de superfície do metal e da porcelana desenvolvidas ao longo do tempo com o objetivo de melhorar cada vez mais a adesão de materiais resinosos a esses substratos. São tecidos comentários sobre o jateamento com partículas de Al_2O_3 que, segundo o autor, promove uma superfície descontaminada e com elevada energia que propicia um aumento do molhamento dessa superfície tratada com os agentes de união aplicados na seqüência. São citadas outras modalidades de tratamento como oxidação a alta temperatura, imersão em agentes oxidantes e anodização, as quais não são mais utilizadas. A deposição da camada de $SiOx-C$ por meio de equipamentos especiais (sistema Silicoater) ou, mais recentemente, por meio de jateamento (sistemas Rocatec e Cojet) são tratamentos que, além de criarem rugosidade, permitem uma união química com o silano que é aplicado posteriormente. Existem também os adesivos “universais” como o All-Bond 2 System (Bisco), Clearfil Photo-Bond e Clearfil SE Bond que podem funcionar como os primers para metal. Igualmente importantes, encontram-se os materiais resinosos (cimentos resinosos e primers para metal) que contêm monômeros adesivos capazes de reagir quimicamente com os óxidos

metálicos presentes na superfície das ligas. A eletrodeposição de estanho, desenvolvida especialmente para as ligas nobres, é outra modalidade de tratamento após jateamento convencional. O resultado é a presença de uma camada de óxido de estanho que promove retenção mecânica, pela formação de cristais, e estabelece ligações químicas com os materiais resinosos.

3 PROPOSIÇÃO

Diante dos fatos considerados na seção Introdução, foi propósito deste estudo:

⇒ analisar, por meio de ensaio de cisalhamento, o efeito de dois primers para metal (Alloy Primer e Metaltite) na união entre seus respectivos cimentos resinosos (Panavia F e Bistite DC) e dois metais não nobres (liga de NiCr e titânio comercialmente puro);

⇒ investigar o efeito do armazenamento em água nos diferentes tratamentos;

⇒ comparar ambos os metais (liga de NiCr e titânio comercialmente puro) diante dos tratamentos empregados.

4 MATERIAL E MÉTODO

Para este estudo, foram confeccionados 80 discos nas dimensões de aproximadamente 9 mm de diâmetro e 3 mm de altura em liga de NiCr VeraBond II (AALBA Dent. Inc., EUA) e 80 em titânio comercialmente puro (Ti c.p.) Tritan de grau 2 (Dentaurum, Pforzheim, Alemanha).

4.1 Confeção dos discos em liga de NiCr

Para a confecção dos discos em liga de NiCr, foi utilizada uma matriz metálica circular contendo um orifício de 9 mm de diâmetro e 3 mm de altura (Figura 1).



FIGURA 1 – Matriz metálica.

Essa matriz foi isolada com vaselina, posicionada sobre uma tira de poliéster e seu orifício, com auxílio de um conta gotas, foi preenchido com cera Excelsior (S.S.White) fundida no aparelho Dippy Pro (Yeti Dental) à aproximadamente 83°C. Após o total preenchimento do orifício, uma outra tira de poliéster e uma massa de 500 g foram posicionadas sobre o conjunto para a padronização da pressão.

Esse conjunto permaneceu sobre bancada por 5 minutos para aguardar seu resfriamento e, então, o padrão de cera foi destacado da matriz. Em cada anel de silicone para fundição, foram posicionados, por meio de *sprues* de cera pré-fabricados, três padrões de forma que ficassem na mesma altura.

Após a aplicação de agente umectante Excelsior (S.S.White), 90,0 g do pó e 22,5 mL do líquido do revestimento fosfatado Heat Shock (Polidental) foram espatulados mecanicamente a vácuo e a mistura foi vertida no anel, sob vibração, até total preenchimento. Vinte minutos após o vazamento, o conjunto foi removido do anel e a superfície superior do revestimento foi recortada para facilitar a eliminação dos gases durante o processo de fundição. Este conjunto, juntamente com o cadinho empregado na fundição, foram levados ao forno EDGCON 3P (EDG Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos), o qual já se encontrava pré-aquecido à 800°C, para eliminação da cera. Ambos permaneceram em seu interior pelo tempo necessário para que a temperatura atingisse 950°C e se mantivesse neste patamar por 10 minutos.

Após este período, o cadinho foi removido do forno, posicionado na centrífuga e, no seu interior, foram colocadas 9,45 g de liga (correspondente a 2 lingotes), a qual foi fundida com maçarico de gás-oxigênio. O molde de revestimento foi retirado do forno, posicionado na centrífuga e a liga fundida foi injetada no interior do mesmo. Após o resfriamento do conjunto à temperatura ambiente, as peças foram desincluídas, os condutos eliminados com disco de carborundum e os discos metálicos jateados para limpeza das superfícies.

4.2 Confeção dos discos em titânio c.p.

Os passos para obtenção dos padrões de cera foram semelhantes aos descritos anteriormente. Em cada anel de silicone nº 3 (Dentaurum, Pforzheim, Alemanha) foram posicionados, por meio de *sprues* de cera pré-fabricados, três padrões de cera de forma que ficassem na mesma altura. Após aplicação do agente umectante Excelsior (S.S.White), 200 g de pó e 32 mL do líquido do revestimento Rematitan Plus (Dentaurum, Pforzheim, Alemanha) foram espatulados mecanicamente a vácuo e a mistura foi vertida no anel, sob vibração, até total preenchimento. Dez minutos após, o conjunto foi removido do anel e a superfície superior do revestimento foi recortada para facilitar a eliminação dos gases. A eliminação da cera foi realizada no forno EDG 2000 10P (EDG Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos), empregando-se os ciclos de aquecimento apresentados na Tabela 1.

Tabela 1- Ciclos de aquecimento para o revestimento Rematitan Plus

Temperatura	Patamar	Tempo de permanência no patamar
Ambiente – 150°C	150°C	90 minutos
150°C – 250°C	250°C	90 minutos
250°C – 1000°C	1000°C	60 minutos
1000°C – 430°C	430°C	120 minutos

velocidade de aquecimento/resfriamento: 5°C/minuto

A fundição do titânio c.p. foi realizada na máquina Discovery Plasma (EDG Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos) em atmosfera de gás argônio. Esta máquina possui duas câmaras: uma superior (câmara de fusão), na qual são posicionados o cadinho de cobre e o

eletrodo de tungstênio, e uma inferior, onde coloca-se o molde de revestimento.

O titânio c.p. fornecido na forma de discos de 17 mm de diâmetro e 15 mm de altura e massa de 15 g foi inserido no cadinho à distância de 5 mm do eletrodo, usado para produzir o arco voltaico que funde o metal. Após a fusão do metal, o cadinho foi vertido para baixo e, devido à gravidade e à diferença de pressão entre as duas câmaras, dada pelo argônio, o metal fundido foi injetado no interior do molde.

Após a fundição, o conjunto foi resfriado por imediata imersão em água, conforme as orientações do fabricante. As peças foram desincluídas, os condutos eliminados em cortadeira Metaserv 1000 (Buehler, Illinois, EUA) e os discos jateados para limpeza das superfícies.

4.3 Inclusão dos discos metálicos

Obtidos os discos metálicos, os mesmos foram incluídos em anel de PVC com resina acrílica quimicamente ativada Clas-Mold (Artigos Odontológicos Clássico Ltda, São Paulo) de forma que uma de suas superfícies ficasse exposta e centralizada (Figura 2).



FIGURA 2 – Corpo metálico incluído.

4.4 Tratamentos das superfícies dos discos

Após a inclusão dos discos, os mesmos tiveram suas superfícies regularizadas com lixas de carbetto de silício de granulação 320, 400 e 600 na politriz Metaserv 2000 (Buehler Ltd, Coventry, England) e jateadas, durante 20 segundos, com partículas de óxido de alumínio de 50 µm no aparelho Biojato Master (Bio-Art, Equipamentos Odontológicos Ltda, Brasil), com pressão de 45 psi e distância de 10 mm entre a ponta do aparelho e a superfície em metal.

Os espécimes de cada metal foram divididos aleatoriamente em 4 grupos de 20, os quais receberam um dos seguintes tratamentos: 1) Panavia F; 2) Alloy Primer e Panavia F (ambos da Kuraray Co. Ltd, Japão); 3) Bistite DC e 4) Metaltite e Bistite DC (ambos da Tokuyama, Japão). Estes materiais estão apresentados nas Figuras 3 e 4.



FIGURA 3 – Alloy Primer e Panavia F.



FIGURA 4 – Metaltite e Bistite DC.

Os materiais foram aplicados na área adesiva delimitada por uma matriz metálica bipartida de 5 mm de diâmetro interno e 2 mm de altura posicionada sobre uma das extremidades do PVC por meio de um anel metálico centralizador (Figuras 5 e 6).



FIGURA 5– Anel centralizador e matriz.



FIGURA 6– Conjunto posicionado.

Nos grupos tratados com primers para metal, estes foram aplicados com pincel. Os cimentos resinosos duais foram proporcionados em massa em balança de precisão Gehaka modelo BG 440 (São Paulo, Brasil), espatulados e inseridos na matriz. Sobre este conjunto, foram posicionadas consecutivamente uma tira de poliéster, uma lâmina de vidro e massa de 5 kg para padronização da pressão.

Considerando que na cimentação de restaurações metálicas, os cimentos resinosos são privados da fotoativação, aquele conjunto foi mantido no interior de uma caixa de revelação radiográfica, protegido da ação da luz, durante 40 minutos, aguardando-se parte da presa obtida exclusivamente pela ativação química.

A seguir, a matriz foi removida e os espécimes (Figura 7) armazenados no interior de frascos escuros contendo água destilada, em estufa a 37°C, por 24 horas. Posteriormente, os espécimes foram termociclados em máquina simuladora de ciclagem térmica modelo MSCT-3 empregando-se 1.000 ciclos térmicos alternados com água a 5°C e 55°C, com permanência de 30 segundos em cada banho.

Com a finalidade de se avaliar também o efeito do armazenamento em água na resistência de união das diferentes condições experimentais, foram propostos dois períodos diferentes de armazenamento pós termociclagem: 1) 24 horas e 2) 6 meses, após os quais os espécimes foram submetidos ao ensaio.

O ensaio de cisalhamento foi realizado em máquina de ensaios Material Test System 810 (Minnesota, USA), com célula de carga de 10 kN e velocidade do atuador de 0,5 mm/min. Utilizou-se uma ponta em forma de cunha tangente à superfície metálica, promovendo uma força vertical na interface adesiva (Figura 8). Os valores de resistência ao cisalhamento foram registrados em MPa e tabulados para a análise estatística.



FIGURA 7– Espécime.



FIGURA 8– Ensaio de cisalhamento.

4.5 Análise de fratura

Após o ensaio de cisalhamento, a superfície dos espécimes foi observada em lupa estereoscópica (Carl Zeiss – JENA, Alemanha) com aumento de 30 vezes, tendo as imagens sido capturadas pelo programa Leica (CK Comércio Ltda, São Paulo). A fratura foi classificada, por um único observador calibrado, como adesiva, coesiva ou mista.

Para esta classificação, a área adesiva foi dividida em quadrantes e em cada um deles foi observado o tipo de fratura predominante. A fratura foi classificada como adesiva ou coesiva caso um destes tipos de fratura predominasse em três ou mais quadrantes, e como mista caso dois quadrantes apresentassem falha adesiva e os outros dois, falha coesiva.

Para efeito de ilustração, o tipo de fratura predominante em cada grupo experimental também foi observado em microscópio eletrônico de varredura JSM – T330A (Jeol, Japão), com aumento de 500 vezes.

4.6 Planejamento Experimental

No presente estudo, foram feitas as seguintes comparações: 1) individualmente para cada metal, entre os tratamentos às 24 horas de armazenamento; 2) individualmente para cada metal, entre os tratamentos aos 6 meses de armazenamento; 3) individualmente para cada metal e tratamento de superfície, entre os tempos de armazenamento; 4) às 24 horas de armazenamento e individualmente para cada tratamento, entre os metais e 5) aos 6 meses de armazenamento e individualmente para cada tratamento, entre os metais.

Uma vez que as amostras obtidas preencheram os requisitos para aplicação de testes paramétricos, as análises comparativas descritas nos itens 1 e 2 foram realizadas por meio de análise de variância (ANOVA) com um critério de classificação e teste de Tukey. Em contrapartida, as citadas nos itens 3, 4 e 5 foram feitas empregando-se teste t de Student não pareado.

Foi adotado nível de significância de 5%.

5 RESULTADO

1. Liga de NiCr

Os valores de resistência ao cisalhamento (RC) dos grupos confeccionados em liga de NiCr e avaliados após 24 horas e 6 meses de armazenamento encontram-se, respectivamente, nas Tabelas 1A e 2A do Apêndice.

1.1 Comparação entre os tratamentos às 24 horas de armazenamento

Na Tabela 1, encontra-se a análise de variância que indica haver diferença entre os tratamentos no tempo de armazenamento de 24 horas ($P < 0,05$). Na Tabela 2, estão apresentadas as médias, desvios-padrão e os grupamentos apontados pelo teste de Tukey.

Tabela 1 - Análise de variância

Fonte de variação	Soma dos quadrados	G.L.	Quadrados médios	F	Prob (H0)
Entre tratamentos	82,058	3	27,353	19,604	0,000
Resíduo	50,230	36	1,395		
Variação total	132,288	39			

Tabela 2 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e grupamentos

Panavia F	Alloy Primer + Panavia F	Bistite II DC	Metaltite + Bistite II DC
8,25 ± 1,68 (A)	5,39 ± 1,09 (B)	5,00 ± 0,98 (B)	4,61 ± 0,77 (B)

valor crítico de Tukey: 1,21

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significante

1.2 Comparação entre os tratamentos aos 6 meses de armazenamento

Na Tabela 3 encontra-se a análise de variância que indica haver diferença entre os tratamentos no tempo de armazenamento de 6 meses ($P < 0,05$). Na Tabela 4, estão apresentadas as médias, desvios-padrão e os grupamentos apontados pelo teste de Tukey.

Tabela 3 - Análise de variância

Fonte de variação	Soma dos quadrados	G.L.	Quadrados médios	F	Prob (H0)
Entre tratamentos	98,742	3	32,914	47,749	0,000
Resíduo	24,815	36	0,689		
Varição total	123,558	39			

Tabela 4 - Médias de RC (MPa), desvios-padrão e grupamentos

Panavia F	Alloy Primer + Panavia F	Bistite II DC	Metaltite + Bistite II DC
7,21 ± 1,38 (A)	5,51 ± 0,61 (B)	3,74 ± 0,59 (C)	3,21 ± 0,34 (C)

valor crítico de Tukey: 0,79

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significante

1.3 Comparação entre os tempos de armazenamento para cada tratamento

As Tabelas 5, 6, 7 e 8 mostram as médias, desvios-padrão e valores de P resultantes do teste t de Student realizado individualmente para cada tratamento.

⇒ Panavia F

Tabela 5 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

24 horas	6 meses	P
8,25 ± 1,68 (A)	7,21 ± 1,38 (A)	0,149

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

⇒ Alloy Primer + Panavia F

Tabela 6 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

24 horas	6 meses	P
5,39 ± 1,09 (A)	5,51 ± 0,61 (A)	0,774

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

⇒ Bistite II DC

Tabela 7 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

24 horas	6 meses	P
5,00 ± 0,98 (A)	3,74 ± 0,59 (B)	0,003

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

⇒ Metaltite + Bistite II DC

Tabela 8 – Médias de RC, desvios-padrão e valor de p

24 horas	6 meses	P
4,61 ± 0,77 (A)	3,21 ± 0,34 (B)	0,000

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

2. Titânio

Os valores de resistência ao cisalhamento (RC) dos grupos confeccionados em titânio e avaliados após 24 horas e 6 meses de armazenamento encontram-se, respectivamente, nas Tabelas 3A e 4A do Apêndice.

2.1 Comparação entre os tratamentos às 24 horas de armazenamento

Na Tabela 9 encontra-se a análise de variância que indica haver diferença entre os tratamentos no tempo de armazenamento de 24 horas ($P < 0,05$). Na Tabela 10, estão apresentadas as médias, desvios-padrão e os grupamentos apontados pelo teste de Tukey.

Tabela 9 - Análise de variância

Fonte de variação	Soma dos quadrados	G.L.	Quadrados médios	F	Prob (H0)
Entre tratamentos	174,887	3	58,296	36,56	0,000
Resíduo	57,402	36	1,595		
Varição total	232,290	39			

Tabela 10 - Médias de RC (MPa), desvios-padrão e grupamentos

Panavia F	Alloy Primer + Panavia F	Bistite II DC	Metaltite + Bistite II DC
10,57 ± 1,77 (A)	8,74 ± 0,92 (B)	5,24 ± 0,95 (C)	6,24 ± 1,22 (C)

valor crítico de Tukey: 1,52

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significante

2.2 Comparação entre os tratamentos aos 6 meses de armazenamento

Na Tabela 11 encontra-se a análise de variância que indica haver diferença entre os tratamentos no tempo de armazenamento de 6 meses ($P < 0,05$). Na Tabela 12, estão apresentadas as médias, desvios-padrão e os grupamentos apontados pelo teste de Tukey.

Tabela 11 - Análise de variância

Fonte de variação	Soma dos quadrados	G.L.	Quadrados médios	F	Prob (H0)
Entre tratamentos	499,082	3	166,361	62,199	0,000
Resíduo	96,288	36	2,675		
Varição total	595,370	39			

Tabela 12 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e grupamentos

Panavia F	Alloy Primer + Panavia F	Bistite II DC	Metaltite + Bistite II DC
13,86 ± 2,60 (A)	12,64 ± 1,26 (A)	5,75 ± 0,81 (B)	6,80 ± 1,30 (B)

valor crítico de Tukey: 1,97

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

2.3 Comparação entre os tempos de armazenamento para cada tratamento

As Tabelas 13, 14, 15 e 16 mostram as médias, desvios-padrão e valores de P resultantes do teste t de Student realizado individualmente para cada tratamento.

⇒ Panavia F

Tabela 13 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

24 horas	6 meses	P
10,57 ± 1,77 (B)	13,86 ± 2,60 (A)	0,004

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

⇒ Alloy Primer + Panavia F

Tabela 14 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

24 horas	6 meses	P
8,74 ± 0,92 (B)	12,64 ± 1,26 (A)	0,000

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

⇒ Bistite II DC

Tabela 15 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

24 horas	6 meses	P
5,24 ± 0,95 (A)	5,75 ± 0,81 (A)	0,214

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

⇒ Metaltite + Bistite II DC

Tabela 16 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

24 horas	6 meses	P
6,24 ± 1,22 (A)	6,80 ± 1,30 (A)	0,332

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

3. Liga de NiCr e Titânio

3.1 Comparação entre os metais para cada tratamento às 24 horas de armazenamento

As Tabelas 17, 18, 19 e 20 mostram as médias, desvios-padrão e valores de P resultantes do teste t de Student realizado individualmente para cada tratamento.

⇒ Panavia F

Tabela 17 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

NiCr	Titânio	P
8,25 \pm 1,68 (B)	10,57 \pm 1,77 (A)	0,008

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

⇒ Alloy Primer + Panavia F

Tabela 18 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

NiCr	Titânio	P
5,39 \pm 1,09 (B)	8,74 \pm 0,92 (A)	0,000

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

⇒ Bistite II DC

Tabela 19 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

NiCr	Titânio	P
5,00 \pm 0,98 (A)	5,24 \pm 0,95 (A)	0,569

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

⇒ Metaltite + Bistite II DC

Tabela 20 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

NiCr	Titânio	P
4,61 ± 0,77 (B)	6,24 ± 1,22 (A)	0,002

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

4. Liga de NiCr e Titânio

4.1 Comparação entre os metais para cada tratamento aos 6 meses de armazenamento

As Tabelas 21, 22, 23 e 24 mostram as médias, desvios-padrão e valores de P resultantes do teste t de Student realizado individualmente para cada tratamento.

⇒ Panavia F

Tabela 21 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

NiCr	Titânio	P
7,21 ± 1,38 (B)	13,86 ± 2,60 (A)	0,000

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

⇒ Alloy Primer + Panavia F

Tabela 22 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

NiCr	Titânio	P
5,51 ± 0,61 (B)	12,64 ± 1,26 (A)	0,000

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

⇒ Bistite II DC

Tabela 23 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

NiCr	Titânio	P
3,74 ± 0,59 (B)	5,75 ± 0,81 (A)	0,000

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

⇒ Metaltite + Bistite II DC

Tabela 24 – Médias de RC (MPa), desvios-padrão e valor de p

NiCr	Titânio	P
3,21 ± 0,34 (B)	6,80 ± 1,30 (A)	0,000

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa

Análise de fratura

De acordo com as análises, todos os grupos experimentais apresentaram predominância de fratura do tipo adesiva, ou seja, ocorridas entre metal e cimento resinoso.

As Figuras 9, 10, 11 e 12 correspondem aos grupos de 24 horas de armazenamento dos espécimes confeccionados em liga de NiCr.

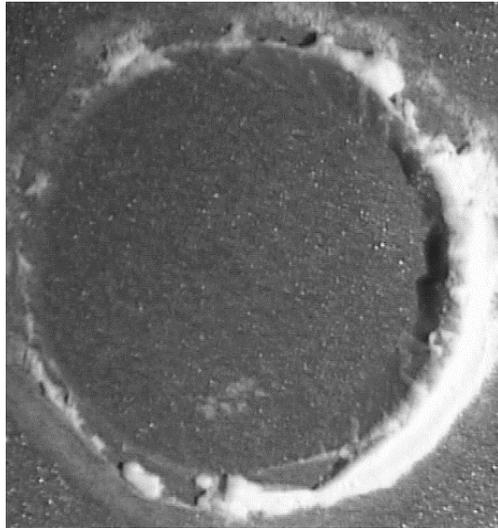


FIGURA 9- Panavia F.

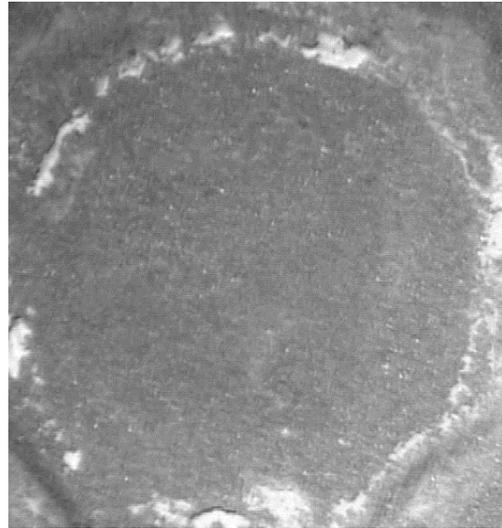


FIGURA 10- Alloy Primer + Panavia F.

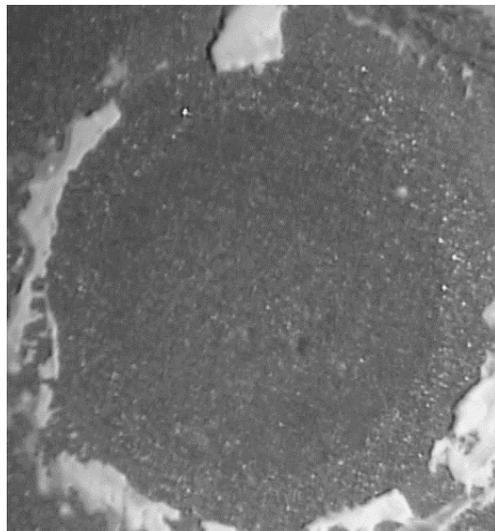


FIGURA 11- Bistite DC.

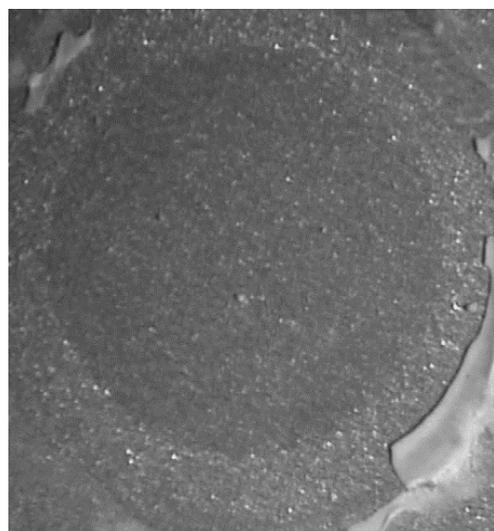


FIGURA 12- Metaltite + Bistite DC.

As Figuras 13, 14, 15 e 16 correspondem aos grupos de 6 meses de armazenamento dos espécimes confeccionados em liga de NiCr.

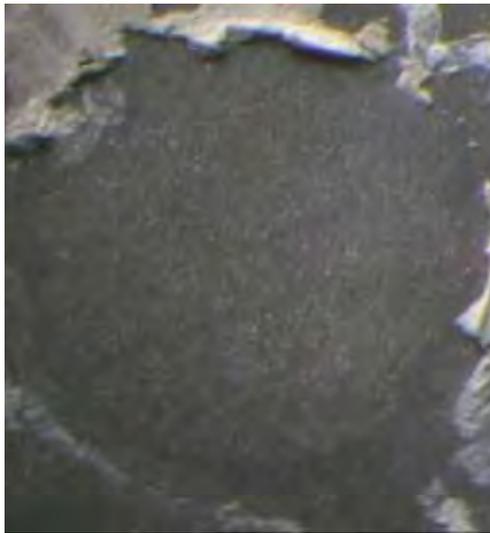


FIGURA 13- Panavia F.

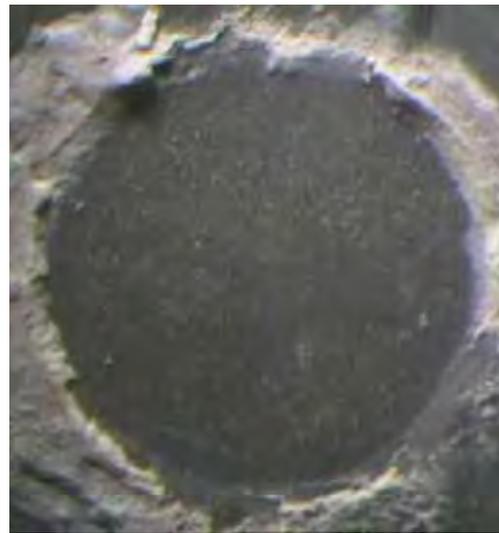


FIGURA 14- Alloy Primer + Panavia F.

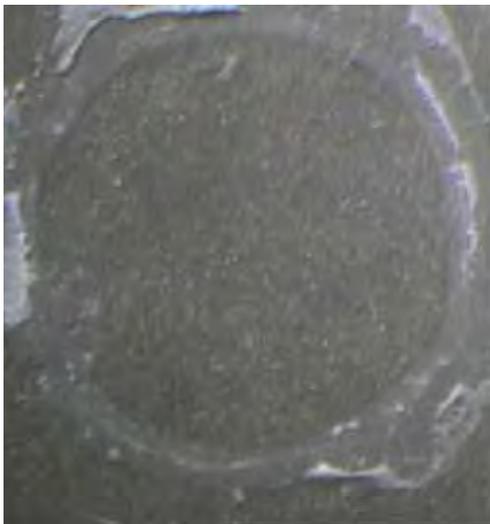


FIGURA 15- Bistite DC.

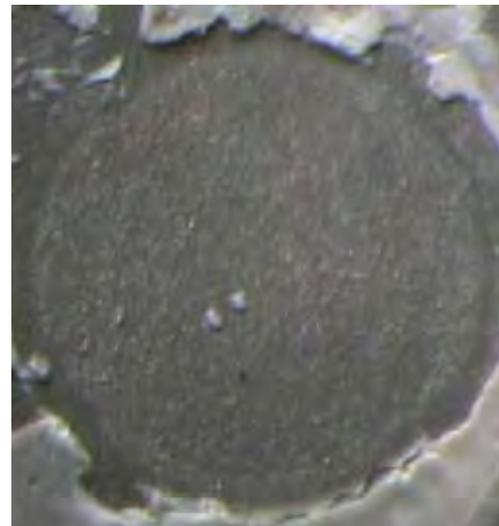


FIGURA 16- Metaltite + Bistite DC.

As Figuras 17, 18, 19 e 20 correspondem aos grupos de 24 horas de armazenamento dos espécimes confeccionados em titânio.



FIGURA 17- Panavia F.

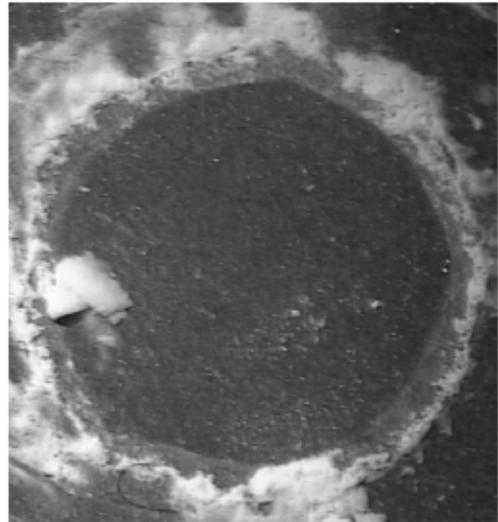


FIGURA 18- Alloy Primer + Panavia F.

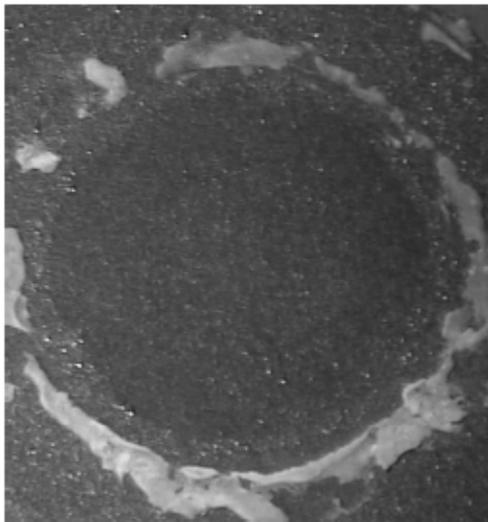


FIGURA 19- Bistite DC.

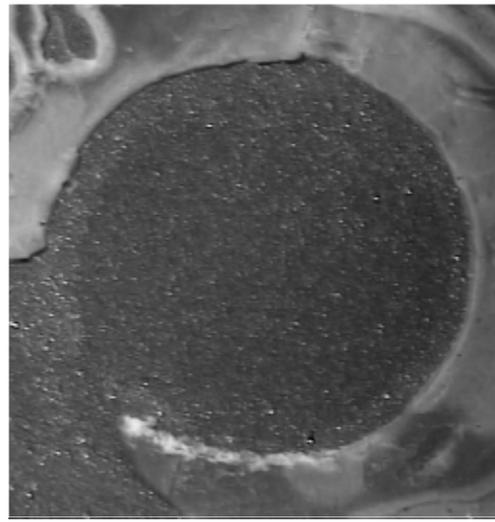


FIGURA 20- Metaltite + Bistite DC.

As Figuras 21, 22, 23 e 24 correspondem aos grupos de 6 meses de armazenamento dos espécimes confeccionados em titânio.

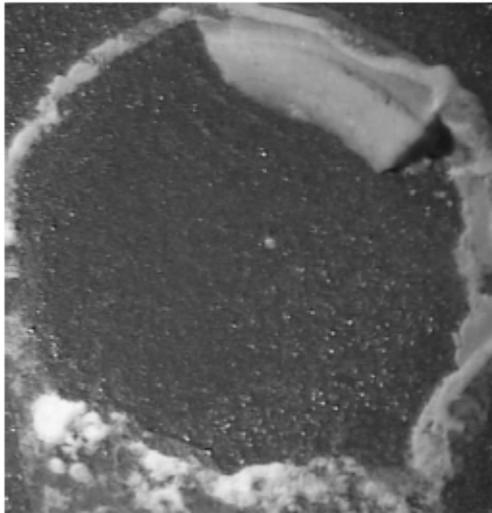


FIGURA 21- Panavia F.

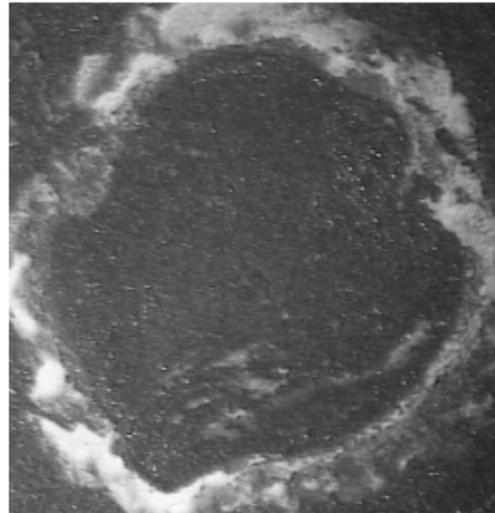


FIGURA 22- Alloy Primer + Panavia F.

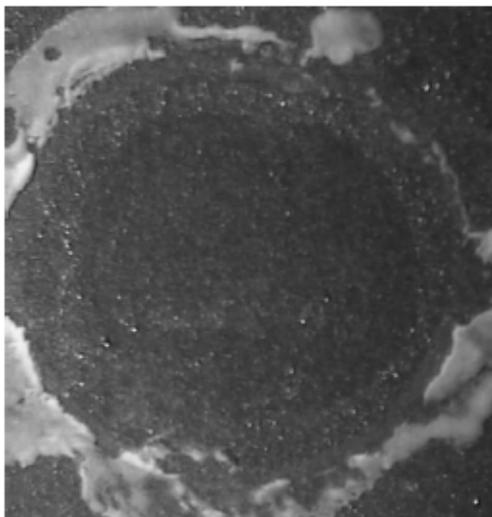


FIGURA 23- Bistite DC.

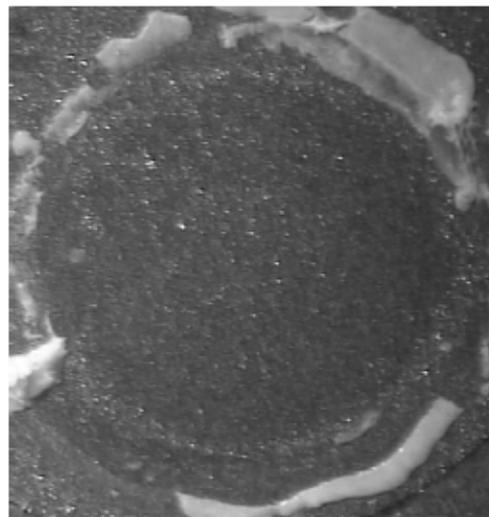
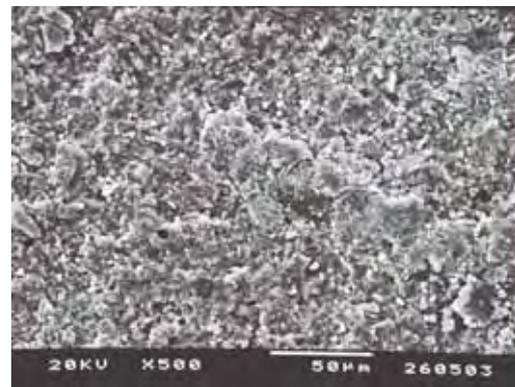
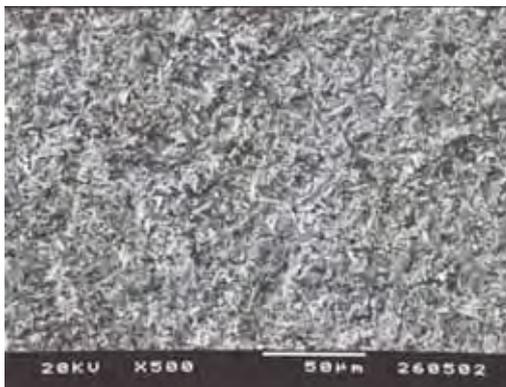


FIGURA 24- Metaltite + Bistite DC.

Para efeito de ilustração, o modo de fratura predominante em cada grupo experimental também foi observado em microscópio eletrônico de varredura JSM – T330A (Jeol, Japan), com aumento de 500 vezes.

As Figuras 25, 26, 27 e 28 correspondem aos grupos de 24 horas de armazenamento dos espécimes confeccionados em liga de NiCr.



Panavia F.

FIGURA 26- Alloy Primer + Panavia F.

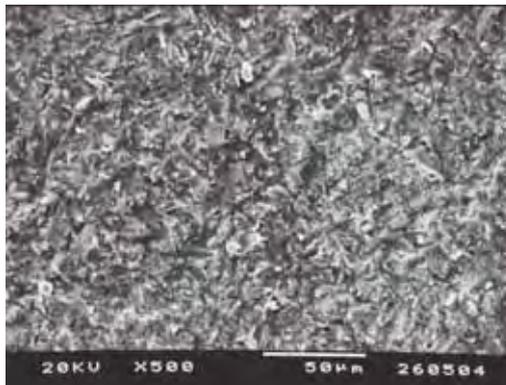


FIGURA 27- Bistite DC.

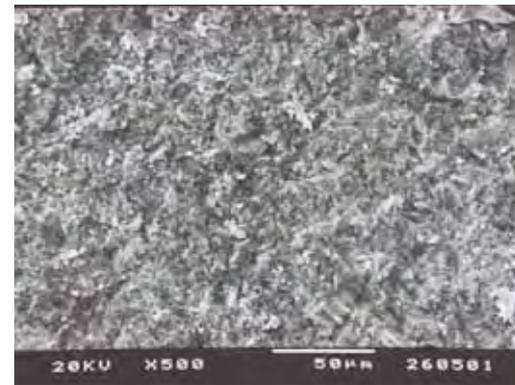


FIGURA 28- Metaltite + Bistite DC.

As Figuras 29, 30, 31 e 32 correspondem aos grupos de 6 meses de armazenamento dos espécimes confeccionados em liga de NiCr.

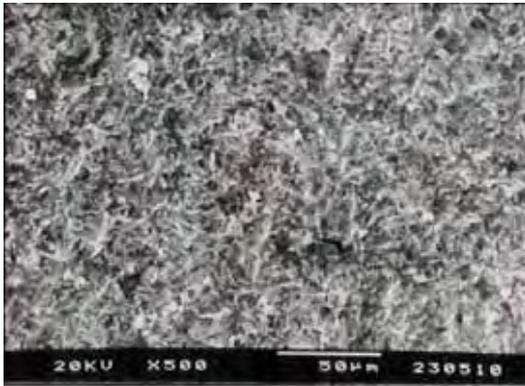


FIGURA 29- Panavia F.

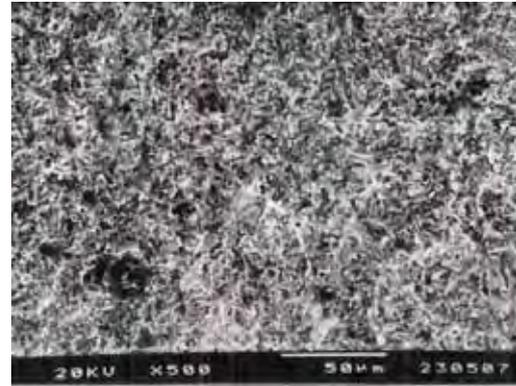


FIGURA 30- Alloy Primer + Panavia F.

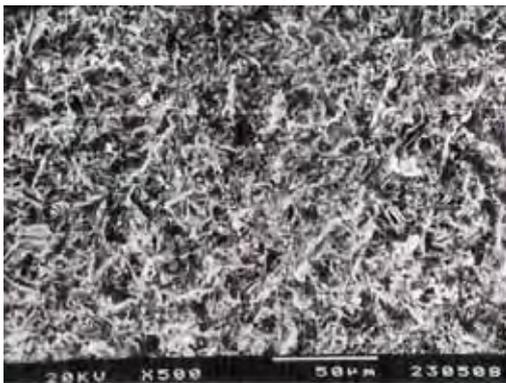


FIGURA 31- Bistite DC.

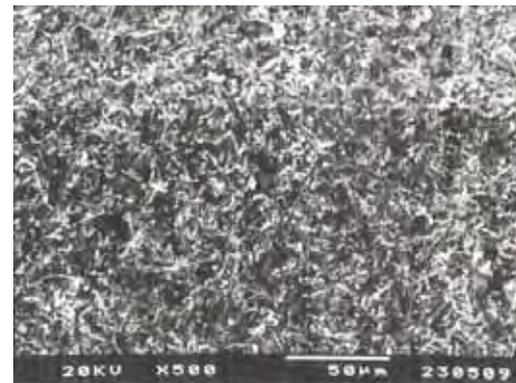


FIGURA 32- Metaltite + Bistite DC.

As Figuras 33, 34, 35 e 36 correspondem aos grupos de 24 horas de armazenamento dos espécimes confeccionados em titânio.

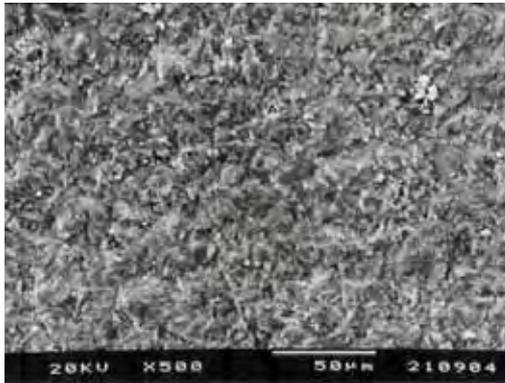


FIGURA 33- Panavia F.

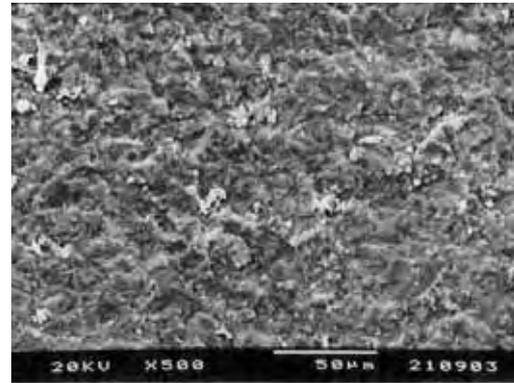


FIGURA 34- Alloy Primer + Panavia F.

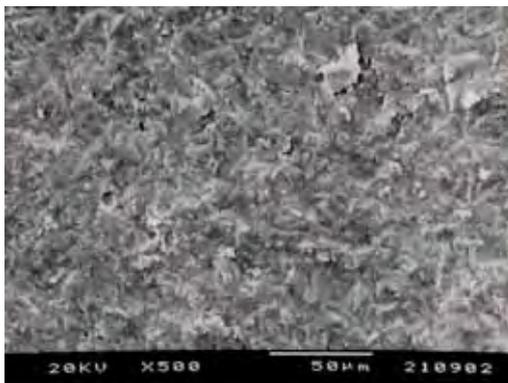


FIGURA 35- Bistite DC.



FIGURA 36- Metaltite + Bistite DC.

As Figuras 37, 38, 39 e 40 correspondem aos grupos de 6 meses de armazenamento dos espécimes confeccionados em titânio.

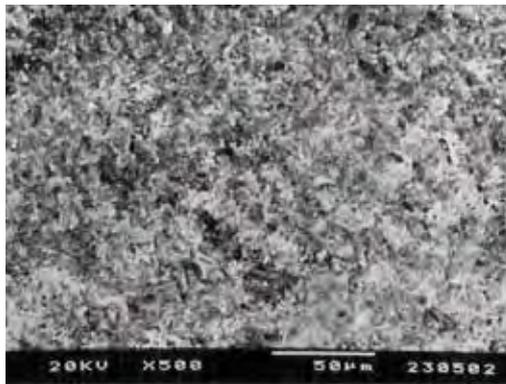


FIGURA 37- Panavia F.

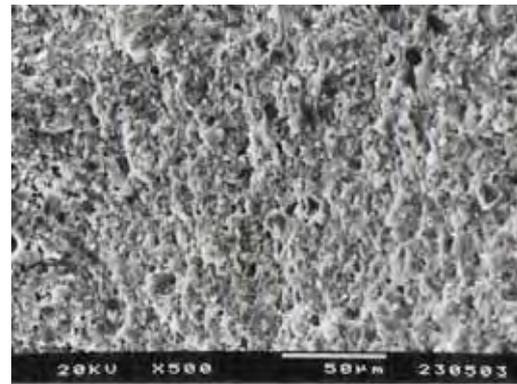


FIGURA 38- Alloy Primer + Panavia F.

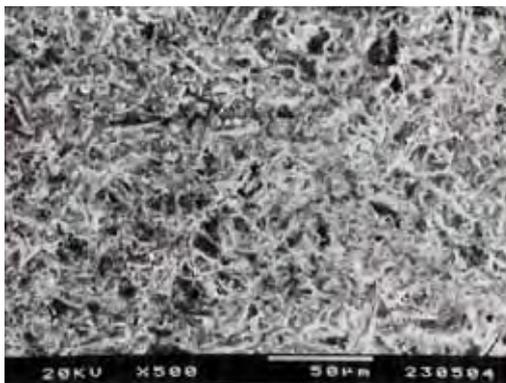


FIGURA 39- Bistite DC.

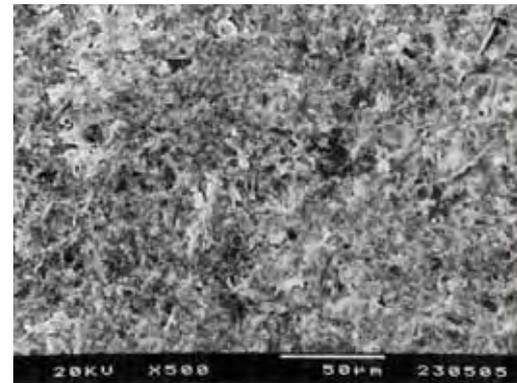


FIGURA 40- Metaltite + Bistite DC.

6 DISCUSSÃO

Este estudo teve como objetivo avaliar o efeito dos primers para metal Alloy Primer e Metaltite na resistência ao cisalhamento da união entre seus respectivos cimentos resinosos (Panavia F e Bistite DC) e dois metais (liga de NiCr e titânio c.p.), em dois tempos de armazenamento em água (24 horas e 6 meses).

Primeiramente deve ser comentado que, na literatura, há críticas ao ensaio de cisalhamento como distribuição não uniforme do estresse no espécime^{5,31,45} e concentração do estresse no substrato resultando em falha coesiva prematura antes da ocorrência de falha na interface adesiva⁷, fato este não observado no presente estudo. Apesar das críticas, este ensaio foi conscientemente selecionado como ferramenta para análise da eficácia dos primers para metal, uma vez que, conforme comentam Matinlinna et al.²², a maioria dos trabalhos relacionados emprega este teste e, desta forma, tem-se uma gama de resultados para comparação. Van Noort et al.⁴⁵ observaram que, tanto no ensaio de cisalhamento quanto no de tração, a resistência de união *calculada* (divide força pela área adesiva) pode variar em função da geometria do espécime, da configuração da carga e das propriedades do material avaliado e sabiamente ressaltaram a necessidade de padronização dos procedimentos dos ensaios para a análise das resistências de união para que uma comparação válida universalmente possa ser, de fato, realizada.

Para obtenção de maior conhecimento dos primers para metal e dos cimentos resinosos incluídos nesta pesquisa, serão descritos nos

próximos parágrafos as composições destes materiais, bem como seus mecanismos de ação.

Segundo as informações do fabricante do Alloy Primer (Kuraray, Japão), este material possui dois monômeros importantes em sua composição. Um deles, o MDP, contém grupos de ácido fosfórico que reagem quimicamente com os óxidos metálicos presentes na superfície das ligas não nobres. O segundo, o VBATDT, apresenta grupos sulfúricos que possuem afinidade com elementos metálicos das ligas nobres, sendo esta reação intermediada pelo MDP. Além disto, ambos os monômeros apresentam, na outra extremidade de suas moléculas, radicais que reagem com os monômeros dos materiais resinosos, sejam eles resina composta restauradora, cimento resinoso ou resina acrílica. Estas características do Alloy Primer fazem com que este material possa ser indicado em ligas nobres e não nobres, pertencendo a esta última categoria os metais empregados nesta pesquisa.

O Metaltite, de acordo com seu fabricante (Tokuyama, Japão), contém o monômero MTU-6 que promove uma união química entre ligas nobres e diferentes materiais resinosos, não sendo indicado em ligas não nobres. Ainda assim, no presente estudo, este primer foi avaliado em titânio e em liga de NiCr.

Em relação à composição dos cimentos resinosos, o Panavia F, assim como seu respectivo primer para metal, também possui o monômero MDP cujo mecanismo de ação já foi descrito anteriormente. Finalmente, o Bistite DC contém o monômero MAC-10 designado para reagir com os óxidos metálicos das ligas não nobres.

As análises comparativas entre os grupos Panavia F, Alloy Primer + Panavia F, Bistite DC e Metaltite + Bistite DC realizadas individualmente para cada metal e para cada tempo de armazenamento indicaram semelhança de comportamento na liga de NiCr e no titânio, ou seja, em ambos os metais, houve uma redução significativa da resistência de união do Panavia F pelo Alloy Primer às 24 horas e nenhuma influência do Metaltite na força adesiva do Bistite DC em ambos os tempos de armazenamento. Em contrapartida, aos 6 meses, na liga de NiCr, continuou havendo uma redução significativa da resistência adesiva do Panavia F pelo Alloy Primer, porém, no titânio, este primer não exerceu influência significativa.

Com relação ao comportamento da resistência adesiva do Panavia F à liga de NiCr em função do emprego ou da privação do Alloy Primer, a redução ocorrida tanto às 24 horas quanto aos 6 meses poderia ser entendida por duas explicações diferentes. Uma, com base na literatura, seria a não ocorrência da polimerização da parte do Panavia F localizada na interface, resultante da reação do monômero VBATDT, presente no primer, com componentes do sistema peróxido-amina do cimento^{12,16,52,55}. Segundo Taira et al.⁴¹ e Yanagida et al.⁵², se não ocorrer uma reação de polimerização efetiva do material resinoso, nenhuma união durável pode ser alcançada na interface metal/resina. A outra explicação seria a influência negativa do monômero VBATDT nas reações químicas entre o monômero MDP do primer e do cimento e os óxidos metálicos da liga de NiCr.

Levando-se em consideração que o tipo de fratura predominante nesses dois grupos foi adesiva (Figuras 10 e 14), ou seja, todo o cimento descolou-se do metal, então acredita-se que a resistência coesiva do Panavia F foi maior que a resistência adesiva, caso contrário haveria cimento nas paredes da superfície metálica, o que não ocorreu. Portanto, a primeira explicação, apresentada no parágrafo anterior, poderia ser descartada e a segunda, eleita.

Nenhum estudo que tivesse avaliado a influência do Alloy Primer na união entre o Panavia F e a liga de NiCr foi encontrado, não havendo, portanto, dados para comparações. A informação mais próxima encontrada na literatura está relacionada ao efeito do primer Cesead Opaque Primer, que contém somente monômero MDP, na resistência adesiva do Panavia 21 à liga de CoCr, não tendo havido qualquer tipo de influência deste primer^{57,58}. Apesar de este estudo avaliar liga de CoCr, observou-se que, quando se utiliza um primer que possui apenas MDP, associado ao Panavia, que também possui este monômero em sua composição, a resistência adesiva não fica prejudicada. Então, provavelmente é o monômero VBATDT quem prejudica a resistência adesiva entre metal não nobre e o cimento.

Com relação ao titânio, a redução da resistência adesiva ocasionada pelo Alloy Primer, às 24 horas, pode ser explicada pelos mesmos motivos descritos anteriormente, considerando que neste grupo, o modo de fratura predominante também foi adesiva (Figura 18). Entretanto, aos 6 meses, ocorre uma igualdade estatística entre os grupos com e sem Alloy Primer. Possivelmente, pode ter ocorrido ao longo do tempo, uma maior interação

entre o monômero MDP do primer e do cimento e os óxidos metálicos do titânio, mesmo na presença do monômero VBATDT. Ainda assim, neste grupo, o modo de fratura predominante também foi adesiva (Figura 22), assim como no grupo sem primer, indicando uma maior resistência coesiva do Panavia F.

Apesar da razoável quantidade de trabalhos que investigaram os efeitos de primers na resistência da união entre titânio, nas suas variadas composições, e os materiais resinosos^{28,36,38,39,41}, apenas em um deles tem-se uma das combinações de primer/cimento resinoso empregadas no presente estudo, na avaliação da resistência ao cisalhamento. Nele, Taira et al.⁴¹ também observaram, após 24 horas de armazenamento em água e termociclagem, uma redução, embora não significativa, nos valores de resistência ao cisalhamento – de 4,7 MPa para 3,5 MPa – promovida pelo Alloy Primer na união entre o Panavia 21 e o titânio c.p. fundido, quando comparado ao grupo constituído apenas pelo cimento resinoso. No estudo de Tsuchimoto et al.⁴³, observou-se, após 24 horas de armazenamento em água, que a aplicação de diferentes concentrações (0,1%, 1,0% e 10%, em massa) do monômero MDP aumentou (10%, em massa) ou não influenciou (0,1% e 1,0%, em massa) a resistência à tração da união entre Panavia F e titânio c.p., em relação ao grupo que não recebeu tratamento prévio.

Também no estudo de Matsumura et al.²⁷ foi observado um aumento significativo da resistência ao cisalhamento da união do cimento Super Bond C&B a uma liga de NiTi (55,91% Ni e 44,09% Ti), ao Ni c.p. (99,9% Ni) e ao titânio c.p. (99,7%), promovido pelo primer Cesead

Opaque Primer, que contém apenas o monômero MDP. Finalmente, no estudo de Taira et al.³⁹, verificou-se que este primer aumentou a resistência de união do Panavia 21 ao titânio c.p. em relação ao respectivo grupo sem primer, dando como justificativa um aumento da concentração do fosfato livre na interface resina/metal. Mais uma vez pode-se observar que, quando o monômero MDP é empregado sozinho, ele não traz prejuízos à resistência de união, quando estão envolvidos metais não nobres.

Diante dos resultados apresentados e dos fatos expostos anteriormente, apesar de o fabricante indicar o Alloy Primer para todas as ligas, o emprego deste material em ligas não nobres deve ser melhor investigado, uma vez que não há trabalhos que evidenciem benefícios resultantes da utilização deste primer em tais ligas. Ao contrário, neste estudo, o Alloy Primer, às 24 horas em ambos os metais e aos 6 meses na liga de NiCr, reduziu significativamente a resistência adesiva do Panavia F, podendo tornar os momentos iniciais pós cimentação mais críticos do que já são. Ainda, aos 6 meses, no titânio, este primer não promoveu resistência significativamente maior em relação aos grupos que não receberam primer.

A ausência de influência do Metaltite na força adesiva do Bistite DC em ambos os metais e tempos de armazenamento é uma condição esperada uma vez que este primer não está indicado para ligas não nobres. Muito provavelmente por este motivo, não há nenhum trabalho que tenha avaliado a relação entre o Metaltite e o Bistite DC em ligas não nobres. É interessante notar que a presença do monômero MTU-6 no

primer que, segundo Yoshida et al.^{55,56} tem uma estrutura similar à do VBATDT, parece não prejudicar a união do monômero MAC-10 presente no Bistite DC (também possui iniciador do sistema peróxido-amina) aos óxidos presentes no substrato metálico.

Apenas um estudo, realizado em liga de CoCr, investigando o efeito do Cesead Opaque Primer que contém apenas MDP, foi realizado, no qual foi verificado que este primer aumentou significativamente a resistência adesiva do Bistite DC³⁵.

Com relação à influência do tempo de armazenamento em água na resistência adesiva dos cimentos empregados com ou sem seus respectivos primers para metal, os comportamentos da liga de NiCr e do titânio foram opostos. Na liga de NiCr, houve igualdade estatística entre 24 horas e 6 meses nos grupos Panavia F e Alloy Primer + Panavia F e redução significativa da resistência aos 6 meses nos grupos Bistite DC e Metaltite + Bistite DC. No titânio, houve aumento significativo da resistência aos 6 meses nos grupos Panavia F e Alloy Primer + Panavia F e igualdade estatística entre 24 horas e 6 meses nos grupos Bistite DC e Metaltite + Bistite DC.

Na avaliação da influência do tempo de armazenamento em água na resistência adesiva das diferentes condições empregadas no presente estudo, três fenômenos devem ser considerados e entendidos como agindo ao mesmo tempo: progressão de polimerização do cimento, progressão da reação química entre monômeros e óxidos metálicos, sendo ambos os fatores favorecedores da resistência de união, e degradação hidrolítica, responsável pelo prejuízo desta propriedade.

Uma vez que todos os grupos experimentais apresentaram predominância de falha do tipo adesiva (Figuras 9 a 24), a progressão de polimerização dos cimentos provavelmente não exerceu influência considerável nos valores de resistência. Portanto, no entendimento do comportamento dos grupos, apenas os dois últimos fatores serão considerados.

Na liga de NiCr, a igualdade estatística entre 24 horas e 6 meses nos grupos Panavia F e Alloy Primer + Panavia F pode ser resultante de duas situações diferentes: 1) de um processo de degradação hidrolítica ocorrido muito lentamente e, portanto, o tempo de armazenamento de 6 meses não foi suficiente para que os efeitos pudessem ser detectados ou 2) da equivalência da progressão da reação química entre monômeros e óxidos metálicos e do efeito da degradação hidrolítica nesta interface. No caso da redução significativa da resistência aos 6 meses nos grupos Bistite DC e Metaltite + Bistite DC, possivelmente o efeito da degradação hidrolítica foi mais atuante do que as ligações entre o monômero MAC-10 e os óxidos metálicos da liga.

No titânio, o aumento significativo da resistência aos 6 meses nos grupos Panavia F e Alloy Primer + Panavia F pode ter sido resultante da maior progressão da reação química entre o monômero MDP e os óxidos metálicos quando comparada ao processo de degradação hidrolítica. Por outro lado, a igualdade estatística apresentada entre os tempos 24 horas e 6 meses nos grupos Bistite DC e Metaltite + Bistite DC possivelmente se deve ao equilíbrio entre degradação hidrolítica e as

ligações químicas estabelecidas entre o monômero MAC-10 e óxidos metálicos presentes na superfície do titânio.

Na literatura, foram encontrados apenas estudos que avaliaram o efeito da termociclagem, e não propriamente do armazenamento em água, na resistência da união entre os metais empregados neste estudo e materiais resinosos, ficando impossibilitada a comparação com os resultados do presente estudo.

Ainda assim, em liga de NiCr, três trabalhos merecem ser citados. Atta et al.¹ também verificaram não ter havido diferença significativa entre os tempos de armazenamento em água - 7 dias e 6 meses + termociclagem - nas resistências ao cisalhamento e à tração do Panavia Ex, empregado sem primer para metal, à liga de NiCr jateada. França et al.⁹ também encontraram igualdade estatística ao analisarem a resistência à tração do Panavia Ex à liga de NiCr jateada, entre os tempos de 3 dias e de 30 dias + termociclagem de armazenamento em água. Apenas Parsa et al.³⁰ observaram redução significativa da resistência à tração, de 24 horas para 7 dias, do Panavia F, empregado sem primer, à liga de NiCr. Entretanto, diferentemente dos estudos anteriores, que utilizaram apenas substrato metálico, este trabalho empregou esmalte em uma das extremidades, justificando um comportamento diferente.

Considerando o comportamento dos grupos Panavia F e Alloy Primer + Panavia F diante da presença da água, em nenhum dos metais avaliados houve redução da resistência adesiva ao longo do tempo (entre 24 horas e 6 meses). De acordo com Yanagida et al.^{49,51}, o monômero MDP, presente tanto no Alloy Primer quanto no Panavia F, consiste em

três componentes funcionais: o *methacryloyl*, responsável pela copolimerização dos monômeros do primer e do cimento, o *dihydrogen phosphate*, que se liga quimicamente aos óxidos metálicos do substrato e o *decyl*, um componente hidrofóbico que dificulta a penetração da água na interface adesiva, reduzindo ou retardando o fenômeno de degradação hidrolítica. Entretanto, um fator que deve ser levado em consideração, de fundamental importância, é a composição da camada de óxidos presente na superfície metálica, que vai estabelecer reações químicas com os diferentes monômeros.

Pela observação dos resultados, pode-se notar que, de uma forma geral, o efeito da degradação hidrolítica foi menos intenso nos grupos do titânio do que nos da liga de NiCr. Possivelmente, as ligações químicas ocorridas entre os monômeros – MDP e MAC-10 – e os óxidos presentes na superfície da liga de NiCr sejam menos estáveis do que as ocorridas entre esses monômeros e os óxidos de titânio. Kern, Thompson¹⁴ verificaram que o monômero MDP estabelece ligações químicas estáveis com o titânio e que os óxidos da superfície do titânio são mais estáveis na água do que os óxidos da superfície de outros metais.

No presente estudo, também foi detectada, em ambos os metais, a superioridade do Panavia F sobre o Bistite DC, às 24 horas e aos 6 meses de armazenamento. Este fato pode ser entendido com base nos estudos de Yanagida et al.^{49,51} que verificaram que o monômero MAC-10, que faz parte da composição de um dos primers para metal avaliados naqueles estudos e também do cimento Bistite DC, mostrou-se menos eficaz do que o monômero MDP (presente no Alloy Primer e no Panavia F), tanto em

titânio c.p. quanto em Ti6Al7Nb fundidos. Esta observação também pode ser encontrada nos estudos de Kibayashi et al.¹⁵ e de Taira et al.³⁹.

Finalmente, observou-se que os materiais empregados neste estudo (cimentos resinosos com e sem seus respectivos primers) apresentaram resistência adesiva significativamente maior em titânio c.p. quando comparado com a liga de NiCr, tanto às 24 horas (com exceção do grupo Bistite DC em que houve igualdade estatística) quanto aos 6 meses de armazenamento.

Considerando que o titânio é um metal altamente reativo e que, por isto, forma em sua superfície uma camada de óxidos dura e frágil e que prejudica a união deste metal a materiais resinosos⁴⁰, os resultados encontrados neste estudo podem ser considerados uma surpresa.

Na literatura, foram encontrados apenas três estudos nos quais foram avaliados ambos os metais. Em um deles¹⁸, verificou-se que a resistência de união Panavia ao titânio c.p. foi significativamente maior do que a do Panavia à liga de NiCr. Nos outros dois^{12,13}, ocorridos em superfície lisa (acabamento com lixa de carvão de silício nº600, sem jateamento), observou-se que as resistências à tração de uma resina convencional à liga de NiCr e ao titânio comportaram-se de forma semelhante diante da não aplicação de primer ou do emprego dos monômeros MDP ou VBATDT. Ohkubo et al.²⁸ observaram igualdade estatística de resistência adesiva (ao cisalhamento) de uma resina convencional unida à liga de CoCr e ao titânio com ou sem a utilização de primer que contem o monômero MDP. Portanto, pelo que se pode

observar, poucos são os estudos nos quais podemos nos basear para comparar os resultados do presente estudo.

Talvez, no presente estudo, esses melhores resultados encontrados para o titânio sejam em função da associação dos monômeros empregados – presentes no primer e nos cimentos resinosos – aos óxidos de titânio que, possivelmente, possa ser mais efetiva do que com os óxidos encontrados na superfície da liga de NiCr.

Portanto, esta questão da dificuldade de adesão de materiais resinosos ao titânio deve ser revista, se forem considerados os resultados obtidos neste estudo e os encontrados na literatura que revelam a existência de outros primers para metal como Cesead II Opaque Primer [MDP] e Metal Primer II [MEPS] e de cimentos resinosos como Super Bond C&B [4-META] que possuem alguns monômeros diferentes daqueles usados nesta pesquisa e que têm se mostrado bastante eficazes na união ao titânio^{28,36,38,39,41,48,50,52}.

Apenas para complementar, recentemente, diferentes formulações de silanos têm sido bastante estudados como agentes intermediários da união de materiais resinosos ao titânio, com resultados também muito satisfatórios^{20-23,34}.

Com base no que foi discutido, pode-se observar que o segredo de uma união adequada está na seleção da combinação entre liga metálica/primer/material resinoso. Os monômeros do primer devem estabelecer uma relação estreita e estável com os óxidos da superfície metálica e com os monômeros presentes no material resinoso. Para tanto, o conhecimento sobre os mecanismos dos diferentes monômeros e sobre

as interações com as diferentes ligas metálicas e cimentos deve ser ampliado para que se tenha segurança no momento da escolha.

7 CONCLUSÃO

Considerando os resultados obtidos nas condições experimentais deste trabalho, concluiu-se que:

1. Na liga de NiCr, em ambos os tempos de armazenamento, o Alloy Primer promoveu redução significativa da resistência adesiva do Panavia F, enquanto o Metaltite não exerceu influência significativa na resistência de união do Bistite DC.
2. No titânio, às 24 horas, o Alloy Primer promoveu redução significativa da resistência adesiva do Panavia F e, aos 6 meses, não interferiu na resistência de união de seu cimento. O Metaltite, tanto às 24 horas quanto aos 6 meses, não alterou a resistência de união do Bistite DC.
3. Na liga de NiCr, o armazenamento em água influenciou apenas os grupos Bistite DC e Metaltite + Bistite DC, tendo promovido uma redução da resistência dos mesmos.
4. No titânio, o armazenamento em água influenciou apenas os grupos Panavia F e Alloy Primer + Panavia F, tendo promovido um aumento da resistência dos mesmos.
5. Tanto às 24 horas (com exceção do grupo Bistite DC em que houve igualdade estatística) quanto aos 6 meses, os materiais empregados neste estudo apresentaram resistência adesiva significativamente maior no titânio do que na liga de NiCr.

REFERÊNCIAS*

1. Atta MO, Smith BGN, Brown D. Bond strengths of three chemical adhesive cements adhered to a nickel-chromium alloy for direct bonded retainers. *J Prosthet Dent.* 1990;63:137-43.
2. Bertolotti RL. Adhesion to porcelain and metal. *Dent Clin North Am.* 2007;51:433-51.
3. Campos TN, Mori M, Henmi AT, Saito T. Infiltração marginal de agentes cimentantes em coroas metálicas fundidas. *Rev Odontol Univ São Paulo.* 1999;13:357-62.
4. Christensen G.J. Seating nonmetal crowns or fixed partial dentures with resin cement. *J Am Dent Assoc.* 1998;129:239-41.
5. Cobb DS, Vargas MA, Fridrich TA, Bouschlicher MR. Metal surface treatment: characterization and effect on composite-to-metal bond strength. *Oper Dent.* 2000;25:427-33.

* De acordo com estilo Vancouver. Disponível no site:
http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

6. Cronin RJ, Cagna DR. An update on fixed prosthodontics. *J Am Dent Assoc.* 1997;128:425-36.
7. Della Bona A, van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res.* 1995;74:1591-6.
8. Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent.* 1999;81:135-41.
9. França RO, Muench A, Cardoso PEC. Resistência de união entre liga de níquel-cromo e cimentos resinosos. *Rev Odontol Univ São Paulo.* 1998;12:267-70.
10. Hibino Y, Kuramochi K, Hoshino T, Moriyama A, Watanabe Y, Nakajima H. Relationship between the strength of glass ionomers and their adhesive strength to metals. *Dent Mater.* 2002;18:552-7.
11. Imbery TA, Eshelman EG. Resin-bonded fixed partial dentures: a review of three decades of progress. *J Am Dent Assoc.* 1996;127:1751-60.
12. Kadoma Y. Surface treatment agent for dental metals using a thiirane monomer and a phosphoric acid monomer. *Dent Mater J.* 2002;21:156-69.

13. Kadoma Y. Chemical structures of adhesion promoting monomers for precious metals and their bond strengths to dental metals. *Dent Mater J.* 2003;22:343-58.
14. Kern M, Van Thompson P. Durability of resin bonds to pure titanium. *J Prosthodont.* 1995;4:16-22.
15. Kibayashi H, Teraoka F, Fujimoto S, Nakagawa M. Surface modification of pure titanium by plasma exposure and its bonding to resin. *Dent Mater J.* 2005;24:53-8.
16. Koizumi H, Furuchi M, Tanoue N, Yanagida H, Yoneyama T, Matsumura H. Bond strength to primed Ti-6Al-7Nb alloy of two acrylic resin adhesives. *Dent Mater J.* 2006;25:286-90.
17. Lautenschlager EP, Monaghan P. Titanium and titanium alloys as dental materials. *Int Dent J.* 1993;43:245-53.
18. Lorey RE, Edge MJ, Lang BR, Lorey HS. The potential for bonding titanium restorations. *J Prosthodont.* 1993;2:151-5.
19. Matinlinna JP, Vallittu PK. Silane based concepts on bonding resin composite to metals. *J Contemp Dent Pract.* 2007;8:1-8.

20. Matinlinna JP, Lassila LVJ, Vallittu PK. Evaluation of five dental silanes on bonding a luting cement onto silica-coated titanium. *J Dent.* 2006;34:721-6.

21. Matinlinna JP, Lassila LVJ, Vallittu PK. The effect of three silane coupling agents and their blends with a cross-linker silane on bonding a bis-GMA resin to silicized titanium (a novel silane system). *J Dent.* 2006;34:740-6.

22. Matinlinna JP, Lassila LVJ, Vallittu PK. The effect of five silane coupling agents on the bond strength of a luting cement to a silica-coated titanium. *Dent Mater.* 2007;23:1173-80.

23. Matinlinna JP, Lassila LVJ, Ozcan M, Yly-Urpo A, Vallittu PK. An Introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont.* 2004;17:155-64.

24. Matsumura H, Taira Y, Astuta M. Adhesive bonding of noble metal alloys with a triazine dithiol derivate primer and an adhesive resin. *J Oral Rehabil.* 1999;26:877-82.

25. Matsumura H, Kamada K, Tanoue N, Astuta M. Effect of thione primers on bonding of noble metal alloys with an adhesive resin. *J Dent.* 2000;28:287-93.

26. Matsumura H, Shimoe S, Nagano K, Astuta M. Effect of noble metal conditioners on bonding between prosthetic composite material and silver-palladium-copper-gold alloy. *J Prosthet Dent.* 1999;81:710-4.
27. Matsumura H, Tanoue N, Yanagida H, Astuta M, Koike M, Yoneyama T. Adhesive bonding of super-elastic titanium-nickel alloy castings with a phosphate metal conditioner and an acrylic adhesive. *J Oral Rehabil.* 2003;30:653-8.
28. Ohkubo C, Watanabe I, Hosoi T, Okabe T. Shear bond strengths of polymethyl methacrylate to cast titanium and cobalt-chromium frameworks using five metal primers. *J Prosthet Dent.* 2000;83:50-7.
29. Ozcan M, Pfeiffer P, Nergiz I. A brief history and current status of metal-and ceramic surface-conditioning concepts for resin bonding in dentistry. *Quintessence Int.* 1998;29:713-24.
30. Parsa RZ, Goldstein GR, Barrack GM, LeGeros RZ. An in vitro comparison of tensile bond strengths of noble and base metal alloys to enamel. *J Prosthet Dent.* 2003;90:175-83.
31. Plácido E, Meira JBC, Lima RG, Muench A, Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: A finite element stress analysis. *Dent Mater.* 2007;23:1086-92.

32. Rocha SS, Adabo GL, Vaz LG, Fonseca RG. União do titânio a materiais de revestimento estético. *Rev Odontol UNICID*. 2002;14:205-10.
33. Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents : a review of the current literature. *J Prosthet Dent*. 1998;80:280-301.
34. Schneider R, Goes MF, Henriques GEP, Chan DCN. Tensile bond strength of dual curing resin-based cements to commercially pure titanium. *Dent Mater*. 2007;23:81-7.
35. Taira Y, Imai Y. Primer for bonding resin to metal. *Dent Mater*. 1995;11:2-6.
36. Taira Y, Matsumura H, Atsuta M. Bonding of titanium with acidic primers and a tri-n-butylborane-initiated luting agent. *J Oral Rehabil*. 1997;24:385-8.
37. Taira Y, Yang L, Atsuta M. Comparison of four fluoride etchants in bonding between titanium and a self-curing luting agent. *Dent Mater J*. 2006;25:345-51.
38. Taira Y, Yanagida H, Matsumura H, Atsuta M. Effects of a metal etchant and two primers on resin bonding durability to titanium. *Eur J Oral Sci*. 2004;112:95-100.

39. Taira Y, Yoshida K, Matsumura H, Atsuta M. Phosphate and thiophosphate primers for bonding prosthodontic luting materials to titanium. *J Prosthet Dent.* 1998;79:384-8.
40. Taira Y, Matsumura H, Yoshida K, Tanaka T, Atsuta M. Influence of surface oxidation of titanium on adhesion. *J Dent.* 1998;26:69-73.
41. Taira Y, Yanagida H, Matsumura H, Yoshida K, Atsuta M, Suzuki S. Adhesive bonding of titanium with a thione-phosphate dual functional primer and self-curing luting agents. *Eur J Oral Sci.* 2000;108:456-60.
42. Tsuchimoto Y, Yoshida Y, Takeuchi M, Mine A, Yatani H, Tagawa Y et al. Effect of surface pre-treatment on durability of resin-based cements bonded to titanium. *Dent Mater.* 2006;22:545-52.
43. Tsuchimoto Y, Yoshida Y, Mine A, Nakamura M, Nishiyama N, van Meerbeek B et al. Effect of 4-MET- AND 10-MDP-based primers on resin bonding to titanium. *Dent Mater J.* 2006;25:120-4.
44. Van Meerbeek B, Inokoshi S, Davidson CL, De Gee AJ, Lambrechts P, Braem M et al. Dual cure luting composites. Part II: Clinically related properties. *J Oral Rehabil.* 1994;21:57-66.
45. Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent.* 1989;17:61-7.

46. Von Schalch M, Varjão FM, Fonseca RG, Adabo GL. Tratamento superficial de restaurações metálicas para cimentação adesiva. *Rev Gaucha Odontol.* 2003;51:139-42.
47. Wang RR, Fenton A. Titanium for prosthodontic applications: A review of the literature. *Quintessence Int.* 1996;27:401-8.
48. Watanabe I, Hotta M, Watanabe E, Atsuta M, Okabe T. Shear bond strength of laboratory-cured prosthetic composite to primed metal surfaces. *Am J Dent.* 2003;16:401-3.
49. Yanagida H, Matsumura H, Atsuta M. Bonding of prosthetic composite material to Ti-6Al-7Nb alloy with eight metal conditioners and a surface modification technique. *Am J Dent.* 2001;14:291-4.
50. Yanagida H, Taira Y, Atsuta M. Effects of a fluoride etchant on resin bonding of titanium-aluminum-niobium alloy. *Eur J Oral Sci.* 2004;112:384-7.
51. Yanagida H, Matsumura H, Taira Y, Atsuta M, Shimoe S. Adhesive bonding of composite material to cast titanium with varying surface preparations. *J Oral Rehabil.* 2002;29:121-6.

52. Yanagida H, Taira Y, Shimoe S, Atsuta M, Yoneyama T, Matsumura H. Adhesive bonding of titanium-aluminum-niobium alloy with nine surface preparations and three self curing resins. *Eur J Oral Sci.* 2003;111:170-4.
53. Yoshida K, Atsuta M. Effects of adhesive primers for noble metals on shear bond strengths of resin cements. *J Dent.* 1997;25:53-8.
54. Yoshida K, Tanagawa M, Atsuta M. In vitro solubility of three types of resin and conventional luting cements. *J Oral Rehabil.* 1998;25:285-91.
55. Yoshida K, Kamada K, Sawase T, Atsuta M. Effect of three adhesive primers for a noble metal on the shear bond strengths of three resin cements. *J Oral Rehabil.* 2001;28:14-9.
56. Yoshida K, Kamada K, Taira Y, Atsuta M. Effect of three adhesive primers on the bond strengths of four light-activated opaque resins to noble alloy. *J Oral Rehabil.* 2001;28:168-73.
57. Yoshida K, Kamada K, Tanagawa M, Atsuta M. Shear bond strengths of three resin cements used with three adhesive primers for metal. *J Prosthet Dent.* 1996;75:254-61.
58. Yoshida K, Sawase T, Watanabe I, Atsuta M. Shear bond strengths of four resin cements to cobalt-chromium alloy. *Am J Dent.* 1995;8:285-8.

APÊNDICE

Tabela 1A – Valores, médias, desvios-padrão e coeficientes de variação de resistência ao cisalhamento dos grupos confeccionados em liga de NiCr e avaliados após 24 horas de armazenamento (MPa)

	Panavia F	Alloy Primer + Panavia F	Bistite II DC	Metaltite + Bistite II DC
1	6,27	3,70	3,46	3,40
2	6,43	3,82	3,47	3,93
3	6,47	4,32	4,41	4,14
4	7,07	5,61	4,64	4,15
5	7,86	5,73	5,21	4,45
6	8,15	5,76	5,30	4,52
7	9,64	5,82	5,53	5,00
8	9,72	5,84	5,74	5,13
9	10,27	6,33	5,78	5,51
10	10,58	7,01	6,40	5,90
Média	8,25	5,39	5,0	4,61
D.P.	1,68	1,09	0,98	0,77
C.V.(%)	20,36	20,22	19,60	16,70

Tabela 2A – Valores, médias, desvios-padrão e coeficientes de variação de resistência ao cisalhamento dos grupos confeccionados em liga de NiCr e avaliados após 6 meses de armazenamento (MPa)

	Panavia F	Alloy Primer + Panavia F	Bistite II DC	Metaltite + Bistite II DC
1	5,51	4,57	3,08	2,70
2	5,99	4,77	3,12	2,86
3	6,04	5,09	3,29	2,87
4	6,36	5,30	3,39	3,04
5	6,82	5,43	3,65	3,08
6	6,96	5,47	3,68	3,38
7	7,44	5,77	3,74	3,43
8	8,18	6,12	4,03	3,54
9	9,09	6,22	4,62	3,58
10	9,67	6,35	4,82	3,65
Média	7,21	5,51	3,74	3,21
D.P.	1,38	0,61	0,59	0,34
C.V.(%)	19,14	11,07	15,77	10,59

Tabela 3A – Valores, médias, desvios-padrão e coeficientes de variação de resistência ao cisalhamento dos grupos confeccionados em titânio e avaliados após 24 horas de armazenamento (MPa)

	Panavia F	Alloy Primer + Panavia F	Bistite II DC	Metaltite + Bistite II DC
1	8,56	7,61	4,24	4,07
2	8,81	7,62	4,26	5,28
3	9,82	8,24	4,59	5,66
4	9,90	8,28	4,77	5,75
5	10,06	8,37	4,99	5,94
6	10,28	8,50	5,06	6,08
7	10,46	8,92	5,64	6,70
8	11,18	9,83	5,72	6,90
9	11,87	9,85	5,76	7,68
10	14,77	10,18	7,42	8,32
Média	10,57	8,74	5,24	6,24
D.P.	1,77	0,92	0,95	1,22
C.V.(%)	16,75	10,53	18,13	19,55

Tabela 4A – Valores, médias, desvios-padrão e coeficientes de variação de resistência ao cisalhamento dos grupos confeccionados em titânio e avaliados após 6 meses de armazenamento (MPa)

	Panavia F	Alloy Primer + Panavia F	Bistite II DC	Metaltite + Bistite II DC
1	11,13	10,63	4,46	4,83
2	11,21	11,41	4,66	4,89
3	11,32	11,45	5,01	5,63
4	12,72	11,76	5,82	6,24
5	13,38	12,66	5,94	6,96
6	13,85	13,08	5,95	7,72
7	14,26	13,23	6,04	7,84
8	14,50	13,98	6,09	7,90
9	17,24	14,04	6,52	7,95
10	18,99	14,15	7,05	8,04
Média	13,86	12,64	5,75	6,80
D.P.	2,60	1,26	0,81	1,30
C.V.(%)	18,76%	9,97%	14,09%	19,12%