



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
Faculdade de Odontologia de Araraquara
Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese

Hercules Jorge Almilhatti

**Influência de tratamentos superficiais e
termociclagem na resistência da união resina/metal**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", Campus de Araraquara, para a obtenção do título de Doutor em Reabilitação Oral (Área de Concentração: Prótese)

Orientadora: **Profa. Dra. Eunice Teresinha Giampaolo**

**Araraquara
2004**

Almilhatti, Hercules Jorge

Influência de tratamentos superficiais e termociclagem na
resistência da união resina/metal / Hercules Jorge Almilhatti –
Araraquara : [s.n.], 2004.

215 f. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista,
Faculdade de Odontologia.

Orientadora : Profa. Dra. Eunice Teresinha Giampaolo.

1. Prótese parcial fixa 2. Ligas dentárias 3. Facetas dentárias
4. Resinas compostas 5. Titânio I. Título.

BANCA EXAMINADORA

Araraquara, 27 de abril de 2004.

1- **Prof. Dra. Eunice Teresinha Giampaolo** - Professor Adjunto do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia do "Campus" de Araraquara da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho".

2- **Prof. Dr. Gelson Luis Adabo** - Professor Adjunto do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia do "Campus" de Araraquara da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho".

3- **Prof. Dr. Carlos Eduardo Vergani** - Professor Adjunto do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia do "Campus" de Araraquara da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho".

4- **Prof. Dra. Maria da Glória Chiarello de Mattos** - Professor Titular do Departamento de Materiais Dentários e Prótese da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo.

5- **Prof. Dr. Ricardo Faria Ribeiro** - Professor Associado do Departamento de Materiais Dentários e Prótese da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo.

DADOS CURRICULARES

Hercules Jorge Almilhatti

Nascimento 20/01/1972 – São Paulo/SP

Filiação Mauro Almilhatti
Isabel Maria Falcão Almilhatti

1993-1996 Curso de Graduação em Odontologia
Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

1998-2000 Curso de Pós-Graduação em Reabilitação Oral
Área de concentração – Prótese Dental, nível de Mestrado,
na Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP

2000-2004 Professor da Disciplina de Prótese Total do Centro de
Ensino Superior de Maringá

2001-2004 Professor da Disciplina de Prótese Parcial Removível do
Centro de Ensino Superior de Maringá

2001-2004 Curso de Pós-Graduação em Reabilitação Oral
Área de concentração – Prótese Dental, nível de Doutorado,
na Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP

2002-2004 Professor da Disciplina de Prótese Parcial Fixa do
Centro de Ensino Superior de Maringá

“O homem prudente deve fazer como o arqueiro que, desejando atingir um alvo distante, mira sempre um ponto mais alto do que aquele que realmente quer acertar.”

Maquiavel

*... se hoje pretendo ser Doutor
é porque um dia já quis voar...*

*A*os meus pais,

Mauro Almilhatti

e

Isabel M. Falcão Almilhatti

pelo amor, carinho, compreensão, dedicação e...

... por tudo que tenho na vida.

À Sheila,

como gratidão por tudo que você faz por mim.

O que é o tempo? Um rio ondulante que carrega todos nossos sonhos?

Ou os trilhos de um trem?

Talvez ele tenha curvas e desvios, permitindo que você possa continuar seguindo em frente e, ainda, retornar a uma estação anterior da linha.

Stephen Hawking

“ O caminho para todas as coisas grandiosas passa pelo silêncio.”

Nietzsche

A minha orientadora Prof. Dra. Eunice Teresinha Giampaolo pelo carinho, amizade, confiança, apoio, compreensão e segurança demonstrada em todos momentos de nossa *longa, longa* caminhada. Muito obrigado, Eunice.

À minha irmã **Cris**, seu marido **Fábio Nori** e aos lindos, queridos e amados sobrinhos, **Gabriel e Matheus**, por fazerem parte da minha vida.

Ao Sr. **Carlos**, D. **Cida** e sua filha **Kátia**, pela ajuda e amizade segura.

Aos meus amigos **Renato, Guilherme, Adriana e Cristiane**, com quem tanto convivo, aprendo e cresço pessoalmente.

Aos meus companheiros de trabalho **Adriana Beloti, Alessandra Rizoto, Cristiane Figueira, Francisco Barbi e Sidney Kina**, por tornarem minha vida mais fácil e, da profissão, um prazer.

Ao **Prof. Sidney Kina** pela presença e ajuda no meu crescimento profissional.

A todos meus amigos de turma e da pós-graduação, entre eles, **Pedro, Polyanna, João Gustavo, Zé Maurício, Alessandro, Andréia, Juliana, Rosângela, Fabiano, Sickan, Janaína, Vanessa, Biba, Nara e, em especial,**

À você **Karin**, pela ajuda na realização deste trabalho e pelo seu carinho.

À Profa. *Dra. Ana Lúcia Machado*,
Profa. *Dra. Ana Cláudia Pavarina*,
Prof. *Dr. Carlos Eduardo Vergani*,
pela amizade e ajuda na realização deste trabalho,

Ao Prof. *Dr. Carlos Alberto dos Santos Cruz*,
Prof. *Dr. Gelson Luís Adabo*,
Prof. *Luís Geraldo Vaz*,
Profa. *Dra. Renata Garcia Fonseca*,
pela amizade e valiosas contribuições durante a realização deste trabalho,

À Prof. *Dra. Maria da Glória Chiarello de Mattos*,
Prof. *Dr. Ricardo Faria Ribeiro*,
por me receberem sempre com tanto carinho e, em especial, ao Prof.
Ricardo pela ajuda na fundição das estruturas metálicas utilizadas neste
estudo,

Ao Prof. *Dr. Romeu Magnani*, pela realização da análise estatística,

Ao Prof. *Dr. Luís Geraldo Vaz*, pela ajuda na realização dos ensaios
mecânicos,

Ao técnico *Eleuze Cardoso* pela atenção e cessão de parte dos
equipamentos utilizados neste trabalho,

Aos técnicos *Edson Volta* e *Ricardo S. Antunes*, do LIPEM / USP-RP, pela
ajuda na realização da ciclagem térmica,

A todos docentes do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese
– UNESP, pela minha graduação e pós-graduação,

A todos funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese – UNESP,

À Sra. *Maria Lúcia Montoro*, Secretária do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese – UNESP, pela revisão gramatical deste trabalho,

Às secretárias de Pós-Graduação, *Mara, Rosângela, Sílvia e Vera*,

A todos aqueles que, embora não estejam aqui citados, direta ou indiretamente, contribuíram para que este trabalho fosse realizado,

os meus sinceros agradecimentos.

O meu reconhecimento

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP**, na pessoa da Diretora Profa. Dra. Rosemary A. C. Marcantonio e Vice-diretor Prof. Dr. José Cláudio Martins Segalla, pela minha graduação e pós-graduação.

Ao **Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP**, na pessoa da Profa. Dra. Regina Helena Barbosa Tavares da Silva, chefe do departamento, por ceder toda estrutura necessária a realização da pesquisa.

Ao **Centro de Ensino Superior de Maringá – CESUMAR**, na pessoa do Reitor Prof. Wilson Mattos pela oportunidade do exercício da gratificante profissão de Professor.

Ao **Centro de Ensino Superior de Maringá – CESUMAR**, na pessoa do Diretor de Ensino Prof. Rodolfo Bernardi, do primeiro Coordenador do Curso de Odontologia Prof. Dr. Ângelo José Pavan e do atual Coordenador Wagner Simm, pelo incentivo e compreensão durante a execução deste trabalho.

A todos funcionários do CESUMAR, Rosângela, Delci, Maria Helena, Lorival, Renatinha, Valdete, Silmara, Lenita, Ana Maria, Flávia, Janaína, Eduardo, Neucina, a todos do CPD e ao motoristas, por facilitar a vida do Professor.

À **Capes** pela concessão da bolsa de Doutorado.

À **FAPESP** pela concessão do Auxílio Pesquisa, permitindo a realização deste trabalho (Processo n. 03/02302-2).

SUMÁRIO

Introdução	14
Revisão da literatura	21
Proposição	83
Material e Método	85
Material	
Metais	86
Condicionadores	86
Resinas compostas	86
Método	
Obtenção das estruturas metálicas	87
Tratamentos da superfície de união	92
Aplicação dos condicionadores	93
Aplicação das resinas compostas	95
Ensaio mecânicos	96
Análise do tipo de falha	98
MEV e EDS	99
Planejamento estatístico	99
Organograma da pesquisa	102
Resultado e Discussão	103
Resultados para a liga de Ni-Cr	104
Interpretação dos resultados para a liga de Ni-Cr	117
Resultados para a liga de Co-Cr	128
Interpretação dos resultados para a liga de Co-Cr	140
Resultados para o metal Ti Cp	149
Interpretação dos resultados para o metal Ti Cp	162
Conclusão	170
Referências	179
Resumo	198
Abstract	201
Apêndice	204

Introdução



A resina acrílica foi introduzida na odontologia, no final da década de 1930, para a confecção de bases de dentaduras em substituição ao vulcanite, que havia sido introduzido em 1839 por Goodyer.²⁴ A partir de 1940, começou a ser utilizada em conjunto com metal na confecção de próteses parciais fixas, entretanto com pouco sucesso, principalmente devido à incompatibilidade entre os coeficientes de expansão térmica dos dois materiais, baixa resistência ao desgaste e estética insatisfatória.⁴⁰ Mesmo assim, as coroas metaloplásticas passaram a ser intensivamente utilizadas, visto que as opções de tratamento para restaurações complexas se limitavam às coroas totalmente metálicas ou de cerâmica pura que, embora estéticas, apresentavam baixa resistência devido a sua friabilidade.¹⁵ Somente em 1956 surgiu a coroa metalocerâmica, combinando a resistência e a adaptação do ouro com a estética da cerâmica em uma única restauração.²⁰

Visualizado como um material promissor em relação à estética sobre metal, os polímeros passaram a ser exaustivamente estudados na tentativa de melhorar suas propriedades físicas e mecânicas. Porém, foi com a incorporação de partículas de carga inorgânica à matriz orgânica que as pesquisas progrediram até o surgimento das modernas resinas compostas.⁵

Tradicionalmente, a união resina-metal tem sido realizada por artifícios mecânicos retentivos (alças, pérolas, cristais etc)^{10,36,44,63,71,80,83} ou por ataque eletrolítico do metal.^{8,10,36,41,63,83} As deficiências nesses sistemas de união associadas às diferentes propriedades físicas e mecânicas desses materiais podem levar essas restaurações ao insucesso como consequência da infiltração na interface resina-metal.^{23,29,30,45,48,71}

Na tentativa de otimizar o processo de união, Tanaka⁷⁷, em 1981, propôs a incorporação de um monômero contendo um grupo funcional denominado de 4-META (*4-methacryloxyethyl trimellitate anhydride*), capaz de se unir quimicamente aos óxidos na superfície de metais como o Ni-Cr. Os resultados foram promissores visto que os valores de força de união foram superiores aos obtidos em estudo realizado anteriormente utilizando retenção mecânica.⁷⁹

Em 1984 foi introduzida, pela Kulzer, a técnica de fusão de uma camada microscópica de pérolas de vidro (sílica) nas irregularidades da superfície do metal e unida à resina composta opaca por moléculas bifuncionais, como o silano. Esse processo, conhecido como silanização pirolítica, é semelhante à fusão da cerâmica sobre o metal e requer equipamentos específicos¹³ como o Silicoater MD e o atual sistema Siloc.^{46,63,68,87} Outro processo, de princípio similar ao anterior, foi introduzido em 1989 pela Espe, pelo qual se deposita uma camada de sílica sobre a superfície do metal através do jateamento com partículas de sílica silanizadas. Ao atingir a superfície do metal, a energia cinética das

partículas transforma-se em energia térmica, que as funde e incorpora em pontos da estrutura metálica (numa profundidade de aproximadamente 15 μm) – a união dessa camada com a resina composta opaca é feita também pelo silano. Tal procedimento, denominado de cobertura “tribochemical”, dispensa o estresse térmico no metal e propicia retenção mecânica e química. Como exemplos temos os sistemas Rocatec Junior e CoJet-Sand.^{40,63,13}

Os modernos sistemas de união utilizam resinas contendo monômeros quimicamente ativos, ou seja, moléculas caracterizadas por apresentarem radicais com propriedades específicas, podendo se ligar quimicamente à camada de óxidos na superfície de ligas básicas ou aos elementos metálicos nobres.^{3,50,94,96}

Monômeros funcionais compatíveis com metais nobres passaram a ser utilizados somente a partir de 1987 com a importante descoberta do condicionador VBATDT [6-(4-vinylbenzyl-*n*-propyl)amino-1,3,5-triazine-2,4-dithiol], com afinidade química a elementos nobres.^{7,94} Atualmente novos condicionadores de metais nobres estão disponíveis (Vide Apêndice G).

Antes da disponibilidade desses condicionadores, alguns mecanismos foram desenvolvidos na tentativa de otimizar a união entre resina e ligas nobres: eletrodeposição superficial de estanho,^{40,87} aquecimento ou deposição iônica na superfície do metal.⁵²

Matsumura et al. (2001)⁵¹ classificaram em duas categorias os métodos de união de resinas a metais nobres. A primeira inclui técnicas de modificação de superfície, como os processos de deposição de substâncias orgânicas, inorgânicas ou metálicas. A segunda utiliza os já citados monômeros funcionais para metais nobres. Para a utilização com ligas básicas, além dos processos de deposição de sílica, os condicionadores de metal derivados do ácido carboxílico e fosfórico foram introduzidos como agentes intermediários de ligação devido a sua afinidade química com o filme de óxidos formados na superfície de ligas contendo Ni, Co e Cr.^{3,50,60,78,94,96} As características químicas desses condicionadores facilitam seu emprego, uma vez que são efetivos quando aplicados diretamente na superfície de ligas básicas após jateamento com partículas de óxido de alumínio.^{6,34,52,57,58,63,64,66,67,72,96} (Ver Apêndice G).

A eficiente união resina-metal sem a utilização de retenções macromecânicas possibilita a aplicação de uma camada mais espessa de material estético e, conseqüentemente, menor desgaste dentário e melhor estética, particularmente em áreas de acesso limitado ou nas margens cervicais, onde a camada de resina é delgada e a possibilidade de separação do metal aumenta.^{36,40,45} Além disso, as retenções macromecânicas podem ocasionar porosidades sob a resina opaca utilizada para mascarar o metal e dificultar o controle de sua espessura, tornando-se uma possível causa de falhas.^{36,38,40,62}

Mesmo apresentando propriedades físicas e mecânicas satisfatórias, a biocompatibilidade das ligas básicas têm sido questionada em relação aos efeitos citotóxicos de íons liberados.^{2,89} Para eliminar os efeitos alérgicos do níquel e o efeito potencialmente carcinogênico do berílio, as ligas de Co-Cr podem ser utilizadas sem sacrifício das boas propriedades físicas do metal e da qualidade da união com resina.³² Por outro lado, as ligas nobres possuem ainda vantagens adicionais como a facilidade de trabalho após a fundição, superior adaptação marginal e facilidade de ajustes oclusais.⁹⁵ Em contrapartida, seu alto custo tem sido um fator limitante para seu emprego e uma opção seria o titânio pelo fato de ser biologicamente compatível e altamente resistente à corrosão.⁹⁵

Könönen et al. (1995)³⁹ relataram reações tóxicas e hipersensibilidade a materiais dentários, incluindo reações de sensibilidade a ligas áureas e ligas contendo níquel, cobalto, cromo e molibidênio. Assim, o titânio pode ser uma alternativa para pacientes sensíveis e que necessitem de reabilitações protéticas metálicas.¹² A ADA Council on Scientific Affairs (2003)¹ indica o titânio como uma opção viável às ligas nobres e básicas, porém o controle clínico por longos períodos não está disponível para a maioria dos metais tradicionais. Por outro lado, quando utilizado em conjunto com materiais compósitos, o Ti CP tem se mostrado satisfatório.^{12,21,42,49,54,55,59,73,74,75,76,90,91}

Assim, tendo em vista os benefícios que a união entre resina/metal representam para o avanço da confecção de revestimentos

estéticos e o sucesso em reabilitações orais, esse estudo tem como objetivo avaliar a resistência da união de uma resina composta laboratorial a duas ligas metálicas (Ni-Cr e Co-Cr) e ao Ti Cp (Ti comercialmente puro) utilizando diferentes tratamentos superficiais dos metais e termociclagem.

Revisão da Literatura



Com a introdução do metilmetacrilato na odontologia e à vista dos problemas relacionados com as coroas puras de porcelana, principalmente em relação à sua friabilidade, Cohn,¹⁵ em 1951, descreveu a técnica de utilização da coroa metálica com faceta de resina como uma restauração alternativa ao uso da porcelana. Para o autor, uma restauração ideal deveria combinar as vantagens de uma restauração totalmente metálica em ouro e a estética da porcelana. Assim, uma coroa metálica com faceta de resina preencheria esses requisitos. Porém, seu uso não foi considerado satisfatório devido a falhas inerentes ao material e na técnica laboratorial usada. Para o autor, os seguintes problemas estavam envolvidos: (1) inter-relação entre o preparo do dente e a construção da coroa; (2) *método de retenção da faceta de resina*; (3) estética; (4) acabamento das margens da resina e (5) durabilidade. Em relação ao segundo item, a técnica empregada para reter a resina dentro da estrutura metálica tinha como princípio o formato da caixa confeccionada na vestibular da coroa. Esse artifício de retenção metal-resina foi o primeiro a ser estudado.

Preocupados com a porcentagem de falhas nas restaurações com facetas estéticas de resina, Davis & Klein,¹⁹ em 1954, descreveram uma técnica de utilização da resina acrílica para a confecção de facetas estéticas em coroas de ouro. Inicialmente, os autores citaram as

indicações e as vantagens das facetas de resina e algumas características relacionadas com a sua construção, entre elas a necessidade do uso de dispositivos auxiliares (entalhes retentivos, argolas, alças ou malhas) para reter a resina na coroa de ouro. A qualidade desse material foi exaltada por ser considerada biologicamente compatível com os tecidos bucais, de fácil acabamento, polimento, passível de reparos e impermeáveis a bactérias. Inicia-se, desde essa época, a preocupação com a criação de artifícios retentivos para assegurar uma melhor união do material estético ao metal.

Até 1978, a literatura e o trabalho de Tanaka et al.⁸⁰ mostravam que a retenção mecânica (pérolas) ainda era o meio mais eficiente para evitar a infiltração marginal, o manchamento e a perda de facetas estéticas de resina em coroas metálicas.

Foi somente a partir de 1981, com incorporação do agente químico 4-META a uma resina opaca, que Tanaka et al.⁷⁷ iniciaram uma nova fase de estudos e avanços tecnológicos no processo de união resina/ metal. Dessa forma, para avaliar seu efeito na resistência dessa união, utilizaram estruturas metálicas confeccionadas em Ni-Cr com os seguintes tratamentos de superfície: (1) polimento com feltro e solução aquosa de alumina; (2) idem ao (1) mais oxidação com HNO₃ por 15 min à temperatura ambiente; (3) abrasão com lixa-E240; (4) idem a (3) mais

oxidação com HNO_3 por 15 min à temperatura ambiente; (5) ataque químico com ácido clorídrico a 36% por 48 horas à temperatura ambiente ou por 15 horas em uma solução a 20% de FeCl_3 . Após esses tratamentos, as estruturas metálicas receberam uma camada de resina opaca contendo o 4-META numa espessura de 0,5 mm, sendo determinado um grupo controle de resina sem o 4-META. Com o auxílio de um dispositivo especial, foram realizados os ensaios mecânicos de tração com velocidade de carregamento de 2 mm/min. Previamente aos ensaios, os corpos-de-prova foram: (a) termociclados até 2.000 vezes (4°C e 60°C); (b) armazenados em água a 37°C por 30 semanas e (c) armazenados em água a 80°C por 10 semanas. Os resultados mostraram que o maior valor de tensão de cisalhamento com o uso do 4-META foi de 20,0 MPa após uma semana em água a 37°C . A ciclagem térmica teve um efeito severo somente nos tratamentos 1 e 3. O valor da tensão de cisalhamento foi maior para o tratamento 5 após 300 ciclos térmicos (25,0 MPa). Após o período de armazenamento (b), o grupo 5 demonstrou o maior valor de tensão de cisalhamento (26,0 MPa) após 30 semanas. Os autores concluíram que o 4-META melhorou a união da resina ao filme de óxidos formados na superfície do metal.

Em 1986, Tanaka et al.⁸¹ introduziram uma nova técnica de tratamento superficial (solução oxidante de ácido sulfúrico e permanganato de potássio) de ligas básicas de Ni-Cr (Rexillium, Jeneric

Gold, EUA e SB- Bondloy, Towa Giken, Japão) e Co-Cr (Biocast, Jeneric Gold, EUA e Durallium JD, Jelenko, USA) para a união com resinas. Foram fundidas estruturas metálicas com 10 mm x 10 mm x 2 mm, jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 μ m e divididas em dois grupos: (1) as que receberam oxidação da superfície em solução de ácido sulfúrico a 3% e permanganato de potássio a 1%; (2) sem oxidação. Em seguida, aplicaram uma camada de cimento resinoso (Orthomite Super-Bond, Sun Medical Co, Japão) para a união com um cilindro de resina acrílica de 5 mm de diâmetro. Antes dos ensaios mecânicos de tração (2 mm / minuto), os corpos-de-prova foram submetidos a 2.000 ciclos térmicos em banhos alternados de 4°C e 60°C por 1 minuto. Os resultados mostraram que os tratamentos superficiais (jateamento + oxidação) elevaram os valores de tensão de cisalhamento das ligas de Ni-Cr e Co-Cr.

Ohno et al.,⁶¹ em 1986, relataram que vários estudos têm sido conduzidos na busca de uma união química entre resina-metal incluindo a utilização de ligas de Ni-Cr, Co-Cr e nobres; porém, nenhum estudo mostrou a relação entre a superfície da liga, a resina e os mecanismos de adesão envolvidos. Assim, os autores estudaram a resistência de união da resina sobre diferentes superfícies tratadas da liga de Co-Cr, sendo as análises discutidas em função do relacionamento entre o adesivo e a superfície da liga. Após a fundição por indução, a liga foi cortada em

lingotes, que foram polidos metalograficamente para eliminar qualquer tipo de retenção mecânica. A essas superfícies foram dados três tratamentos: (1) polimento e oxidação por 5 min a (2) 300°C e a (3) 500°C. O adesivo usado foi a resina MMA-TBB contendo o 4-META (Super-Bond C&B, Sun Medical Co, Japão) e o teste mecânico foi o de tração, aplicado após os corpos-de-prova terem permanecido à temperatura ambiente por 24 horas. A área de união tinha 5 mm de diâmetro e a espessura da camada de adesivo 50 μm (controlada por um micrômetro). Antes dos testes, os corpos-de-prova foram submetidos a 20 ciclos térmicos de -195,8°C (em nitrogênio líquido) e 40°C. As quantidades de cobalto, cromo e oxigênio foram também determinadas nesse estudo, bem como o tipo de falha entre resina-metal. Os resultados mostraram que a tensão de cisalhamento para a superfície polida foi similar para ambos os ciclos (com e sem ciclagem). Para o grupo não ciclado, as falhas foram todas coesivas (metal todo recoberto), enquanto para o grupo ciclado, as falhas foram predominantemente mistas (resina aderida no centro e metal exposto na periferia). Assim, a relação entre a adesão e a estrutura da superfície da liga foi discutida pelos modelos de adesão que incluem ligações com átomos de hidrogênio e radicais OH e H₂O na superfície da liga. A estrutura da superfície polida da liga de Co-Cr foi definida como um filme passivo amorfo de 20 Å - 30 Å de espessura e constituído por seis radicais de OH e/ou H₂O combinados ao redor de íons metálicos de Cr³⁺ e Co²⁺ ou Co³⁺. Ficou evidenciado que Co₃O₄ é a

forma predominante nas superfícies oxidadas a 300°C e 500°C. Porém, uma adequada união do 4-META só é conseguida se, na superfície do metal, não existir uma camada de água absorvida. A média de tensão de cisalhamento obtida para a superfície polida foi de 40,2 MPa.

Com o objetivo de avaliar o efeito da camada de água (referida no trabalho anterior) absorvida na superfície da liga de Co-Cr, Ohno et al.,⁶⁰ em 1986, avaliaram seu efeito na resistência de união metal-resina. Após a fundição por indução, a liga foi cortada em pequenos lingotes, os quais foram polidos metalograficamente para eliminar qualquer tipo de retenção mecânica, e às suas superfícies foram dados dois tratamentos (superfície hidratada e totalmente livre de moléculas de água) após a oxidação por 5 min a 500°C. O adesivo usado foi a resina MMA-TBB contendo o 4-META (Super-Bond C&B, Sun Medical Co, Japão) em área de união de 5 mm de diâmetro e o teste mecânico foi o de tração após os corpos-de-prova terem permanecido à temperatura ambiente por 24 horas. Antes dos testes, os corpos-de-prova foram submetidos a 20 ciclos térmicos de -195,8°C (com nitrogênio líquido) e 40°C. Os resultados mostraram que as falhas foram todas mistas (resina aderida no centro e metal exposto na periferia) para o grupo que não foi desidratado e predominantemente coesivas (metal todo recoberto por resina) para o grupo desidratado. Os valores médios de tensão de cisalhamento foram de 40,5 MPa para a superfície desidratada e inferiores a 30,0 MPa para a

superfície não desidratada. Ficou evidenciado que a união da resina à superfície desidratada da camada oxidada foi excelente quando os procedimentos de adesão foram realizados em atmosfera livre de vapor de água, podendo suportar a hipótese de que a água absorvida pela camada de óxido deteriora a união entre a resina e a camada de óxido do metal.

Em 1988, Ekstrand, Ruyter e Øysæd ²¹ avaliaram a resistência da união de corpos-de-prova de titânio puro unido ao polimetilmetacrilato. As estruturas metálicas foram obtidas pelo torneamento do titânio (NOBEL-Pharma, Suécia), polidas, cobertas com uma camada de silano e unidas ao polimetilmetacrilato. Antes dos ensaios mecânicos de flexão de quatro pontos, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada por 30, 60 e 90 dias, sendo um grupo armazenado a 37°C por 1 semana em ambiente com umidade relativa de 30%, cujo valor médio de tensão de cisalhamento foi de 25 MPa. Para os demais grupos, 9,4 MPa, 10,5 MPa e 11,3 MPa respectivamente. A análise de espectroscopia de infravermelho indicou que a adesão entre a superfície do Ti silanizado e o polímero foi por ligações químicas.

Tenjoma et al., ⁸² em 1990, avaliaram a resistência de união entre três resinas compostas laboratoriais (Dentacolor, Kulzer; Visio-Gem, ESPE e Monopast, Vident) e duas ligas metálicas (Litecast B: Ni-Cr-Be,

Willians e Midas: áurea, JF Jelenko) através da utilização de três sistemas de união química (Silicoater, Kulzer; Panavia EX, J. Morita USA e Superbond C&B, Sun Medical Co). Foram confeccionados cinco corpos-de-prova para cada combinação resina-adesivo-metal e a eles foi aplicado o teste de tração a uma velocidade de 0,05 mm/min após 30 minutos de sua confecção e após armazenamento em água destilada a 37°C por um período de 3 dias. Foi utilizado ainda um grupo controle, no qual o metal recebeu somente jato de óxido de alumínio. Os resultados mostraram que, para a resina Dentacolor, a maior tensão de cisalhamento foi conseguida com a combinação Litecast B- Silicoater após 30 minutos (22,3 MPa). Para a resina Monopast, a maior tensão de cisalhamento foi conseguida também com a combinação Litecast B- Silicoater após 30 minutos (18,6 MPa). Para a resina Visio-Gem, todas as combinações de ligas e adesivos mostraram valores maiores após 30 minutos que o grupo controle, com exceção da combinação Litecast B – Superbond (9,7 MPa). Não houve uma diminuição estatisticamente significativa nos valores de tensão de cisalhamento após 30 minutos e 3 dias de armazenamento em água.

Matsumura et al.,⁵² em 1991, estudaram a união resina-metal utilizando três processos de tratamento do metal (Aquecimento- Electric furnace, Accu-Therm 150-J.F. Jelenko & Co; Eletrodeposição de estanho- Automatic plater, Kura-Ace Model 100, Nippon Avionics Co, Japão e

Deposição iônica- Sputter coater, IB-3 Eiko Engineering Co, Japão). O material de revestimento estético utilizado foi a resina composta Dentacolor (Kulzer, Alemanha), a resina opaca utilizada foi o 4-META/MMA-TBB (tendo como produto comercial similar o Superbond, Sun-Medical, Japão) e as ligas metálicas foram: ouro tipo III- Midas- J.F. Jelenko & Co; Ni-Cr- Bondloy I –Towa-Giken Co, Japão; Co-Cr- Biocast-Rx Jeneric Gold Co. Foram confeccionadas estruturas metálicas circulares com 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura que receberam os tratamentos citados acima. Após a aplicação do opaco, uma camada de 5 mm de diâmetro de resina foi também aplicada sobre ele com o auxílio de uma matriz. Finalizados, os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas (etapa definida como ciclo 0) e, em seguida, submetidos a 5.000, 10.000 e 20.000 ciclos térmicos (4°C e 60°C). Os ensaios mecânicos de cisalhamento foram realizados em máquina de testes universais com velocidade de carregamento de 0,5 mm/min. Os resultados mostraram, para a liga áurea, que a tensão de cisalhamento somente com jateamento foi de 29,1 MPa (ciclo 0), caindo rapidamente para 4,8 MPa após 20.000 ciclos; para os grupos que receberam a eletrodeposição de estanho e a camada iônica após 20.000 ciclos, demonstraram maiores valores do que para o grupo anterior (24,7 MPa e 27,9 MPa respectivamente). Para a liga de Ni-Cr, o valor inicial foi de 31,6 MPa e 6,3 MPa após 20.000 ciclos somente com o jateamento e 35,8 MPa e 26,7 MPa após 20,000 ciclos para o grupo que

recebeu a camada iônica, mostrando que a degradação para o Ni-Cr foi mais gradual do que para a liga áurea. Para a liga de Co-Cr, o valor inicial foi de 37,3 MPa e 20,0 MPa após 20.000 ciclos somente com o jateamento e de 40,1 MPa e 24,5 MPa após 20.000 ciclos para o grupo que recebeu a camada iônica. A análise estatística não demonstrou diferenças entre os grupos para a liga de ouro, porém foi significativamente maior em relação ao jateamento somente. O grupo da liga de Ni-Cr tratada com a camada iônica mostrou ser superior estatisticamente ao grupo jateado, porém não o foi para a liga de Co-Cr. A diferença entre o grupo jateado para a liga de Co-Cr, comparado com os outros grupos jateados, foi evidentemente maior, mas as diferenças entre as três ligas que receberam a camada iônica não foram significantes.

Ishijima et al.,²⁸ em 1992, avaliaram a resistência de união de três sistemas adesivos (Silicoater- Kulzer; Superbond C&B- Sum Medical; Panavia EX- Kuraray) a seis tipos de metais, com variação desde grandes quantidades de metal nobre até sua total ausência (Ni-Cr e Co-Cr), em conjunto com a resina Dentacolor (Kulzer). Antes do ensaio mecânico de flexão de quatro pontos, os corpos-de-prova foram submetidos às seguintes condições experimentais: estocagem em solução salina a 37°C por 7 dias, 500 ciclos térmicos a 5°C e 55°C e 1.500 ciclos térmicos a 5°C e 55°C. Os resultados mostraram que a tensão de cisalhamento diminuiu para todos os sistemas com o aumento da ciclagem: porém, o sistema

Silicoater garantiu os maiores valores de tensão de cisalhamento independente do tipo de metal. O 4-META e o Panavia EX exibiram forças de união similares. Os autores concluíram que o sistema Silicoater deveria ser eleito para uso laboratorial por ter apresentado os maiores valores de tensão de cisalhamento.

Yoshida et al.,⁹⁷ em 1992, avaliaram a influência da composição do monômero nas propriedades físicas da resina opaca fotopolimerizável. As propriedades estudadas foram profundidade de polimerização, dureza, monômero residual e resistência de união a uma liga de Co-Cr (Metacast, Sun-Medical Co, Japão). Foram utilizados quatro tipos de monômeros: MMA (*methyl methacrylate*), TEGDMA (*triethyleneglycol dimethacrylate*), UDMA (*1,6-bis(methacryloyl-2-ethoxycarbonylamino)-2,4,4-trimethylhexane*) e BMPEPP (*2,2-bis(4-methacryloxypolyethoxyphenyl)propane*). Utilizou-se ainda um iniciador, um agente redutor e TiO₂. Para o estudo da resistência da união, foram confeccionadas estruturas metálicas circulares de 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, polidas com lixas de carbeto de silício (# 400) e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm por 15 segundos. Após a delimitação de uma área circular de 5 mm de diâmetro, a resina opaca foi preparada, aplicada e polimerizada por 120 segundos. Em seguida aplicou-se uma camada de 2 mm de resina composta (Dentacolor, Kulzer, Alemanha) com o auxílio de uma matriz de aço

inoxidável. Após 1 hora, os corpos-de-prova foram armazenados em água, mantidos à temperatura de 37°C por 24 horas e submetidos aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm / minuto). Adicionalmente, alguns corpos-de-prova foram termociclados em até 5.000 ciclos. Os resultados mostraram que a composição pode influenciar nas propriedades da resina opaca. Em relação ao valores de tensão de cisalhamento, os melhores resultados foram encontrados com TEGDMA (24,4 MPa antes da termociclagem e 19,7 MPa após 5.000 ciclos).

De acordo com Yoshida et al.,⁹⁴ em 1993, as resinas compostas fotopolimerizáveis para restaurações indiretas têm sido popularizadas devido a sua facilidade de manipulação e excelente estética. Uma de suas indicações é para revestimento estético de coroas e pontes, fato que originou muitos métodos para assegurar sua união com o metal. Dentre eles, os autores citam o da resina-opaco termopolimerizável, a técnica Silicoater, os dos agentes de união silano, primers adesivos para o metal, resina-opaco autopolimerizável (4-META/MMA-TBB), resina-opaco fotopolimerizável (4-META) e muitos tipos de adesivos promotores de união. Muitos desses adesivos são compostos por ácidos fosfóricos ou monômeros carboxílicos funcionais. A proposta desse estudo foi avaliar o efeito de três primers adesivos para metal com o objetivo de determinar a resistência de união de uma resina utilizada como revestimento estético para ligas metálicas. As estruturas

metálicas de formato cilíndrico com 2 mm de altura e 10 mm de diâmetro foram fundidas em liga de Co-Cr e Ag-Pd-Cu-Au. Após serem jateadas com óxido de alumínio de 50 μm (somente a liga de Co-Cr) e serem submetidas a tratamento térmico para a formação da camada de oxidação (3 minutos a 400°C), foram aplicados os seguintes monômeros funcionais (primers): New Metacolor (4-META), Cesead (MDP) e 0,5% VBATDT (monômero sintetizado por Kojima et al. em 1987). Em seguida, receberam uma camada de aproximadamente 200 μm de uma resina opaca fotopolimerizável preparada pelo próprio pesquisador. Com o auxílio de uma matriz de 6 mm de diâmetro, foi aplicada a resina Dentacolor na superfície preparada. Em seguida, um grupo de corpos-de-prova foi armazenado em água por 24 horas a 37°C e depois submetido ao ensaio de cisalhamento com velocidade de 0,5 mm/min. Outro grupo foi termociclado 20.000 vezes a 4°C e 60°C e depois submetido ao mesmo teste. Os resultados mostraram que o Cesead, que contém um monômero ácido fosfórico (MDP), promoveu uma maior tensão de cisalhamento da resina à liga de Co-Cr (em média, 44 MPa antes da termociclagem e 30 MPa após 20.000 ciclos) e do VBATDT à liga de Ag-Pd-Cu-Au (em média, 29,4 MPa antes da termociclagem e 31 MPa após 20.000 ciclos), indicando que esses primers são clinicamente aceitáveis para garantir a união de resinas compostas fotopolimerizáveis a próteses metálicas com revestimento estético. Todos os corpos-de-prova testados falharam na interface opaco-metal e nenhuma falha foi observada dentro

da camada de opaco, do corpo da resina ou entre o opaco e a resina de corpo.

Smith et al.,⁷⁰ em 1993, avaliaram o efeito do estresse térmico e o tempo de armazenamento em água de três sistemas de tratamento de superfície de metal (Ni-Cr) em relação à resistência de união ao cisalhamento da interface resina/metal. Para tanto, foram confeccionados 120 corpos-de-prova, divididos em 3 grupos de 40 para cada sistema (ataque eletrolítico, deposição de sílica- agente de união silano e fosfato éster-Panavia EX). Cada grupo foi novamente dividido em 4 grupos que receberam, cada um, um tipo de tratamento térmico e tempo de armazenamento em água, ou seja, 10 corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37°C por 7 dias e 10 por 42 dias. Outros 10 corpos-de-prova foram submetidos a ciclagem térmica (6°C-60°C) por 7 dias e outro grupo por 42 dias. Considerando que todos os 3 grupos receberam essas mesmas condições, foram obtidos um total de 12 subgrupos. O teste mecânico utilizado para avaliar a tensão de cisalhamento foi o de cisalhamento com carregamento por cinzel em ponta de faca a uma velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados mostraram valores médios de tensão de cisalhamento de 16,2 MPa para o grupo sílica/silano armazenado em água por 7 dias e valores médios mínimos de 5,3 MPa para o grupo do ataque eletrolítico termociclado por 42 dias. A análise estatística mostrou que os tipos de estresse (termociclagem e

armazenamento) afetam a resistência de união na superfície condicionada eletroliticamente, porém somente o tempo de exposição afeta os dois sistemas químicos, independente do tipo de estresse usado. No grupo sílica/silano, de tempo curto, foi encontrada a maior tensão de cisalhamento ($15,9 \text{ MPa} \pm 2,3 \text{ MPa}$), porém após 42 dias a tensão de cisalhamento diminuiu 30% (chegando a $11,3 \text{ MPa} \pm 2,2 \text{ MPa}$), enquanto o grupo fosfato éster não foi alterado ($11,4 \text{ MPa} \pm 3,0 \text{ MPa}$ para 4 dias e $10,4 \text{ MPa} \pm 2,2 \text{ MPa}$ para 42 dias). Para o grupo do condicionamento eletrolítico, a tensão de cisalhamento foi a mais fraca e diminuiu 18% entre 7 e 42 dias em água ($8,8 \text{ MPa} \pm 1,2 \text{ MPa}$ para 7, $7,2 \text{ MPa} \pm 3,0 \text{ MPa}$) e 27% após 42 dias de termociclagem ($7,2 \text{ MPa} \pm 2,8 \text{ MPa}$ para 5, $5,3 \text{ MPa} \pm 1,8 \text{ MPa}$).

Em 1994, Kern e Thompson³³ avaliaram o efeito do jateamento com partículas de óxido de alumínio na superfície do titânio. Para tanto, utilizaram estruturas metálicas de titânio [grau 4] torneado (Bego, Alemanha) com 6 mm de diâmetro e 3,4 mm de espessura. Após polimento (# 600), as estruturas foram limpas em aparelho de ultra-som com acetato de etila e jateadas com partículas de óxido de alumínio de $110 \text{ }\mu\text{m}$ (14 segundos, pressão de 0,25 MPa e 10 mm de distância) em uma área delimitada de 5 mm de diâmetro. Em seguida foram novamente limpas em ultra-som na mesma solução, e a perda volumétrica de material foi calculada utilizando a densidade do Ti ($4,5 \text{ g cm}^{-3}$) e a massa avaliada

em balança gravimétrica de precisão (0,01 mg). Para avaliar as mudanças na composição e na morfologia, as estruturas foram polidas com lixas de papel (# 600), pó de alumina (1 μ m) e ultra-som. Em seguida, receberam tratamento específico de jateamento e também silanização (Sililink, Heraeus Kulzer) em aparelho Silicoater MD (Heraeus Kulzer). A morfologia superficial foi avaliada em MEV e a composição com EDS (espectroscopia de energia dispersa de R-X). Os resultados mostraram que o valor da perda volumétrica do Ti foi similar aos valores registrados em ligas básicas e que não foi considerado crítico em relação à adaptação clínica de restaurações. A análise de EDS mostrou um aumento (aproximadamente 40%) na quantidade de partículas de alumina incrustadas na superfície do Ti após o jateamento. A camada de sílica pirolítica não resultou em uma camada visível (MEV) e foi similar a superfície jateada. Após o jateamento, o EDS mostrou um aumento na quantidade de Al na superfície do Ti. Após a silanização, houve um aumento na quantidade de Si e diminuição do Al.

Salonga et al. (1994)⁶⁹ avaliaram a resistência da união e a durabilidade de cimentos resinosos em relação a três tipos de ligas de Ni-Cr com diferentes composições e metais com conteúdo de 99,99% de Ni e 99,99% de Cr. Foram fundidos dois tipos de estruturas circulares de 10 mm de diâmetro por 2,5 mm de espessura e 8 mm de diâmetro por 2,5 mm de espessura em ligas de Ni-Cr (SB-Bondloy – 56,4% Ni - Towa

Giken, Japão; Nickel Light – 82,4 % Ni - Towa Giken, Japão; Now Chrom II – 92,4 % Ni - Towa Giken, Japão). Os metais puros foram torneados nas mesmas dimensões. Todas as estruturas foram polidas com lixas de carbeto de silício (# 600) e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm por 10 segundos, pressão de 0,5 MPa e distância de 5 mm da superfície do metal. Após a delimitação de uma área de 5 mm de diâmetro na superfície do disco de 10 mm, foi aplicada uma camada controlada com 50 µm de cimento (4-META/MMA-TBB, Superbond Opaque Ivory, Sun Medical Co), e, em seguida, esse disco foi unido ao de 8 mm. Foram obtidos dez corpos-de-prova para cada tipo de metal que ficaram armazenados em água por 24 horas. Após esse período, metade foi submetida aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/minuto) e o restante, ciclados por 20.000 vezes em banhos de água a temperaturas de 4°C e 60°C, com permanência de 1 minuto em cada temperatura. Os resultados mostraram que, após a termociclagem, os valores de tensão de cisalhamento diminuíram menos para as ligas com alto conteúdo de cromo. O metal de cromo puro teve uma redução de 15,2% enquanto o de níquel puro teve uma redução de 53,7% nos valores de tensão de cisalhamento. As falhas observadas foram predominantemente coesivas no corpo do cimento para o metal de cromo puro e predominantemente mista no metal de níquel puro. Os resultados sugerem que ligas de Ni-Cr com alto conteúdo de cromo são desejáveis para serem utilizadas com esse tipo de cimento.

Kern & Thompson,³⁴ em 1994, avaliaram a influência de longos períodos de armazenamento em água combinado com ciclagem térmica sobre a resistência de união de sistemas adesivos à liga de Ni-Cr sem Be (Wiron 99, Bego, Alemanha). Para tanto foram confeccionadas estruturas metálicas circulares de 9,0 mm de diâmetro e 3,4 mm de espessura, todas jateadas com óxido de alumínio de 110 μm . Seis diferentes sistemas de união foram testados (Rocatec, Espe- Alemanha; Silicoater MD, Kulzer- Alemanha; Clearfil FII, Kuraray- Japão; Panavia EX, Kuraray- Japão; Panavia 21, Kuraray- Japão; Twinlook, Kulzer, Alemanha) e aplicados sobre as estruturas metálicas de acordo com as instruções de cada fabricante. Cada grupo de 24 corpos-de-prova foi dividido em 3 subgrupos, cada um com 8 elementos, submetidos às seguintes condições: (1) armazenamento em solução isotônica de saliva artificial a 37°C por 1 dia sem ciclos térmicos (CT); (2) armazenamento em solução isotônica de saliva artificial a 37°C por 30 dias com 7.500 CT a 5°C e 55°C; (3) armazenamento em solução isotônica de saliva artificial a 37°C por 150 dias com 37.500 CT a 5°C e 55°C. Os valores de tensão de cisalhamento foram determinados pelo ensaio mecânico de tração em máquina de ensaios universais com velocidade 2 mm/min. Os tipos de fratura foram também determinados sob microscopia ótica com aumento de 30 vezes. Os resultados mostraram que a tensão de cisalhamento para os compósitos convencionais de BISGMA em relação à liga de Ni-Cr jateada foi significativamente menor que para os sistemas de união

mecânico-químicos e que diminuiu durante os períodos de estocagem. O uso do silano nas superfícies jateadas mostrou um leve aumento da tensão de cisalhamento. Os maiores valores de união e mais duráveis foram encontrados com a superfície tratada com uma camada de sílica e jateada em combinação com o compósito convencional BISGMA ou com o compósito modificado com o monômero fosfatado.

Leinfelder, ⁴⁶ em 1994, apresentou uma revisão literária pela qual descreveu alguns sistemas utilizados para unir resinas ao metal. De acordo com o autor, a retenção mecânica tem sido o método tradicional de propiciar a união de resinas ao metal, porém, embora eficiente, não é a técnica ideal pois ainda permite a microinfiltração e o manchamento. Além disso, ocupa um espaço necessário e precioso para o material estético e geralmente não é colocado na oclusal/incisal ou cervical e, quando utilizada, pode se tornar visível com o desgaste. Uma vantagem é que pode ser utilizada com qualquer tipo de liga (nobre ou não). O maior avanço da união resina-metal foi o ataque eletrolítico em liga com berílio, criando numerosas microretenções e resistência ao cisalhamento na ordem de 15 MPa - 20 MPa. Outros sistemas surgiram; porém, somente nas ligas áureas, a eletrodeposição de estanho resultava em uma força de resistência ao cisalhamento em torno de 25 MPa. Para o sistema Silicoater esses valores ficavam entre 20 MPa - 25 MPa.

Mukai et al.,⁵⁸ em 1995, estudaram o relacionamento entre várias condições de jateamento e a resistência de união entre resina-metal através do sistema Silicoater (Kulzer). Foram construídas 200 estruturas metálicas a partir de dois tipos de ligas metálicas (Ag-Pd e Ni-Cr) que receberam o seguinte tratamento superficial: jateamento com partículas de óxido de alumínio de 37 μm e 250 μm nas respectivas pressões e tempos: 3 kg/cm^2 por 30 s; 5 kg/cm^2 por 10 s, 30 s e 45 s e 7 kg/cm^2 por 30 s para cada tamanho de partícula. Antes da aplicação do sistema adesivo, as superfícies foram avaliadas em microscópio eletrônico de varredura e sua energia superficial avaliada através do ângulo de contato formado pela água em sua superfície. O sistema Silicoater foi então aplicado, e, em seguida, as estruturas receberam a resina estética (Dentacolor, Kulzer) sobre uma área de 6 mm de diâmetro. Dez corpos-de-prova foram utilizados para cada tratamento, sendo cada grupo dividido em dois subgrupos de cinco elementos submetidos às seguintes condições: estocagem seca por 7 dias e 10.000 ciclos térmicos entre 4°C e 60°C. A tensão de cisalhamento foi avaliada por meio de ensaios mecânicos de cisalhamento com velocidade de carregamento de 1 mm/min. Os resultados da microscopia não mostraram diferenças entre as ligas com jateamento de 37 μm ; porém, com 250 μm , a escala de deformação foi diferente para a liga de Ag-Pd. Em relação ao molhamento, o ângulo de contato foi maior para a liga de Ag-Pd (58,5°) do que para a liga de Ni-Cr (50,5°) para uma superfície polida, diminuindo

para ambas após o jateamento, demonstrando diferenças estatísticas significantes entre os tamanhos de partícula, ligas, pressão e tempo. Os valores máximos das forças de união após estocagem seca por 1 semana e jateamento de 37 μm foram de 9,8 MPa (superfície lisa) a 19,5 MPa para a liga de Ag-Pd e de 9,9 MPa (superfície lisa) a 19,5 MPa para a liga de Ni-Cr. Após o mesmo jateamento, porém com termociclagem, os valores máximos foram: 3,9 MPa (superfície lisa) a 12,7 MPa para a liga de Ag-Pd e 4,4 MPa (superfície lisa) a 15,7 MPa para a liga de Ni-Cr. Com jateamento de 250 μm , os valores máximos foram de 20,9 MPa para a liga de Ag-Pd e 19,5 MPa para a liga de Ni-Cr após 1 semana e 7,9 MPa para a liga de Ag-Pd e 12,7 MPa para o Ni-Cr após a termociclagem. Para a liga de Ag-Pd foi observada uma diferença significativa quando utilizado diferentes tamanhos de partículas, tempo e pressão de jateamento. Para a liga de Ni-Cr somente o tempo e a pressão foram significativos.

Kern e Thompson,³² em 1995, avaliaram a influência do armazenamento em água e da termociclagem nos valores de tensão de cisalhamento de vários sistemas adesivos a uma liga de Co-Cr (Wirabond, Bego, Alemanha). As estruturas metálicas circulares de 6,2 mm de diâmetro e 3,4 mm de espessura foram polidas com lixas de papel (# 600) e, em seguida, jateadas com partículas de óxido de alumínio de 110 μm a uma pressão de 0,25 MPa por 14 segundos e distância de 10 mm. Exceto

para o grupo Rocatec, todas as estruturas foram limpas em solução ultrassônica por 3 minutos. Seis diferentes sistemas de união foram testados (Rocatec, Espe- Alemanha; Silicoater MD, Kulzer- Alemanha; Clearfil FII, Kuraray- Japão; Panavia EX, Kuraray- Japão; Panavia TPN-S, Kuraray- Japão; Twinlook, Kulzer, Alemanha) e aplicados sobre as estruturas metálicas de acordo com as instruções de cada fabricante e com o auxílio de um tubo acrílico que também foi utilizado para a realização dos ensaios mecânicos. Cada grupo de 24 corpos-de-prova foi dividido em 3 subgrupos com 8 elementos, submetidos às seguintes condições: (1) armazenamento em solução isotônica de saliva artificial a 37°C por 1 dia sem ciclos térmicos (CT); (2) armazenamento em solução isotônica de saliva artificial a 37°C por 30 dias com 7.500 CT a 5°C e 55°C; (3) armazenamento em solução isotônica de saliva artificial a 37°C por 150 dias com 37.500 CT a 5°C e 55°C. Os valores de tensão de cisalhamento foram determinados por um ensaio mecânico de tração em máquina de ensaios universais com velocidade 2 mm/min. Os tipos de fraturas foram também determinados sob microscopia ótica com aumento de 30X. Os resultados mostraram que a tensão de cisalhamento para os compósitos convencionais de BisGMA em relação à liga de Co-Cr jateada foi significativamente menor do que em relação aos sistemas de união mecânico-químicos e que diminuiu durante os períodos de estocagem. O uso do silano nas superfícies jateadas mostrou um não significativo aumento da tensão de cisalhamento. Os maiores e mais duráveis valores

de tensão de cisalhamento foram encontrados na superfície tratada com uma camada de sílica e jateada em combinação com o compósito convencional BisGMA ou com o compósito modificado com o monômero fosfatado.

Taira et al.,⁷³ em 1995, avaliaram o efeito na resistência da união de um condicionador de metal (Cesead Opaque Primer, Kuraray, Japão) utilizado em conjunto com o titânio [Ti > 99,9%] torneado (Furuuchi Chemical, Japão) e com dois cimentos (Panavia EX, Kuraray, Japão; Super-Bond C&B, Sun Medical, Japão). Foram obtidos dois tipos de estruturas metálicas circulares, com 10 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura e 6 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura, polidas com lixas de carbetto de silício (# 600) e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm (10 segundos, pressão de 0,5 MPa e distância de 5 mm). A área de união foi delimitada em 5 mm de diâmetro, os condicionadores e uma camada de 50 µm de cimento foram aplicados e as estruturas metálicas unidas em várias combinações. Em seguida os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas, e uma parte foi submetida aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/ minuto) e a outra, termociclada (10.000 ciclos a 4°C e 60°C / 1 minuto em cada temperatura) antes dos ensaios mecânicos. Um grupo sem o monômero funcional (4-META) foi utilizado como controle. As fraturas foram observadas em microscópio ótico. Os resultados

mostraram que os cimentos resinosos contendo os monômeros funcionais 4-META (Super-Bond C&B) e o MDP (Cesead Opaque Primer) foram efetivos com o titânio. Após a termociclagem, a queda nos valores de tensão de cisalhamento foi mínima na associação Ti (metal) - Cesead Opaque Primer (condicionador) - Super-Bond C&B (cimento). As falhas foram predominantemente adesivas para os grupos que não utilizaram os condicionadores e mistas na associação dos materiais.

Leinfelder,⁴⁵ em 1997, apresentou uma discussão sobre os novos avanços e o desenvolvimento de materiais utilizados para a realização de restaurações diretas e indiretas em resina composta. Como restaurações indiretas, o autor cita o material Artglass (Heraeus/Kulzer) e o Belleglass (Belle de St. Claire). A resina Artglass começou a ser utilizada desde 1995, principalmente para inlays, onlays e coroas com metal que podem ser de Ni-Cr ou à base de ouro. A união com o metal é realizada por um copolímero acrilonitrila flexível (Kevloc), que produz excelente união da resina ao metal. O Artglass é um material resistente ao desgaste devido à incorporação de monômeros multifuncionais e a uma cuidadosa distribuição das partículas de carga (silicato de bário). Enquanto as resinas convencionais (com BIS-GMA ou uretano dimetacrilato –UDMA) comumente contém somente moléculas bifuncionais, a formulação do Artglass é mais complexa, contendo de 4 a 6 grupos funcionais, o que permite mais duplas ligações e melhor controle

sobre a posição do carbono na cadeia e ligações cruzadas, podendo aumentar a resistência ao desgaste e outras propriedades físicas e mecânicas da matriz resinosa.

Orchard et al.,⁶² em 1997, avaliaram a resistência de união de sistemas adesivos em conjunto com resina a uma liga de Co-Cr. Para tanto, foram confeccionadas estruturas metálicas cilíndricas, de 8,0 mm de diâmetro e 10,0 mm de comprimento, com pérolas de retenção de 0,6 mm de diâmetro. Essas estruturas receberam três tipos de recobrimento estético com uma espessura de 4,0 mm: uma resina acrílica (Biodent K&B Plus resin, De Trey), uma resina composta de micropartículas (Chromasit, Ivoclar) e uma resina de partícula híbrida (Cesead resin system, Japão). O sistema adesivo de tratamento de metal utilizado foi o Spectra Link (Ivoclar). Após a confecção de 20 corpos-de-prova para cada combinação resina/sistema adesivo, 10 elementos de cada grupo foram armazenados em água destilada a 37°C por 7 dias e 10 por 90 dias. Antes dos ensaios mecânicos de cisalhamento em máquina de ensaios universais com velocidade de carregamento de 2 mm/min, os corpos-de-prova foram termociclados (1.000 ciclos a 4°C , 37°C e 60°C). Os resultados mostraram que, antes da termociclagem, o maior valor de tensão de cisalhamento alcançado foi para a resina acrílica (25,62 MPa), seguida pela Cessead (23,71 MPa) e Chromasit (9,22 MPa). Após a termociclagem, houve um aumento dos valores para todos os materiais,

respectivamente: 27,59 MPa, 30,54 MPa e 10,19 MPa. Todos os valores foram considerados estatisticamente diferentes.

De acordo com Kourtis,⁴⁰ em 1997, o interesse por materiais fotoativados foi uma consequência da procura pela estética. Houve também uma melhora das propriedades mecânicas após a adição de micropartículas na matriz resinosa. A última evolução desses materiais foi o desenvolvimento da união química entre a resina e a superfície do metal pré-tratada com agentes de união. A união química da camada de opaco ao metal reduz a criação de fendas marginais causadas pela contração de polimerização da resina e pelos diferentes coeficientes de expansão térmica dos dois materiais. De acordo com Kourtis, os fabricantes desses sistemas de união afirmam que não há necessidade de se criar retenções mecânicas no metal para reter a resina e têm sugerido a eliminação do uso de pérolas de retenção e argolas na estrutura metálica.

A união química tem oferecido algumas vantagens clínicas como a diminuição da camada de opaco e das conseqüentes porosidades que possam se formar ao redor das retenções mecânicas. O resultado estético também melhora, pois um maior espaço para as camadas de dentina e esmalte pode ser utilizado, principalmente em áreas de acesso limitado. Contudo, é essencial o estudo da força e da estabilidade da união resina-metal para se avaliar a eficácia clínica antes da eliminação das retenções mecânicas na estrutura metálica.

Como poucos estudos comprovam a qualidade desses sistemas, o autor avaliou seis sistemas de união resina-metal: Silicoater, Silicoater MD, Rocatec, OVS, Sebond e Spectra-Link, com o objetivo de verificar a eficácia da união química e a possível redução da utilização de retenções mecânicas adicionais na estrutura metálica. Os corpos-de-prova utilizados foram submetidos a ensaios mecânicos de flexão após sua estocagem seca em temperatura ambiente por 24 horas (grupo I), após a estocagem por 24 horas em solução salina a 37°C e termociclados (2.500 ciclos a 4°C e 70°C) (grupo II) e após estocagem por 60 dias (grupo III) na mesma solução e mesmo ciclo térmico do grupo II. Os corpos-de-prova de todos os sistemas foram também submetidos ao teste de tração após estocagem seca em temperatura ambiente e analisados em microscópico ótico e eletrônico de varredura. Os resultados mostraram que certos sistemas podem promover uma união estável da resina ao metal mesmo após o armazenamento em água e termociclagem. Para o sistema Silicoater, Silicoater MD, Sebond e Spectra-Link, retenções mecânicas não são necessárias, o que pode resultar em melhores condições estéticas.

Imai e Ikeda,²⁶ em 1997, avaliaram o efeito da adição do polímero dimetacrilato a cimentos resinosos em relação aos valores de tensão de cisalhamento entre o titânio puro (JIS classe 2, Toho Titanium Co, Japão) e a resina após termociclagem. Foram obtidas estruturas

metálicas circulares (15 mm de diâmetro e 8 mm de espessura), polidas com lixas de carbetto de silício (# 600) e limpas com acetona em aparelho de ultra-som. Em seguida, as estruturas receberam um condicionador derivado do ácido fosfórico (MDP) e uma camada com 50 µm de cimento resinoso (PMMA/MMA + TBB [iniciador]) em três diferentes porcentagens de componentes: (1) PMMA + MMA [0% de etilenoglicoldimetacrilato – EGDMA]; (2) PMMA + MMA [5% de etilenoglicoldimetacrilato – EGDMA]; (3) PMMA + MMA [10% de etilenoglicoldimetacrilato – EGDMA]. Foi utilizada também uma resina experimental (2-6F/MMA) com diferentes composições em porcentagem de EGDMA (0,1% a 10%). As estruturas metálicas foram unidas, termocicladas (2.000 ou 3.000 ciclos a 4°C e 60°C com permanência de 1 minuto em cada temperatura e intervalo de 3 segundos entre os banhos) e submetidas aos ensaios mecânicos de tração (2 mm / minuto). Os resultados mostraram que a adição de 5% ou mais de monômero dimetacrilato aos dois tipos de cimento resinoso causou uma redução drástica nos valores de tensão de cisalhamento após a termociclagem. Antes da termociclagem, as diferentes porcentagens de dimetacrilato não afetaram os valores de tensão de cisalhamento.

Taira et al., ⁷⁶ em 1997, avaliaram o efeito na resistência de união e na durabilidade de cinco condicionadores de metal (Super-Bond Liquid, Sun Medical Co, Japão; Metal Primer, GC Corp, Japão; Acryl

Bond, Shofu, Japão; Tokuso Rebase MR. Bond, Tokuyama Soda Co, Japão; All-Bond 2 Primer B, Bisco, USA) utilizados em conjunto com titânio torneado (Furuuchi Chemical, Japão) [Ti > 99,9%] e dois cimentos (Super-Bond C&B, Sun Medical, Japão; All Bond 2 C&B, Bisco, USA). Foram obtidos dois tipos de estruturas metálicas circulares, com 10 mm e 6 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura, polidas com lixas de carbetto de silício (# 240 a # 600) e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 μm (10 segundos, pressão de 0,5 MPa e distância de 5 mm). A área de união foi delimitada em 5 mm de diâmetro, os condicionadores e uma camada de 50 μm de cimento foram aplicados e as estruturas metálicas unidas em várias combinações. Em seguida os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas, uma parte foi submetida aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/ minuto) e, a outra parte, termociclada (10.000 ciclos a 4°C e 60°C / 1 minuto em cada temperatura) antes dos ensaios mecânicos. As fraturas foram observadas em microscópio ótico. Os resultados mostraram que os valores de tensão de cisalhamento foram aumentados com todos os condicionadores, embora três deles (Super-Bond Liquid [25,8 MPa]; Metal Primer [24,7 MPa]; Tokuso Rebase MR. Bond [20,9 MPa]) tenham apresentado os maiores valores em relação aos outros dois (Acryl Bond [17,7 MPa]; All-Bond 2 Primer B [15,8 MPa]). A melhor combinação foi com o condicionador (4-META) e o cimento resinoso contendo o iniciador TBB

(3-butilborano) [25,8 MPa]. Em todos os grupos, após a termociclagem, ocorreu uma mudança no padrão de falhas, de coesivas para adesivas.

May et al.,⁵⁴ em 1997, avaliaram a resistência da união do titânio comercialmente puro (grau 2) a uma resina acrílica contendo o monômero funcional 4-META (Meta-Dent, Sun Medical Co, Japão). Após a confecção das estruturas metálicas cilíndricas em Ti torneado, um grupo foi jateado com partículas de óxido de alumínio de 110 μm antes da aplicação da resina acrílica. Outro grupo não jateado serviu como controle. Os corpos-de-prova foram armazenados em água por 24 horas antes da realização dos ensaios mecânicos de cisalhamento (descritos por Shell e Nielsen, 1962). Os resultados mostraram que o grupo experimental apresentou valores de tensão de cisalhamento 3,7 vezes maiores que os do grupo controle.

Kurtz et al.,⁴² em 1998, compararam a resistência da união de uma resina composta (Artglass, Kulzer) ao titânio comercialmente puro fundido (ASTM-II, Titanium Ind.) e ao ouro tipo IV (Sofard, Nihombashi – Tokuriki) utilizando um sistema de união (Siloc, Kulzer) e vários tratamentos superficiais. As estruturas metálicas com 10 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura foram polidas com lixas de carbeto de silício (# 600) [grupo 1] e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 μm [grupo 2] e 250 μm [grupo 3]. Após a delimitação da área de união

(4,76 mm de diâmetro), essa superfície foi condicionada com o sistema Siloc e, em seguida, foram aplicadas duas camadas de resina Artglass Opaquer e, com o auxílio de uma matriz de teflon, foi aplicada a resina de dentina e esmalte. Os corpos-de-prova foram submetidos aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm / minuto). Os resultados mostraram que o sistema Siloc aumentou os valores médios de tensão de cisalhamento para ambos os metais. Para o ouro, não houve diferenças estatisticamente significantes para o grupo jateado com 50 μm (14,6 MPa) e 250 μm (16,4 MPa). Para o titânio, o grupo jateado com 250 μm associado com o Siloc apresentou os maiores valores médios de tensão de cisalhamento (22,8 MPa).

Taira et al., ⁷⁵ em 1998, avaliaram a influência da oxidação superficial de dois tipos de titânio comercialmente puro em relação à união com a resina. Foram obtidas estruturas circulares com 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura de dois tipos de titânio: fundido [Ti > 99,6] (Pure Titanium A, J. Morita, Japão) e torneado [Ti > 99,9] (99,9% Titanium metal, Furuuchi Chemical Ind., Japão). O Ti fundido foi polido com lixa de carbeto de silício (# 600) e jateado com partículas de óxido de alumínio de 50 μm (10 segundos, pressão de 0,5 Mpa e distância de 5 mm). O Ti torneado foi identicamente polido e submetido por 10 minutos a diferentes temperaturas em forno elétrico: 400°C, 500°C, 600°C, 700°C e 800°C. Após a aplicação do condicionador (Cesead Opaque Primer, Kuraray,

Japão), uma matriz com perfuração circular de 5 mm de diâmetro delimitou a área de união na qual foi aplicada uma camada com 50 µm de espessura de cimento resinoso (MMA-TBB) e unida a um cilindro de resina acrílica de 6 mm de diâmetro e 5 mm de espessura. Todos os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas. Em seguida, metade foi submetida aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm / minuto) e a outra parte somente após termociclagem (5.000 ciclos a 4°C e 60°C com permanência de 1 minuto em cada temperatura). Os resultados mostraram que a tensão de cisalhamento foi de 32,5 MPa para o titânio fundido e superfície polida após termociclagem com uma diminuição não significativa em relação ao grupo sem termociclagem. Ocorreu uma diminuição nos valores de tensão de cisalhamento para temperaturas superiores a 400°C. Embora a superfície polida e jateada tenha sido efetiva, o grupo jateado apresentou uma menor redução nos valores após a termociclagem. Os autores concluíram que o excesso de oxidação prejudica o processo de união.

Rothfuss et al.,⁶⁸ em 1998, avaliaram a união resina-metal utilizando de dois sistemas comercialmente disponíveis (Silicoater e Kevloc, Kulzer). Para tanto, foram confeccionadas 52 estruturas metálicas de 10 mm X 10 mm X 10 mm em Ni-Cr (Ticonium, Ticonium Co.), divididas aleatoriamente em 2 grupos iguais, que receberam o tratamento por cada um dos sistemas. Em seguida, a ambos os grupos foi aplicada

uma camada de resina (Artglass, Kulzer) de 4 mm de diâmetro e 2 mm de altura. Após serem armazenados em água destilada a 37°C por 15 dias, foram submetidos a 1.200 ciclos térmicos a 5°C e 55°C. Os ensaios mecânicos de cisalhamento foram realizados em máquina de ensaios universais com velocidade de carregamento de 1 mm/min. Os resultados não demonstraram diferenças estatisticamente significativas entre os dois grupos que apresentaram valores médios de tensão de cisalhamento de 10,93 MPa (Silicoater) e 11,44 MPa (Kevloc). Com exceção de um corpo-de-prova, nos demais todas as fraturas foram do tipo adesiva (entre opaco e metal).

Özcan et al.,⁶³ em 1998, realizaram uma revisão da evolução bem como dos atuais sistemas de condicionamento de superfície de metais e de porcelana para a união com resinas, destacando suas vantagens, desvantagens e suas implicações clínicas. De acordo com os autores, os sistemas de condicionamento de superfície podem ser mecânicos, macromecânicos, micromecânicos, químicos e através do condicionamento eletroquímico ou deposição eletrolítica de estanho. Descreveram ainda as etapas laboratoriais de alguns sistemas de união química como o SR Spectra Link, Silicoater Classical, Silicoater MD, Kevloc AC, Siloc e Rocatec. Os autores compararam os sistemas e finalizaram com uma revisão de estudos clínicos controlados que mostram o bom desempenho desses materiais, convergindo para a conclusão de

que as técnicas de união química oferecem melhores resultados do que as de união mecânica.

Pesun & Mazurat,⁶⁴ em 1998, avaliaram a resistência de união da resina-metal utilizando dois sistemas de tratamento de metal (Silicoater MD e Kevloc, ambos da Kulzer). Foram confeccionadas estruturas metálicas de Co-Cr (Vitallium, Austenal), de formato cilíndrico, com 12 mm de comprimento e 6,5 mm de diâmetro, que receberam os tratamentos superficiais de acordo com as instruções do fabricante e um recobrimento de 5,0 mm de espessura com a resina Palopress Vario (Kulzer), e que foram divididas em três grupos: (1) grupo controle, que não recebeu pré-tratamento superficial com jateamento de óxido de alumínio; (2) pré-tratamento com óxido de alumínio de 110 μm e (3) pré-tratamento com óxido de alumínio de 250 μm . Após sua confecção, foram armazenadas a seco por uma semana e, em seguida, submetidas aos ensaios mecânicos de cisalhamento em máquina de ensaios universais com velocidade de carregamento de $1,0 \pm 0,3$ mm. Os resultados mostraram diferenças significantes nos valores de tensão de cisalhamento entre os grupos (1): 5,5 MPa, (2) 9,83 MPa e (3) 11,14 MPa. Entre os grupos (2) e (3) não houve diferenças. Os valores de tensão de cisalhamento testados após 1 semana (9,92 MPa) não foram diferentes dos valores médios após 6 semanas (7,91 MPa- Silicoater). Em relação aos dois sistemas de união, o

Kevloc demonstrou maiores valores de tensão de cisalhamento que o Silicoater, respectivamente 17,3 MPa e 10,0 MPa.

Vojvodic et al.,⁸⁷ em 1999, compararam os valores de tensão de cisalhamento do sistema Kevloc (Kulzer) em conjunto com a resina Dentacolor (Kulzer) e o sistema Silicoater (Kulzer) em associação com a resina Artglass (Kulzer), ambos sobre dois tipos de ligas metálicas (Ag-Pd e Co-Cr). Para isso, foram construídas 132 estruturas metálicas sem retenções mecânicas e com a parte ativa de 7 mm de diâmetro e 2 mm de espessura. As 132 estruturas foram divididas em 2 grupos, cada um contendo 66 elementos, sendo 33 para a liga de Ag-Pd e 33 para a de Cr-Co e, a eles foi aplicado um tipo de sistema de união associado com seu respectivo material de revestimento estético. Em seguida, cada sub-grupo foi dividido em 3 outros subgrupos de 11 elementos cada e submetidos às seguintes condições: o primeiro subgrupo foi testado 24 horas após a polimerização; o segundo foi testado após 4 semanas de imersão em água destilada a 37°C e o terceiro grupo testado após ciclagem térmica. Com exceção de um corpo-de-prova de cada subgrupo, que foi avaliado quanto à espessura da camada do agente de união, todos foram submetidos ao ensaio mecânico de cisalhamento para que fosse avaliada a tensão de cisalhamento ao metal. Os resultados mostraram que: (1) ambos os sistemas apresentaram o mesmo desempenho para as duas ligas; (2) após as diferentes condições de armazenamento, ambos tiveram

uma redução na tensão de cisalhamento; (3) o sistema Kevloc garantiu maiores valores de tensão de cisalhamento independente da liga utilizada, tendo como valores iniciais 12,52 MPa a 12,94 MPa, reduzidos para 7,64 MPa a 8,05 MPa após a imersão em água e 6,12 MPa a 6,95MPa após a termociclagem, tendo ocorrido falhas do tipo coesiva entre as camadas de opaco ou entre a camada de opaco e a resina; (4) a análise da interface resina-metal revelou que ambos os materiais não apresentaram fenda marginal.

Petridis et al.,⁶⁶ em 1999, compararam a resistência de união ao metal de três materiais utilizados como revestimento estético. Para tanto foram fundidas 90 estruturas metálicas (Au-Pd-Ag: V-Delta loy, Metalor Dental, USA) circulares de 15 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura, divididas em 6 grupos de 15 elementos. Em seguida, receberam 3 tratamentos de superfície: polimento e jateamento com óxido de alumínio de 50 μ m e 250 μ m. O Grupo I (controle) foi constituído de corpos-de-prova confeccionados com porcelana feldspática convencional (Omega, Vita), aplicada sobre a superfície metálica com o auxílio de uma matriz de teflon em uma área delimitada de 6 mm de diâmetro e 5 mm de espessura. No Grupo II, a superfície metálica foi tratada com o sistema Siloc-pre e Siloc-bond (Kulzer) e recebeu uma camada de resina Artglass (Kulzer). O Grupo III recebeu o mesmo tratamento do Grupo I; porém, após a segunda camada de opaco, a superfície da porcelana recebeu um

tratamento com uma solução de ácido fluorídrico a 6% (KHS, Kay-See Co), silano (KHS, Kay-See Co) e uma resina sem partículas de carga (Artglass liquid, Kulzer) sendo, em seguida, aplicada uma camada de resina Artglass (Kulzer). Os 3 grupos foram testados após armazenamento seco por 24 horas à temperatura ambiente, e mais 3 grupos adicionais idênticos foram armazenados em solução de NaCl (0,9%) 0,1% M a 37°C por 10 dias e depois termociclados (2.500 ciclos a 5°C e 55°C). Os valores de tensão de cisalhamento foram determinados pelo teste de cisalhamento com carregamento de 0,5 mm/min, além da natureza das falhas (adesiva, coesiva ou mista). Os resultados mostraram que os valores médios de tensão de cisalhamento foram de 29,66 MPa para o grupo I armazenado a seco e 22,91 MPa após a termociclagem e, respectivamente, de 21,43 MPa e 17,92 MPa para o grupo II e 19,34 MPa e 15,64 MPa para o grupo III. Em todas as técnicas, houve uma queda estatisticamente significativa para os valores de tensão de cisalhamento após a ciclagem térmica. A união da porcelana ao metal foi estatisticamente superior à união resina-metal, e uma técnica alternativa para a união de resina ao metal seria a utilização do condicionamento da porcelana para a união da resina, pois os resultados não mostraram diferenças significantes entre os dois ao se utilizar o opaco da porcelana como agente de união ao metal.

Watanabe et al.,⁹⁰ em 1999, avaliaram efeito na resistência da união de uma resina composta ao titânio após jateamento com partículas de óxido de alumínio e silanização. Foram fundidas estruturas metálicas circulares em Ti CP (ASTM grau II, Titanium Industry, Texas) e liga áurea tipo IV (Sofard, Japão) com 10 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura. Em seguida, foram polidas com lixas de carbeto de silício (# 600) - [grupo 1] e jateadas com partículas de óxido de alumínio (10 segundos, 10 mm e 3 bar) com diferentes tamanhos (50 μm e 250 μm)- [grupos 2 e 3]. Todos os grupos foram condicionados com o sistema Siloc pre / Siloc bond (Heraeus Kulzer, Alemanha) e receberam duas camadas de opaco (Heraeus Kulzer, Alemanha) e resina Artglass (Heraeus Kulzer, Alemanha) em uma área delimitada de 4, 76 mm de diâmetro. Como controle, um grupo jateado (50 μm) não recebeu silanização. Os corpos-de-prova ($n = 8$) foram submetidos aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm / minuto). Adicionalmente, a superfície dos metais de cada grupo foi analisada em MEV, e a rugosidade superficial determinada. Os resultados mostraram que o sistema Siloc melhorou os valores de tensão de cisalhamento para o Ti e Au no grupo jateado com 50 μm (18,3 MPa e 14,6 MPa respectivamente). Os valores foram estatisticamente diferentes entre os grupos do Ti e os maiores valores foram encontrados no grupo jateado com 250 μm e silanizado (22,8 MPa). Para o ouro, os valores não foram estatisticamente diferentes nos grupos silanizados e jateados com 50 μm e 250 μm .

Yoshida et al.,⁹⁶ em 1999, compararam os valores de tensão de cisalhamento de cinco condicionadores utilizados em conjunto com uma resina acrílica autopolimerizável (MMA-PMMA-Unifast, GC Corp, Japão) a uma liga de Co-Cr (Metacast, Sun Medical Co, Japão). Estruturas circulares de 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram polidas com lixas de carvão de silício (# 600), jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm por 15 segundos a uma pressão de 0,5 MPa e distância de 5 mm. Foram obtidos seis grupos de dez elementos cada: (1) Controle- sem aplicação do condicionador; (2) Acryl Bond, Shofu Inc, Japão; (3) Cesead Opaque Primer, Kuraray Co, Japão; (4) Metacolor Opaque Bonding Liner, Sun Medical Co, Japão; (5) Metal Primer II, GC Corp, Japão; (6) MR. Bond, Tokuyama Corp, Japão. Após delimitar a área de união de 5 mm de diâmetro, foram aplicados o condicionador e a resina com o auxílio de uma matriz. Após sua confecção, os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas. Assim, metade desses elementos foi submetida aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/minuto) após esse período e o restante, submetido aos ensaios mecânicos após 50.000 ciclos térmicos (4°C e 60°C com tempo de permanência de 1 minuto em cada temperatura). As superfícies fraturadas foram observadas em microscópio óptico para determinação do tipo de falha. Os resultados mostraram que todos os condicionadores avaliados melhoraram os valores de tensão de cisalhamento em relação ao grupo controle antes da termociclagem, exceto o grupo 4. Após a

termociclagem, os grupos 3 e 5 apresentaram maiores valores de tensão de cisalhamento e estatisticamente não diferentes, respectivamente, 21,8 MPa e 25,6 MPa. Os valores para os outros grupos foram de 0,0 MPa para o controle; 2,8 MPa para o grupo 2; 5,5 MPa para o grupo 4 e 14,4 MPa para o grupo 6. Independentemente do condicionador utilizado, todos os condicionadores apresentaram valores de tensão de cisalhamento significativamente maiores antes da termociclagem. Após a termociclagem, todas as falhas foram adesivas.

Cobb et al.,¹⁴ em 2000, avaliaram o efeito de quatro métodos de tratamento superficial do metal em relação à sua união com resina. Foram confeccionadas 100 estruturas metálicas circulares de 8 mm de diâmetro e 1 mm de espessura em liga áurea (Porcelain 76, WE Mowrey, EUA), polidas com lixas de carbetto de silício (# 320), limpas em aparelho de ultra-som e armazenadas por 24 horas. Em seguida, foram divididas em quatro grupos iguais que receberam os seguintes tratamentos: (1) rugosidades criadas por pontas diamantadas; (2) jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 μm (pressão de 84 psi, 4 segundos e distância de 5 mm); (3) jateamento com partículas de óxido de alumínio de 27 μm (pressão de 160 psi, 4 segundos e distância de 5 mm); (4) jateamento com partículas de sílica silanizadas e recobertas com Al_2O_3 – 30 μm - (pressão de 34 psi, 4 segundos e distância de 5 mm). Metade dos elementos dos grupos 1, 2 e 3 foi lavada com água, limpa com H_3PO_4 por

15 segundos e silanizada (Porcelain Primer, Bisco). Em seguida, as estruturas de todos os grupos receberam duas camadas de Primer A e Primer B (Bisco) e uma fina camada de resina (Dentin/Enamel Bonding Resin, Bisco). Com o auxílio de uma matriz metálica de 4,3 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade, foi aplicada a resina composta (Pertac, ESPE America) e polimerizada. Os corpos-de-prova foram armazenados a 37°C por 48 horas, termociclados 300 vezes a 5°C e 55°C e submetidos aos ensaios mecânicos de cisalhamento (5 mm/minuto). Adicionalmente, outras estruturas metálicas receberam os mesmos tratamentos dos grupos citados e submetidos à análise em MEV e EDS. Os resultados mostraram que os maiores valores médios de tensão de cisalhamento foram encontrados no Grupo 4, CoJet-Sand combinado com a superfície silanizada [13,5 MPa]. O Grupo 1 apresentou os menores valores [2,9 MPa]. Embora o Grupo 4 tenha apresentado os maiores valores de tensão de cisalhamento, a análise das superfícies evidenciou a presença de falhas adesivas entre o adesivo e o metal. A análise por MEV evidenciou a presença de partículas de sílica na superfície do metal. No Grupo 4 aparecem dois tipos de partículas na superfície do metal, provavelmente sílica e alumínio. Foi observado um aumento na quantidade de alumina (Al) na superfície do metal em todos os grupos (exceto no Grupo 1). Porém, sílica (Si) só foi observada no Grupo 4.

Knight et al.,³⁷ em 2000, compararam os valores de tensão de cisalhamento de sete sistemas adesivos utilizados em conjunto com uma resina composta (Herculite, Kerr) e uma liga de Ni-Cr-Be (Rexillum III, Jeneric Gold Co). Estruturas circulares de 5,5 mm de diâmetro foram incluídas em resina acrílica autopolimerizável, polidas com lixas de papel seqüenciais (# 120, # 400 e # 600), jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm por 5 segundos, lavadas com água corrente por 5 segundos e secas com jatos de ar livre de óleo. Foram obtidos oito grupos de dez elementos cada: (1) PermaQuick, Ultradent Products, Utah; (2) Optibond Solo, Kerr, Calif.; (3) Prime & Bond 2.1, Dentsply Caulk, Milford; (4) 3M Single Bond, 3M Dental Products, Minn.; (5) Panavia 21 + ED Primer, J. Morita USA Inc, Calif.; (6) Panavia 21, J. Morita USA Inc, Calif.; (7) Optibond FL + Optibond FL primer, Kerr, Calif.; (8) All-Bond 2, Bisco Dental Products, Schaumburg). Com o auxílio de uma cápsula a resina composta foi aplicada sobre a superfície tratada, polimerizada, e os corpos-de-prova foram armazenados por 2 horas em água destilada a 37°C até o momento da realização dos ensaios mecânicos de cisalhamento (1 mm/minuto). Os resultados mostraram que o grupo do All-Bond 2 apresentou os maiores valores médios de tensão de cisalhamento (16,72 MPa) e o grupo Panavia 21 usado com o primer, os menores valores médios (11,91 MPa). Os sistemas adesivos dentinários exibiram maiores valores de tensão de cisalhamento comparados aos cimentos resinosos.

Matsumura et al.,⁵³ em 2000, avaliaram o efeito de um condicionador de metal (Cesead II Opaque Primer, Kuraray, Japão) na resistência da união de dois tipos de aço inoxidável e aos metais contendo somente Cr ou Ni. Foram torneadas estruturas metálicas circulares com 10 mm e 8 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura para os quatro tipos de metais: aço inoxidável (AUM20 stainless steel, Aichi Steel Co, Japão; SUS 316L stainless steel, Wago Industrial Ltd., Japão); metal Cr [99,99%] (Furuuchi Chemical Ind., Japão); metal Ni [99,9%] (Furuuchi Chemical Ind., Japão). Todas as estruturas foram polidas com lixas de carbeto de silício (# 600) e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm (10 segundos, pressão de 0,5 MPa e 5 mm de distância). Após delimitar a área de união de 5 mm, foi aplicado o condicionador e uma camada de resina opaca (Super-Bond Opaque, Sun Medical, Japão) e os discos foram unidos. Um grupo controle foi unido sem a aplicação do condicionador. Após sua confecção, os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas. Assim, metade desses elementos foi submetida aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/minuto) após esse período, e o restante, submetido aos ensaios mecânicos após 100.000 ciclos térmicos (4°C e 60°C com tempo de permanência de 1 minuto em cada temperatura). Após a termociclagem, foram encontrados, respectivamente, os seguintes valores médios de tensão de cisalhamento para os grupos controle e condicionados: AUM20 - 16,3 MPa e 30,3 MPa; SUS 316L - 7,5 MPa e 32,9 MPa; Cr - 31,1 MPa e

39,3 MPa e Ni - 3,1 MPa e 13,1 MPa. O uso do condicionador elevou significativamente os valores de tensão de cisalhamento para todos os grupos. A análise das falhas mostrou que todas foram coesivas para todos os grupos antes da termociclagem. Após a termociclagem, todas as falhas foram adesivas para o metal Ni sem condicionador e predominantemente adesiva com o uso do condicionador. Para o metal Cr, após a termociclagem, as falhas foram predominantemente coesivas para o grupo condicionado e predominantemente mistas para o grupo sem condicionador.

Ohkubo et al.,⁵⁹ em 2000, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento de uma resina acrílica autopolimerizável ao titânio comercialmente puro (Ti CP), a uma liga de titânio (Ti-6Al-4V) e ao Co-Cr utilizando diferentes condicionadores. Foram fundidas, por arco voltaico em centrífuga (Ti) e por indução (Co-Cr), 180 estruturas metálicas circulares (6,0 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura), sendo 60 para cada metal: Ti CP (ASTM Grade II, Grand Prairie, Texas), Ti-6Al-4V (ASTM Grade V, Grand Prairie, Texas) e Co-Cr (Vitallium, Austenal, Chicago). Depois de fundidas, as superfícies circulares foram polidas com lixas abrasivas de carbetto de silício (# 600) e jateadas com óxidos de alumínio (50 μ m) por 10 segundos, pressão de 0,48 MPa e distância de 5 mm. Em seguida, lavadas por 10 minutos com acetona e agitação ultrasônica. Após o jateamento, a superfície metálica foi examinada em MEV

para que fossem identificadas partículas de alumina. Todas as superfícies foram examinadas antes e depois do jateamento para a determinação semiquantitativa de sua composição. Adicionalmente, a rugosidade superficial também foi avaliada após o jateamento. Utilizaram-se 5 condicionadores: Metal Primer II [MP] (GC Corp, Japão); Cesead Opaque Primer [OP] (Kuraray, Japão); Meta Base M [MB] (Sun Medical, Japão); Condicionador experimental [EP] (Kanebo, Japão); Sistema Siloc [SI] (Heraeus Kulzer, Califórnia). Como controle foi utilizada uma superfície não condicionada. Auxiliado por uma matriz de teflon, a resina acrílica autopolimerizável (Palapress Vario, Heraeus Kulzer) foi aplicada de acordo com as instruções do fabricante em uma área determinada de 5 mm de diâmetro. Todos os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas. Em seguida, foram divididos em 2 grupos de 5 elementos, sendo os ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/min) realizados sem e após termociclagem (2.000 ciclos a 4°C e 60°C com tempo de permanência de 1 minuto em cada temperatura). Após a fratura, as falhas foram avaliadas em microscópio ótico com aumento de 20 X e classificadas em adesivas, mistas e coesivas. Os resultados mostraram que os condicionadores melhoraram os valores de tensão de cisalhamento para todos os metais, porém sem diferenças estatisticamente significantes. Os condicionadores OP, MP e EP mostraram maiores valores de tensão de cisalhamento em relação ao MB. Após a termociclagem, os valores de tensão de cisalhamento diminuíram

substancialmente para os grupos MB e SI. O grupo MB foi menos resistente. Falhas mistas foram observadas nos grupos OP e MP e adesivas em todos os grupos restantes. Os autores concluíram que os 5 condicionadores aumentaram significativamente os valores de tensão de cisalhamento da resina aos metais utilizados e que os grupos OP e MP exibiram maiores valores de tensão de cisalhamento e durabilidade que os grupos MB e SI.

Taira et al.,⁷⁴ em 2000, avaliaram o efeito, na resistência de união e na durabilidade de três condicionadores de metal (Cesead II Opaque Primer, Kuraray, Japão; Metal Primer II, Okayama, Japão; Alloy Primer, Kuraray, Japão) utilizados em conjunto com dois tipos de titânio (Titan Ingot JS2, Selec, Japão [Ti $\geq$ 99,485%]; Ti torneado, Furuuchi Chemical, Japão [Ti > 99,9%] e dois cimentos (Panavia 21 OP, Kuraray, Japão; Super-Bond C&B Opaque Primer, Sun Medical, Japão). Foram obtidas estruturas metálicas circulares com 10 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura, polidas com lixas de carbetto de silício (# 600) e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 μ m (15 segundos, pressão de 0,5 MPa e distância de 5 mm). A área de união foi delimitada em 5 mm de diâmetro, os condicionadores foram aplicados e um cilindro de resina acrílica foi cimentado. Grupos sem condicionadores também foram preparados como controle. Em seguida, os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas, uma parte submetida aos

ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/ minuto) e outra parte termociclada (10.000 ciclos a 4°C e 60°C / 1 minuto em cada temperatura) antes dos ensaios mecânicos. As fraturas foram observadas em microscópio ótico e eletrônico de varredura. Os resultados mostraram que os valores de tensão de cisalhamento foram influenciados pela termociclagem, pelos condicionadores, cimentos e suas combinações, porém os dois tipos de Ti não apresentaram diferenças. Os três tipos de condicionadores foram comparáveis e o melhor valor foi obtido com a combinação desses condicionadores e o cimento Super-Bond. Todas as falhas foram mistas.

Yanagida et al.,⁹³ em 2001, avaliaram o efeito na união de uma resina composta laboratorial ao titânio utilizando oito condicionadores de metal (Acryl Bond, Shofu, Japão; All-Bond 2 Primer B, Bisco, USA; Alloy Primer, Kuraray, Japão; Cesead II Opaque Primer, Kuraray, Japão; Eye Sight Opaque Primer, Kanebo, Japão; Metafast Bonding Liner, Sun Medical Co, Japão; Metal Primer II, GC, Bélgica; MR Bond, Tokuyama, EUA) e um sistema modificador de superfície (Siloc, Heraeus Kulzer, Alemanha). Foram obtidas 144 estruturas circulares em liga de titânio – Ti-6Al-7Nb- (T-Alloy Tough, GC, EUA) com 10 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura. Desse total, 128 estruturas foram polidas com lixas de carbetto de silício (# 600) e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm por 15 segundos e divididas em oito grupos de 16 elementos

para cada condicionador; o restante, 16 estruturas, foi utilizado o sistema Siloc, as quais foram polidas e jateadas com partículas de 125 μm por 25 segundos. Em ambos os procedimentos foi utilizada pressão de 0,3 MPa e distância de jateamento de 20 mm. Após o preparo da superfície de união, delimitou-se a área de união com 5 mm de diâmetro. Foram aplicadas duas camadas de resina opaca (Artglass Opaque, Heraeus Kulzer, Alemanha) e, em seguida, com auxílio de uma matriz circular, foi aplicada a resina composta (Artglass, Heraeus Kulzer, Alemanha). Após sua confecção, os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas. Assim, metade desses elementos foi submetido aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/minuto) após esse período e, o restante, submetidos aos ensaios mecânicos após 20.000 ciclos térmicos (4°C e 60°C com tempo de permanência de 1 minuto em cada temperatura). Os resultados mostraram que o grupo Siloc apresentou os maiores valores médios de tensão de cisalhamento (26,8 MPa) após a termociclagem, seguido por outros dois grupos, Cesead II Opaque Primer (22,2 MPa) e Alloy Primer (19,2 MPa), os quais contém em sua composição o mesmo monômero funcional. As fraturas foram predominantemente adesivas entre a superfície metálica e a resina opaca. Os autores concluíram que esses condicionadores podem ser indicados, embora possa ser necessária a utilização de retenções mecânicas.

Yoshida et al.,⁹⁹ em 2001, avaliaram a influência da composição e do tratamento superficial das partículas de carga (TiO_2) de resinas opacas fotopolimerizáveis em relação à união com o metal e suas propriedades mecânicas. As resinas opacas foram preparadas (fase orgânica- TEGDMA-UDMA) com várias combinações na composição das partículas (fase inorgânica) de TiO_2 sem tratamento superficial e com tratamento superficial ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$) de um agente silano em conjunto com partículas de SiO_2 silanizadas. Para avaliar o efeito dessas composições na resistência da união ao metal, foi utilizada uma liga nobre de Ag-Pd-Cu-Au (Castwell M.C.12, GC Corp., Japão) de formato circular, com 10 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura. Após polimento com lixas de carbetto de silício (# 600), as superfícies foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 μm (15 segundos, pressão de 0,5 MPa e distância de 5 mm). A área de união foi delimitada em 5 mm de diâmetro, a resina opaca aplicada e polimerizada e, com o auxílio de uma matriz, foram aplicadas camadas de resina composta (Dentacolor, Kulzer) e polimerizadas. Em seguida, os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas, uma parte submetida aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/minuto) e outra parte termociclada (5.000 ciclos a 4°C e 60°C / 1 minuto em cada temperatura) antes dos ensaios mecânicos. Os resultados mostraram que, após a termociclagem, os maiores valores de tensão de cisalhamento foram encontrados, respectivamente, nos grupos: 40% de partículas de TiO_2 tratadas e 60%

de partículas de SiO_2 - [14,5 MPa] e 50% de partículas de TiO_2 tratadas e 50% de partículas de SiO_2 - [14,2 MPa]. Adicionalmente, nesses grupos foram encontradas excelentes propriedades mecânicas.

Yoshida et al.,⁹⁸ em 2001, avaliaram a influência do tratamento superficial das partículas de carga (TiO_2) de resinas opacas fotopolimerizáveis em relação à união com o metal e suas propriedades mecânicas. As resinas opacas foram preparadas (fase orgânica-TEGDMA-UDMA) variando-se o tratamento superficial das partículas (fase inorgânica) de TiO_2 com um agente silano ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$). Para avaliar o efeito desses tratamentos na resistência da união ao metal, foi utilizada uma liga nobre de Ag-Pd-Cu-Au (Castwell M.C.12, GC Corp., Japão) de formato circular, com 10 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura. Após polimento com lixas de carbeto de silício (# 600), as superfícies foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 μm (15 segundos, pressão de 0,5 MPa e distância de 5 mm). A área de união foi delimitada em 5 mm de diâmetro, a resina opaca aplicada e polimerizada e, com auxílio de uma matriz, foram aplicadas camadas de resina composta (Dentacolor, Kulzer) e polimerizadas. Em seguida os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas, uma parte submetida aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/ minuto) e outra parte termociclada (5.000 ciclos a 4°C e 60°C / 1 minuto em cada temperatura) antes dos ensaios mecânicos. Os resultados mostraram que, antes da

termociclagem, os valores de tensão de cisalhamento não foram estatisticamente diferentes para as partículas de TiO_2 com [11,8 MPa] ou sem [12,4 MPa] tratamento superficial. Porém, após os ciclos térmicos, os valores foram estatisticamente diferentes para as partículas de TiO_2 com [7,7 MPa] ou sem [4,8 MPa] tratamento superficial. Adicionalmente, foram encontradas melhores propriedades mecânicas no grupo de partículas de TiO_2 tratadas.

Kadoma,³¹ em 2002, avaliou o efeito na resistência da união e durabilidade de imersão em água de dois condicionadores de metal indicados para metais nobres (EP3MA: 4,5-epithiopentyl methacrylate e EP8MA: 9,10-epithiodecyl methacrylate) e um para metais básicos (MDP: 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate). Foram obtidas estruturas metálicas cilíndricas com 5 mm de diâmetro e 4 mm de comprimento dos seguintes metais: Liga áurea: Casting Gold tipo IV - GC, Japão; Liga de Paládio: Castwell M.C - GC, Japão; Liga de prata: Sunsilver CB – Sankin, Japão; Aço inoxidável; Liga de Co-Cr: Durallium JD – Jelenko, USA; Liga de Ni-Cr: SB bondloy I – Towa Giken, Japão; Titânio: comercialmente puro. A superfície de cada cilindro foi polida usando lixas seqüências # 1.000, # 2.000 e # 4.000 e lavada com acetona. Após a aplicação dos cinco condicionadores (MDP, EP3MA, EP8MA, EP3MA-MDP ou EP8MA-MDP), dois cilindros de cada liga foram unidos com uma resina acrílica experimental com o auxílio de um

posicionador, num total de cinco elementos em cada grupo. Os corpos-de-prova foram termociclados 2.000 vezes nas temperaturas de 4°C e 60°C com permanência de 1 minuto em cada. Em seguida foram submetidos aos ensaios mecânicos de tração (2 mm/minuto). As fraturas foram fotografadas com um aumento de 20 X e a área com resíduos de material medida com papel milimetrado. Os resultados mostraram que a combinação do EP3MA-MDP ou EP8MA-MDP foi efetiva para aumentar a qualidade da união de metais nobres e básicos quando em comparação com a utilização isolada. Para os metais nobres, o EP3MA e o EP8MA aumentaram significativamente os valores de tensão de cisalhamento, embora não tenham sido efetivos para os metais básicos e o Ti.

Yanagida et al.,⁹¹ em 2002, avaliaram o efeito na união de uma resina composta laboratorial ao titânio utilizando oito condicionadores de metal (Acryl Bond, Shofu, Japão; All-Bond 2 Primer B, Bisco, USA; Alloy Primer, Kuraray, Japão; Cesead II Opaque Primer, Kuraray, Japão; Eye Sight Opaque Primer, Kanebo, Japão; Metafast Bonding Liner, Sun Medical Co, Japão; Metal Primer II, GC, Bélgica; MR Bond, Tokuyama, EUA) e um sistema modificador de superfície (Silloc, Heraeus Kulzer, Alemanha). Foram obtidas 144 estruturas circulares em Ti [99,7%] (T-Alloy H, GC, Bélgica) com 10 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura. Desse total, 128 estruturas foram polidas com lixas de carbeto de silício (# 600) e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm por 15

segundos e divididas em 8 grupos de 16 elementos para cada condicionador; no restante, isto é, 16 estruturas, foi utilizado o sistema Siloc, as quais foram polidas e jateadas com partículas de 125 μm por 25 segundos. Em ambos os procedimentos, foi utilizada pressão de 0,3 MPa e distância de jateamento de 20 mm. Após o preparo da superfície de união, delimitou-se a área de união com 5 mm de diâmetro. Foram aplicadas duas camadas de resina opaca (Artglass Opaque, Heraeus Kulzer, Alemanha) e, em seguida, com o auxílio de uma matriz circular, foi aplicada a resina composta (Artglass, Heraeus Kulzer, Alemanha). Após sua confecção, os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas. Assim, metade desses elementos foi submetida aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/minuto) após esse período e o restante submetido aos ensaios mecânicos após 20.000 ciclos térmicos (4°C e 60°C com tempo de permanência de 1 minuto em cada temperatura). Os resultados mostraram que todos os grupos foram afetados significativamente e tiveram seus valores de tensão de cisalhamento reduzidos após a termociclagem, sendo o grupo Siloc o menos afetado e o grupo All - Bond 2 o mais afetado. Após a termociclagem, os maiores valores de tensão de cisalhamento foram obtidos com os grupos Cesead II Opaque Primer (20 MPa) e Siloc (19 MPa). As fraturas foram predominantemente adesivas entre a superfície metálica e a resina opaca. Os autores concluíram que esses

condicionadores podem ser indicados, embora possa ser necessária a utilização de retenções mecânicas.

Petridis et al.,⁶⁵ em 2003, avaliaram o efeito de três resinas compostas laboratoriais com seus respectivos sistemas de união e de uma porcelana feldspática na resistência da união a uma liga nobre (V-Deltaloy, Metacolor Dental) . Foram obtidas 120 estruturas metálicas circulares de 15 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura, polidas com lixas de carbetto de silício (#600) e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm (10 minutos e pressão de 50 psi). Essas estruturas foram divididas em 4 grupos: Grupo 1 (controle): porcelana feldspática (Omega, Vita); Grupo 2: Artglass-Siloc pre/bond (Heraeus Kulzer); Grupo 3: Targis-Targis Link (Ivoclar-Vivadent) e Grupo 4: Sculpture- Sculpture Metal Coupler (Jeneric/Pentron). Metade dos corpos-de-prova foi submetida aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/minuto) após armazenamento seco por 24 horas à temperatura ambiente. O restante foi armazenado em solução de NaCl (0,9% - 0,1 M) a 37°C por 10 dias e depois termociclado (2.500 ciclos a 5°C e 55°C). Adicionalmente, o padrão de falha foi determinado. Os resultados mostraram os seguintes valores médios de tensão de cisalhamento antes e após a termociclagem: Grupo 1: 29,7 MPa e 22,9 MPa; Grupo 2: 29,0 MPa e 23,1 MPa; Grupo 3: 17,1 MPa e 14,1 MPa e Grupo 4: 20,2 MPa e 19,2 MPa. Os grupos 1 e 2 apresentaram valores estatisticamente superiores aos dos outros dois

grupos. Todos os grupos, com exceção do 4, tiveram seus valores significativamente reduzidos após armazenamento e termociclagem. As falhas foram predominantemente mistas e somente 4 corpos-de-prova apresentaram falhas adesivas. No grupo 3, todas as falhas foram adesivas e, no grupo 4, a maioria foi mista.

Yanagida et al.,⁹² em 2003, avaliaram a eficácia de diferentes condicionadores de metal quando utilizados para promover a união entre resinas e uma liga de titânio. Foram confeccionadas estruturas circulares com 10 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura com a liga Ti-6Al-7Nb (GC, Japão). Após polimento com lixas de carbeto de silício (# 600), as superfícies foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm (15 segundos, pressão de 0,3 MPa e distância de 20 mm). Os corpos-de-prova foram obtidos através da combinação de oito condicionadores de metal: 1- Acryl Bond (Shofu Dental, EUA); 2- All-Bond 2 Primer B (Bisco, EUA); 3- Alloy Primer (Kuraray, Japão); 4- Cesead II Opaque Primer (Kuraray, Japão); 5- Metafast Bonding Liner (Sun Medical, Japão); 6- Metal Primer II (GC); 7- MR Bond (Tokuyama America, EUA); 8- Super-Bond Liquid (Sun Medical); e 3 resinas acrílicas autopolimerizáveis: I- Repairsin (GC); II- Super-Bond C&B (Sun Medical); III- Tokuso Rebase (Tokuyama). Adicionalmente, foram confeccionados corpos-de-prova como controle sem a utilização dos condicionadores. Em seguida, os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas, uma

parte submetida aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/ minuto) e outra parte termociclada (20.000 ciclos a 4°C e 60°C / 1 minuto em cada temperatura) antes dos ensaios mecânicos. Os resultados mostraram que, antes da termociclagem, os valores médios de tensão de cisalhamento variaram de 4,5 MPa (grupo controle + Tokuso Rebase) a 46,9 MPa (Alloy Primer + Repairsin). Após a termociclagem, os valores médios de tensão de cisalhamento variaram de 0,4 MPa (grupo controle + Tokuso Rebase) a 21,8 MPa (Alloy Primer + Super-Bond C&B); em seguida 17,8 MPa (Cesead II Opaque Primer + Super-Bond C&B) e 16,5 MPa (Metal Primer II+ Super-Bond C&B).

Ban ⁹ em 2003, avaliou o efeito de solução alcalina no tratamento superficial do Ti Cp e liga em relação à resistência de união a resina. Foram obtidas estruturas metálicas de 20 mm x 15 mm x 1 mm nos seguintes metais: 1) Ti Cp (KS-50, Kobelco); 2) Ti-6Al-4V (KS-64, Kobelco); TNTZ (liga de Ti experimental) e Au-Pd-Ag (Super Cast, Osaka Kikinzoku). As estruturas foram jateadas com óxido de alumínio (100 µm–250 µm), limpas em banho de água destilada em aparelho de ultra-som e secas à temperatura ambiente. As estruturas de Ti Cp jateadas foram tratadas com diferentes soluções alcalinas (LiOH, NaOH, KOH), diferentes concentrações (1 M e 5 M), diferentes temperaturas (25°C e 60°C), diferentes tempos (1 hora e 20 horas) e aquecidas a diferentes temperaturas (400°C, 600°C e 800°C). Para comparação, o Ti Cp foi

somente jateado ou jateado e oxidado a 600°C por 1 hora em atmosfera ambiente. Para os outros metais, foi utilizada uma solução padrão de 5 M de NaOH a 60°C por 20 horas e aquecida em atmosfera ambiente a 600°C por 1 hora. Após o preparo das estruturas metálicas, dois diferentes tipos de resinas e seus sistemas de união foram aplicadas (Solidex, Shofu, Japão; Cesead II, Kuraray, Japão), os corpos-de-prova armazenados por 24 horas em solução fisiológica a 37°C e submetidos aos ensaios mecânicos de cisalhamento (5 mm / minuto). Os resultados mostraram que, para o Ti Cp, não houve diferença significativa nos valores de tensão de cisalhamento após jateamento ou jateamento seguido de oxidação (7,7 MPa a 8,5 MPa). Quando foi utilizada a solução alcalina, os valores foram aproximadamente 1,5 vezes maiores (10,0 MPa a 11,9 MPa). Em relação aos outros tipos de metal, todos tratados com a solução alcalina tiveram os valores de tensão de cisalhamento aumentados em relação ao jateamento somente, com exceção da liga nobre que não apresentou diferença significativa, após utilização da solução alcalina (7,1 MPa a 7,7 MPa). Os valores foram, respectivamente, para o metal jateado e tratado com a solução: TNTZ (6,6 MPa e 10,6 MPa), Ti-6Al-4V (6,6 MPa e 12,5 MPa) e Ti Cp (7,9 MPa e 11,9 MPa). Os maiores valores de tensão de cisalhamento foram encontrados utilizando-se as soluções de NaOH e KOH e aquecimento à temperatura de 600°C (aproximadamente 11 MPa). Entretanto, as diferentes concentrações, a temperatura e o tempo de exposição não

foram significantes para a solução de NaOH. O autor concluiu que o tratamento da superfície do Ti com soluções alcalinas é um método simples e eficiente para melhorar a união resina-metal.

Lim et al.,⁴⁷ em 2003, avaliaram o efeito do jateamento com partículas de óxido de alumínio, do gel acidulado de flúor e de soluções de NaF na resistência de união de uma resina composta a diferentes tipos de titânio e liga de Co-Cr. Foram confeccionadas estruturas metálicas de 11 mm x 11 mm x 3 mm em: 1) Co-Cr-Mo (Vitallium, Nobelpharma, EUA – liga controle); 2) Ti Cp (CP-titanium, Ohara, Japão); 3) Ti-6Al-4V (Ohara, Japão); 4) Ti-6Zr-6Sn-6Nb (KIST, Coréia); 5) Ti-13Zr-6Nb (KIST, Coréia) e 6) Ni-Ti (KIST, Coréia), incluídas em resina acrílica autopolimerizável, polidas com lixas de carbetto de silício (#1000), limpas com etanol e secas. Três tratamentos superficiais foram aplicados: a) polimento com lixas (# 2.000); b) jateamento com óxido de alumínio- 50 μ m; c) gel acidulado de flúor (F^- = 1,23%, pH 3,0) durante 5, 10 e 20 minutos. Em seguida foram aplicados o agente de união (Scotchbond MP, 3M, EUA) e a resina composta (Z100, 3M, EUA) em uma área de 5 mm de diâmetro. Os corpos-de-prova foram armazenados em água deionizada a 37°C por 24 horas antes dos ensaios mecânicos. Para as estruturas jateadas, utilizou-se o agente de união (Super-Bond C&B, Sun Medical, Japão) e a resina composta (Z100, 3M, EUA). Esses corpos-de-prova foram armazenados em água deionizada a 37°C por 1 dia (ou 4 dias) ou

armazenados em solução de NaF (pH 3, 37°C) por 4 dias antes dos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,02 cm/minuto). Adicionalmente, as estruturas foram analisadas por MEV e EDS. Os resultados mostraram que, para o grupo *a*, foram obtidos os menores valores de tensão de cisalhamento (0,84 MPa) com a liga 1 e os maiores com as ligas de titânio (3,12 MPa a 4,62 MPa). Para o grupo *b*, foram obtidos os menores valores para a liga 1 (12 MPa) e os maiores para a liga 4 (17,66 MPa) e liga 5 (16,56 MPa). Para o grupo *c*, foram obtidos valores de 1,68 MPa a 19,61 MPa. A liga de Co-Cr não apresentou melhora nos valores de tensão de cisalhamento após o tratamento *c* nem a liga de Ni-Ti contendo comparativamente pouco titânio. As ligas contendo 80% ou mais de Ti apresentaram valores no grupo *c* comparáveis aos do grupo *b*. Não houve diferenças entre os tempos de 5, 10 e 20 minutos de aplicação do gel. Os corpos-de-prova preparados com o Super-Bond apresentaram maiores valores de tensão de cisalhamento do que com o Sctchbond. As ligas 4 (28,02 MPa) e 5 (26,40 MPa) apresentaram os maiores valores e a liga de Ni-Ti (18,72 MPa) o menor. Não houve diferença no tempo de armazenamento de 1 ou 4 dias em água deionizada. Os valores de tensão de cisalhamento não foram influenciados pelo armazenamento em NaF. Os autores concluíram que o tratamento da superfície das ligas de Ti com gel acidulado de flúor pode ser uma alternativa ao uso do jateamento com óxido de alumínio.

Em 2003, Behr et al.¹¹ compararam a resistência da união entre resina composta laboratorial e o titânio, Co-Cr e uma liga nobre utilizando diferentes sistemas de união. Foram confeccionadas 180 estruturas metálicas (20 mm x 10 mm x 2 mm) com os seguintes metais: Ti (grau I- [99,62%], Dentauro, Alemanha), Co-Cr (Dentitan, Alemanha) e Au-Pt-Pd-Ag-Cu (Degunorm, Alemanha). Em seguida, foram polidas com lixas de carvão de silício (# 800), e a área de união foi delimitada em 5 mm de diâmetro. Com o auxílio de uma matriz de aço, as resinas compostas foram aplicadas após receberem os seguintes tratamentos superficiais: grupo 1- resina Columbus / Metal Primer (Cendress Metaux, Suíça); grupo 2 – resina Signum (Heraeus Kulzer, Alemanha) / Rocatec (3M Espe, Alemanha); grupo 3- resina Solidex (Shofu, Alemanha) / Rocatec (3M Espe, Alemanha); grupo 4 – resina Targis / Targis link (Ivoclar, Liechtenstein); grupo 5 – resina Thermoresin / Metal Primer II (GC, Japão) e grupo 6 - CompoPlus – deposição “tribochemical” sobre o Ti (Degussa, Alemanha). Os corpos-de-prova foram divididos em três subgrupos: grupo a – armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas; grupo b – termociclados (6.000 a 5°C e 55°C por 2 minutos em cada temperatura) e grupo c - armazenados em água destilada a 37° C por 150 dias. Após esses períodos, os corpos-de-prova foram submetidos aos ensaios mecânicos de cisalhamento (1mm / minuto), e as falhas observadas em lupa estereoscópica. Os resultados mostraram que, independentemente da técnica e do metal utilizado, todos os valores de

tensão de cisalhamento foram menores após a termociclagem. Para o titânio, os maiores valores foram para o grupo 6. Os métodos de deposição de sílica e os que utilizam monômeros funcionais não foram estatisticamente diferentes para o Ti. Com exceção dos grupos 2 e 5, que tiveram valores médios de tensão de cisalhamento inferiores a 10 MPa, todos os outros grupos apresentaram valores de 10 MPa a 21 MPa. Para o Co-Cr, os maiores valores foram para o grupo 6 e 4, independente do período de armazenamento. Enquanto os valores para o Ti no grupo 6 não foram diferentes em relação aos períodos de armazenamento em água, para o Co-Cr os valores diminuíram significativamente para o grupo 4 após termociclagem e 150 dias de armazenamento. Os valores foram considerados baixos para os grupos 1, 2 e 3, ou seja, inferiores a 10 MPa. Para a liga nobre, os valores para os grupos 2, 3 e 6 não foram estatisticamente diferentes; porém, os grupos 1 e 4 foram estatisticamente inferiores aos grupos 2, 3 e 6. A análise das falhas mostrou que os grupos 1, 2 e 3 apresentaram mais falhas adesivas independente do metal utilizado. Os outros grupos mostraram a presença de falhas mistas não influenciadas pelo metal utilizado ou período de armazenamento.

Proposição



*E*ste estudo teve como objetivo avaliar a resistência da união resina/metal utilizando o teste de cisalhamento e classificar o padrão dos tipos de falhas ocorridas nessa interface, considerando as seguintes fontes de variação:

1- Metais:

- Ni-Cr;
- Co-Cr;
- Ti Cp.

2- Tratamentos superficiais dos metais:

- Polimento;
- Jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm ;
- Jateamento com partículas de Al_2O_3 de 250 μm ;
- Condicionadores de metais: derivado do ácido carboxílico (4-META); derivados do ácido fosfórico (MDP); silanização pirolítica.

3- Estresse hidrotérmico:

- T0: Ensaios mecânicos após 24 horas de armazenamento em água à temperatura constante;
- T1: Ensaios mecânicos após 500 ciclos térmicos em água a diferentes temperaturas.

Material e Método



MATERIAL

Os quadros 1, 2 e 3 apresentam os materiais selecionados para este estudo.

Quadro 1- Ligas e metal.

Marca Comercial	Fabricante
Wiron 99 Ni-Cr Ni 65%, Cr 22,5%, Mo 9,5%, Nb 1%, Si 1%, Fe 0,5%, Ce 0,5%, C max. 0,02%	Bego Bremer Goldschlägerei Wilh. Herbst GmbH & Co, Alemanha
Wironit Co-Cr Co 64%, Cr 28%, Mo 5%, Si 1%, Mn 1%, C max. 0,35%	Bego Bremer Goldschlägerei Wilh. Herbst GmbH & Co, Alemanha
Tritan Ti Cp (Grau I) Ti ≥ 99,5% (Cp:Comercialmente puro) Outros elementos: Fe, O, H, N, C	Dentaurum Pforzheim, Alemanha

Quadro 2- Condicionadores de metal e abreviações utilizadas no texto.

Marca Comercial	Princípio Ativo	Fabricante
Metal Photo Primer (MPP)	Grupo carboxílico (4-AET)*	Shofu, INC Kyoto, Japão
Cesead II Opaque Primer (OP)	Grupo fosfórico (MDP)*	Kuraray Japão
Silloc pre / Silloc bond (S)	Silanização pirolítica	Heraeus Kulzer GmbH, Wehrheim, Alemanha
Targis Link (TL)	Grupo fosfórico (MDP)*	Ivoclar Schaan Liechtenstein

* Ver apêndice G

Quadro 3- Opaco, resina composta e abreviações utilizadas no texto.

Marca Comercial	Fabricante
Artglass Opaquer (O)	Heraeus Kulzer GmbH, Wehrheim, Alemanha
Artglass Dentine (D)	Heraeus Kulzer GmbH, Wehrheim, Alemanha

MÉTODO

Obtenção das estruturas metálicas

Obtenção dos padrões em cera

Inicialmente foi confeccionado um modelo-padrão de aço inoxidável em torno mecânico com as seguintes características e dimensões: disco de 8,0 mm de diâmetro e 2,0 mm de espessura, com uma projeção perpendicular partindo do seu centro em forma cilíndrica com 3,0 mm de diâmetro e 17,0 mm de comprimento (Figura 1).



FIGURA 1: Modelo-padrão.

A seguir, um tubo de PVC (19,0 mm de diâmetro) foi cortado com 23,0 mm de comprimento em torno mecânico para possibilitar a obtenção de faces paralelas. Em uma das faces, foram realizados dois recortes

diametralmente opostos com 4,0 mm de profundidade e 4,0 mm de largura com o objetivo de alojar uma pequena barra metálica com seção transversal quadrada de 4,0 mm. Com a barra metálica encaixada, de sua parte inferior até a outra face do tubo de PVC, restavam exatamente 19,0 mm (altura do modelo padrão de aço inoxidável: 2,0 mm do disco + 17,0 mm do cilindro). O modelo-padrão foi, então, posicionado com a face circular sobre uma placa de vidro e todo o conjunto (tubo de PVC + barra metálica) foi colocado sobre ele. Dessa maneira, a parte circular do modelo-padrão ficava pressionada de um lado pela placa de vidro e de outro lado pela barra metálica (Figura 2).



FIGURA 2: Dispositivo para posicionar o modelo-padrão.

Uma depressão no centro do lado superior da barra metálica permitia que a ponta de um grampo especialmente preparado se encaixasse proporcionando, assim, estabilidade ao sistema. O tubo de PVC foi preenchido com silicona de adição laboratorial (Elite Double 32 Shore-A, Zermarch, Itália), de acordo com as instruções do fabricante, até o limite da borda inferior da barra metálica.

Após o tempo de polimerização (20 minutos), o tubo de PVC foi liberado do grampo, verificou-se a fidelidade da moldagem e o modelo-padrão foi removido.

O espaço correspondente às dimensões propostas foi preenchido com cera (Geo Classic, Renfert GmbH, Alemanha) liquêfeita pelo equipamento Dippy pro (Yeti Dental, Alemanha) com o auxílio de um contagotas de pescoço longo pelo orifício de 3,0 mm de diâmetro do molde de silicona até atingir a parte circular que ficava apoiada sobre uma placa de vidro. Irregularidades na parte circular foram cuidadosamente retocadas com o auxílio de um gotejador de cera e de uma lâmina de bisturi para que nenhum defeito comprometesse a parte nobre da estrutura metálica (área de estudo da união). Após o resfriamento da cera, o padrão foi cuidadosamente removido com o auxílio do sacador (Figura 3).



FIGURA 3: Padrão de cera sendo removido pelo sacador.

Inclusão e fundição dos padrões de cera

Para a obtenção das estruturas metálicas em Ni-Cr e Co-Cr, foi utilizado o revestimento fosfatado (Micro-Fine 1700-Talladium, INC-USA) e para o Ti Cp, o revestimento (Rematitan plus- Dentaaurum, Alemanha), ambos manipulados de acordo com as instruções dos fabricantes. Após a inclusão e presa dos revestimentos, os anéis metálicos foram levados ao forno (Edgcon 3P – EDG Equipamentos e Controles Ltda) frio e submetidos aos ciclos térmicos estabelecidos pelos fabricantes.

Todos os metais foram fundidos, de acordo com as instruções do fabricante, pela técnica que utiliza plasma (gás argônio ionizado e altamente aquecido) como meio de transmissão de energia (Discovery, EDG Equipamentos e Controles Ltda).

Após a remoção de todo excesso de revestimento, as estruturas metálicas foram separadas dos condutos de alimentação com discos de carborundum em torno de alta rotação (Nevoni. Série 1541. Tipo F56) e, em seguida, foi finalizada a limpeza com jato de óxido de alumínio com partículas de 100 μm em aparelho Basic classic (Renfert GmbH, Alemanha) (Figuras 4 e 5).



FIGURA 4: Estruturas metálicas unidas ao conduto de alimentação.



FIGURA 5: Estrutura metálica pronta.

Tratamentos da superfície de união

As superfícies de união de todas as estruturas metálicas foram polidas metalograficamente em uma politriz (Metaserv 2000, Buehler, Brasil) com lixas de carbetto de silício (Norton, Saint-Gobain Abrasivos Ltda, Brasil), seqüencialmente (#320, #600), com a finalidade de reduzir possíveis interferências retentivas. Após o polimento, todas as estruturas metálicas foram lavadas com álcool isopropílico - $\text{CH}_3\text{CHOHCH}_3$ - (Nuclear, Brasil) em aparelho de ultra-som por 10 minutos. Em seguida, as estruturas metálicas, para cada metal, foram aleatoriamente divididas em três grupos iguais.

- a) Superfície polida: (P) - Grupo controle 1
- b) Jateamento com óxido de alumínio de 50 μm : (J50)
- c) Jateamento com óxido de alumínio de 250 μm : (J250)

Todos os procedimentos de jateamento foram realizados em aparelho Basic classic (Renfert GmbH, Alemanha) com óxido de alumínio (Cobra, Renfert GmbH, Alemanha – 99,5% Al_2O_3 e máximo de 0,06% SiO_2) a uma distância padronizada de 5 mm (Figura 6), pressão de 0,5 MPa e tempo de 15 segundos.^{74,96,98,99}



FIGURA 6: Dispositivo construído com fio ortodôntico (0,7 mm) para padronização da distância de jateamento.

Aplicação dos condicionadores de metal

Os condicionadores de metal (Quadro 2) foram aplicados, de acordo com as instruções dos fabricantes, em cada um dos três grupos.

Metal Photo Primer (MPP): Aplicação de uma camada com pincel descartável diretamente sobre o metal e espera de aproximadamente 1 minuto para aplicação da resina opaca.

Cesead II Opaque Primer (OP): Aplicação de uma camada com pincel descartável diretamente sobre o metal e espera de aproximadamente 1 minuto para aplicação da resina opaca.

Siloc pre / Siloc bond (S): Aplicação de uma camada de Siloc pre com pincel descartável diretamente sobre o metal e, após 2 minutos, levado ao aparelho Silicoater MD (Heraeus Kulzer, Alemanha). Após resfriamento por aproximadamente 4 minutos, foi aplicada uma camada de Siloc bond e, após 5 minutos, aplicou-se a primeira camada da resina opaca.

Targis Link (TL): Aplicação de uma camada com pincel descartável diretamente sobre o metal e espera de aproximadamente 5 minutos para aplicação da resina opaca.

Adicionalmente, dos grupos J50 e J250 foram obtidos dois outros grupos controle, nos quais foram aplicadas a resina opaca (O) e a resina dentina (D) sem a utilização prévia dos condicionadores de metal – grupo controle 2 (J50/OD) e grupo controle 3 (J250/OD).

Para melhor entendimento, no final do capítulo, é apresentado o organograma resumido da pesquisa.

Aplicação das resinas opaca (O) e dentina (D)

Em todas as estruturas metálicas foram aplicadas duas camadas de resina opaca (O) - Quadro 3 - e polimerizadas em aparelho Dentacolor XS (Heraeus Kulzer, Alemanha) por 90 segundos cada, de acordo com as instruções do fabricante.

Em seguida, foram aplicadas duas camadas de resina dentina (D) - Quadro 3 – com espessura de 1 mm cada, sendo a primeira camada polimerizada por 90 segundos e a segunda, por 180 segundos em Aparelho Dentacolor XS (Heraeus Kulzer, Alemanha) de acordo com as instruções do fabricante. Para padronizar a aplicação do material de revestimento estético, foi utilizada uma matriz em aço inoxidável bipartida (Figuras 7 e 8).



FIGURA 7: Matriz metálica bipartida.



FIGURA 8: Condensação da resina.

Após a finalização dos corpos-de-prova (Figura 9), cada grupo foi testado sob duas condições experimentais: após 24 horas de armazenamento em água em estufa de cultura regulada à temperatura constante de 37°C (T0) e após armazenamento e termociclagem (T1). Os ciclos térmicos constaram de 500 banhos alternados em água quente (60°C) e fria (4°C) com permanência de 15 segundos em cada temperatura.^{4,16,17,18,22,35,56} O equipamento utilizado foi uma máquina de simulação de ciclos térmicos modelo MSCT-3 (São Carlos, Brasil).

Ensaaios Mecânicos

Os ensaios mecânicos de cisalhamento foram realizados em uma máquina de ensaios (modelo 810 Material Test System da MTS System Corporation - Minnesota – U.S.A.) com o auxílio de um dispositivo especialmente construído para a realização dos ensaios mecânicos com uma velocidade de carregamento de 0,5 mm/min.^{25,27,70,96} (Figura 10).



Figura 9: Corpo-de-prova finalizado.

Cálculo da tensão de cisalhamento

Para o cálculo da tensão de cisalhamento (σ), utilizou-se a seguinte expressão:⁵

$$\sigma \text{ (MPa)} = \frac{F_{\text{máx}} \text{ (N)}}{A_{\text{união}} \text{ (mm}^2\text{)}}$$

onde ($F_{\text{máx}}$) representa a força máxima de rompimento fornecida pelo computador da máquina de ensaio; ($A_{\text{união}}$) representa a área de união entre a estrutura metálica e o material de revestimento estético, sendo constante e igual a πr^2 . Onde $r = 3,88 \text{ mm}$ e obtido pela média da medida do diâmetro de todas as estruturas metálicas fundidas.



FIGURA 10: Cinzel posicionado para realização do cisalhamento.

Análise do tipo de falha ocorrida na interface

Após os testes de cisalhamento, a face de união da estrutura metálica foi observada em uma lupa estereoscópica (CARLZEISS-JENA, Alemanha) com aumento de 40 vezes e as falhas classificadas da seguinte maneira:

Falha adesiva: entre a estrutura metálica e a resina opaca;

Falha coesiva: na camada de resina;

Falha mista: composição entre falha adesiva e coesiva;

Para a classificação, pelo menos $\frac{1}{2}$ da superfície circular deveria estar enquadrada em um dos padrões de falha.

Adicionalmente a essas análises, foram também selecionadas algumas amostras de cada grupo para a realização de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersa de RX (EDS) com o objetivo de contribuir para a interpretação dos resultados.

Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersa de RX (EDS)

As análises (MEV e EDS) foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura (modelo JEOL JSM – T33AO Scanning Microscope; 20,0 KV). Para o EDS, foi utilizado tempo de 100 segundos para a identificação dos elementos químicos.

Planejamento estatístico

Considerando-se a literatura consultada, experiências prévias e a viabilidade de realização da pesquisa, foi proposto o organograma apresentado na página 102. Para cada tipo de metal, foram determinados três grupos (P, J50 e J250). O grupo P (controle 1) foi dividido em dois grupos (T0 e T1) que, em seguida, foram subdivididos em quatro subgrupos. Os grupos J50 e J250 foram divididos em três grupos: Grupo controle (2 e 3) - dividido em dois subgrupos, T0 e T1- e grupos T0 e T1, subdivididos em

quatro subgrupos. Dessa forma, foram obtidos 28 grupos para cada um dos três tipos de metal ($3 \times 28 = 84$ grupos), com todos os grupos contendo 7 corpos-de-prova cada um ($7 \times 84 = 588$ corpos-de-prova).

Para avaliar o efeito dos tratamentos superficiais (jateamento com Al_2O_3 de 50 μm e 250 μm) e da termociclagem (T0 e T1) sobre a tensão de cisalhamento, foram empregadas análises de variância de três fatores.

Nos grupos controle (polimento), foram empregadas análises de variância de um fator considerando-se somente o efeito dos condicionadores sobre a tensão de cisalhamento. Optou-se por uma análise isolada desse grupo para melhor interpretação dos resultados.

Os grupos controle 2 (J50/OD) e 3 (J250/OD) não tiveram seus valores de tensão de cisalhamento analisados em conjunto com os quatro condicionadores para evitar um possível mascaramento do efeito destes materiais.

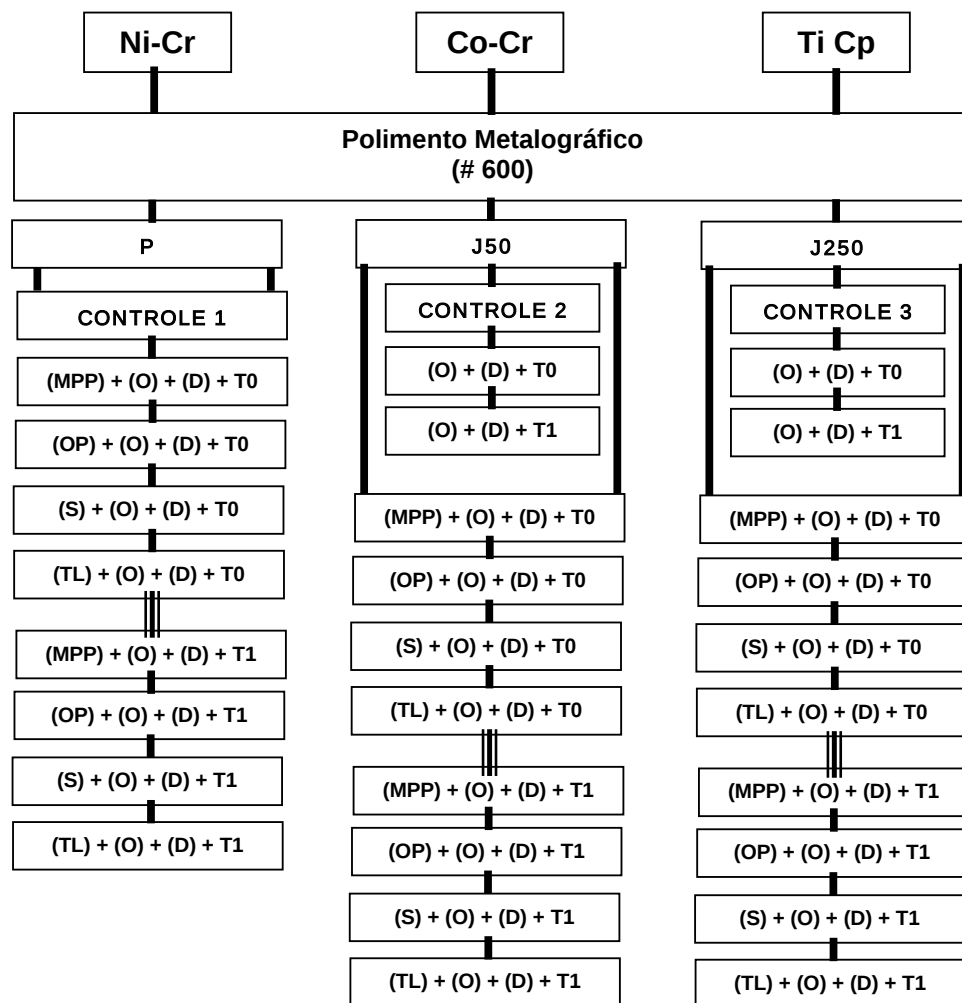
As análises de variância foram complementadas pelo teste de Tukey para a comparação múltipla de médias. Adotou-se, como regra de decisão, por um efeito significativo, isto é, diferença expressiva entre médias, o nível de 5% de significância.

Para garantir a validade da análise de variância, algumas pressuposições principais devem ser feitas: independência dos dados; homogeneidade de variância, ou seja, equivalência da variabilidade das

medidas entre os grupos experimentais; e que os resíduos definidos pelas diferenças entre as medidas e a média do grupo sigam uma distribuição normal. A independência foi garantida pela forma de execução do trabalho, enquanto a homogeneidade de variância e a normalidade dos resíduos foram avaliadas, respectivamente, pelos testes de Levene e de Shapiro-Wilk.

Outro procedimento utilizado foi o da construção de intervalos de 95% de confiança para a média do grupo experimental. Sendo os resultados de tensão de cisalhamento um conjunto infinito de valores, o grupo experimental pode ser considerado como uma parte representativa.

ORGANOGRAMA RESUMIDO DA PESQUISA



Resultado e Discussão

Resultados obtidos para a liga de Ni-Cr

Na Tabela 1 do Apêndice A, são apresentadas as medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova, após armazenamento em água por 24 horas (T0), obtidos utilizando-se os quatro diferentes condicionadores de metal (MPP, OP, S e TL) em conjunto com a resina opaca e a resina de revestimento, aplicados sobre a superfície polida (P) da liga de Ni-Cr. Não existem valores de tensão de cisalhamento para o grupo P/T1, uma vez que todos os corpos-de-prova, ao final dos ciclos térmicos, apresentaram-se com o revestimento estético separado do metal.

Nas Tabelas 2 e 3 do Apêndice A, são apresentadas as medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos utilizando-se os quatro diferentes condicionadores de metal (MPP, OP, S e TL) em conjunto com a resina opaca e a resina de revestimento, aplicados sobre a superfície jateada da liga de Ni-Cr, respectivamente, com partículas de Al_2O_3 de 50 μm (J50) e 250 μm (J250) após armazenamento em água por 24 horas (T0) e termociclagem (T1). No grupo OD, foi utilizada a resina opaca diretamente sobre o metal associada à resina de revestimento.

Análise estatística

Na Tabela 1 são mostradas as médias e os desvios padrão relativos aos três tratamentos de superfície, antes e após a termociclagem, de acordo com o condicionador utilizado, e também para o grupo controle OD. A avaliação das diferenças entre médias foi realizada por uma análise de variância de três fatores: tratamento de superfície, termociclagem e condicionador, não se considerando o controle OD e nem o grupo polimento, como explicado no planejamento estatístico. O sumário da análise de variância é apresentado na Tabela 2, na qual se destacam os efeitos significativos ($p < 0,05$) da interação entre tratamento e condicionador e da interação entre termociclagem e condicionador.

Tabela 1 - Média e desvio padrão (DP) dos valores de tensão de cisalhamento, em MPa, obtidas para os corpos-de-prova em todo o planejamento da pesquisa com a liga de Ni-Cr.

Condicionador	Termociclagem	Tratamentos					
		P		J50		J250	
		Média	DP	Média	DP	Média	DP
OD	T0	-	-	3,4	0,36	5,1	0,96
	T1	-	-	1,9	0,46	6,2	0,98
MPP	T0	1,3	0,64	5,1	0,79	7,6	0,68
	T1	-	-	7,7	1,44	7,9	0,82
OP	T0	2,3	0,57	6,7	1,07	8,6	1,33
	T1	-	-	8,4	1,21	9,2	0,78
S	T0	0,7	0,54	5,7	0,79	8,3	0,99
	T1	-	-	6,2	1,17	9,7	1,17
TL	T0	2,6	0,55	7,9	1,04	8,7	1,52
	T1	-	-	7,6	1,69	8,5	1,44

Tabela 2 – Sumário da análise de variância para testar os efeitos dos fatores em estudo sobre a tensão de cisalhamento para a liga Ni-Cr.

Efeito	Graus de liberdade	Média Quadrática	F	p
Tratamento (A)	1	76,03	56,67	<0,001*
Termociclagem (B)	1	19,36	14,43	<0,001*
Condicionador (C)	3	8,91	6,64	<0,001*
Interações				
A*B	1	2,42	1,80	0,183
A*C	3	5,95	4,43	0,006*
B*C	3	4,31	3,21	0,026*
A*B*C	3	3,54	2,64	0,054
Resíduo	96	1,34		

* Estatisticamente significativa ($p < 0,05$)

Para avaliar o efeito da interação entre tratamento e condicionador sobre a tensão de cisalhamento, foi empregado o teste Tukey ao nível de 5% de significância. Foram comparadas as médias duas a duas dos oito grupos experimentais formados pelo cruzamento dos dois tratamentos de superfície, J50 e J250, com os quatro condicionadores, independentemente da termociclagem. As conclusões que seguem são referentes às interpretações dos valores de probabilidade p correspondentes ao teste de Tukey apresentados na Tabela 3, juntamente com as médias em comparação.

Observa-se que, com o tratamento J50, as tensões médias de cisalhamento para os condicionadores OP e TL não foram significativamente diferentes ($p > 0,05$), o mesmo ocorrendo para os

condicionadores MPP e S. Os resultados sugerem que os dois primeiros condicionadores têm médias maiores que os outros dois.

Esses resultados podem ser representados, simbolicamente, pela seguinte equação:

Para J50: $(OP=TL) > (MPP=S)$.

Não há nenhuma evidência de que os condicionadores tenham efeito diferenciado sobre a tensão média de cisalhamento no tratamento J250 ($p>0,05$).

Quando comparados os dois tratamentos, observa-se que os condicionadores MPP, OP e S tiveram suas médias estatisticamente aumentadas. Por outro lado, para o condicionador TL, não há evidência de diferença entre as médias ($p>0,05$).

Tabela 3 – Valores de probabilidade p correspondentes ao teste de Tukey para comparações múltiplas das médias de tensão de cisalhamento relativas à liga Ni-Cr, de acordo com o tratamento e o condicionador.

Trat.	Cond.	Média	J50				J250		
			MPP	OP	S	TL	MPP	OP	S
J50	MPP	6,4							
	OP	7,5	0,152						
	S	6,0	0,987	0,014*					
	TL	7,7	0,045*	1,000	0,003*				
J250	MPP	7,7	0,046*	1,000	0,003*	1,000			
	OP	8,9	<0,001*	0,049*	<0,001*	0,164	0,160		
	S	9,0	<0,001*	0,030*	<0,001*	0,109	0,106	1,000	
	TL	8,6	<0,001*	0,212	<0,001*	0,487	0,481	0,999	0,993

* Estatisticamente significante ($p<0,05$)

Para avaliar o efeito da interação entre termociclagem e condicionador sobre a tensão de cisalhamento, independentemente do tratamento de superfície, foi novamente empregado o teste Tukey. Os valores de probabilidade p correspondentes ao teste de Tukey são dados na Tabela 4, juntamente com as médias em comparação.

Para T0 todos os condicionadores tiveram o mesmo comportamento em relação aos valores médios de tensão de cisalhamento, com exceção do MPP, que teve valor médio estatisticamente menor somente em relação a TL/T0. Por outro lado, em T1 os condicionadores não apresentaram evidência de diferenças estatisticamente significantes.

Com exceção do condicionador MPP, que teve sua média de tensão de cisalhamento estatisticamente aumentada, OP, S e TL não tiveram alterações estatisticamente significantes após os ciclos térmicos estabelecidos no trabalho.

Tabela 4 – Valores de probabilidade p correspondentes ao teste de Tukey para comparações múltiplas de médias de tensão de cisalhamento relativas à liga Ni-Cr, de acordo com o condicionador e se foi utilizada ou não a termociclagem.

Term.	Cond.	Média	T0				T1		
			MPP	OP	S	TL	MPP	OP	S
T0	MPP	6,3							
	OP	7,6	0,074						
	S	7,0	0,776	0,857					
	TL	8,3	<0,001*	0,717	0,057				
T1	MPP	7,8	0,023*	1,000	0,612	0,919			
	OP	8,8	<0,001*	0,124	0,002*	0,958	0,293		
	S	8,0	0,008*	0,994	0,374	0,988	1,000	0,516	
	TL	8,0	0,004*	0,978	0,273	0,997	0,999	0,638	1,000

* Estatisticamente significativa ($p < 0,05$)

Na Tabela 5 é dado o sumário da análise de variância para testar o efeito dos condicionadores sobre a tensão de cisalhamento quando aplicados na superfície polida da liga Ni-Cr. Há forte evidência ($p < 0,001$) de que pelo menos dois dos condicionadores têm efeito diferenciado sobre a tensão de cisalhamento. Para identificar esses condicionadores, foi aplicado o teste de Tukey, com os valores de probabilidade dados na Tabela 6.

Os valores médios de tensão de cisalhamento para os condicionadores OP - TL e para MPP - S não foram estatisticamente diferentes entre si ($p > 0,05$), sendo os dois primeiros maiores.

Assim, para P/T0: (OP=TL) > (MPP = S).

Tabela 5 - Sumário da análise de variância para testar o efeito dos condicionadores sobre a tensão de cisalhamento quando somente realizado o polimento em corpos-de-prova da liga Ni-Cr.

Efeito	Graus de liberdade	Média Quadrática	F	p
Condicionador	3	5,67	16,99	<0,001*
Resíduo	24	0,33		

* Estatisticamente significativa ($p < 0,05$)

Tabela 6 - Valores de probabilidade p correspondentes ao teste de Tukey para comparações múltiplas de médias de tensão de cisalhamento relativas aos condicionadores quando realizado somente o polimento em corpos-de-prova da liga Ni-Cr.

Condicionador	Média	MPP	OP	S
MPP	1,3			
OP	2,3	0,018*		
S	0,7	0,227	<0,001*	
TL	2,6	0,001*	0,670	<0,001*

* Estatisticamente significativa ($p < 0,05$)

Considerações finais relativas à análise de variância para a liga de Ni-Cr

A análise de variância, como explicado no planejamento estatístico, deve obedecer a algumas pressuposições, como a homogeneidade de variância e a normalidade dos resíduos. Assim, obteve-se, pelo teste de Levene e pelo teste de Shapiro-Wilk respectivamente, os valores de probabilidade $p=0,246$ e $p=0,838$ para a análise de três fatores, cujo sumário é dado na Tabela 2. Em relação à análise de um fator, cujo

sumário é dado na Tabela 5, obteve-se $p=0,932$ para o teste de Levene de homogeneidade de variância e $p=0,097$ para o teste de Shapiro-Wilk de normalidade dos resíduos.

Portanto, há indicação, em ambos os casos ($p>0,05$), de que a análise de variância não foi afetada pela diferença de variabilidade entre os grupos experimentais, sendo razoável supor que os resíduos seguem, pelo menos aproximadamente, uma distribuição normal. Os gráficos das distribuições de frequências ou número de observações de resíduos da análise de três fatores e de um fator são mostrados, respectivamente, nas Figuras 1 e 2 do Apêndice B.

Representação gráfica dos resultados para a liga de Ni-Cr

Os resultados apresentados podem ser visualizados nos gráficos de médias de tensão de cisalhamento das Figuras 11 e 12. Foram traçados, na Figura 12, segmentos verticais representando intervalos de 95% de confiança para a média experimental. Quando não há evidência de diferença significativa entre médias, é razoável esperar alguma sobreposição dos intervalos de confiança. Entretanto, a análise de variância ou o teste de Tukey têm informações mais seguras.

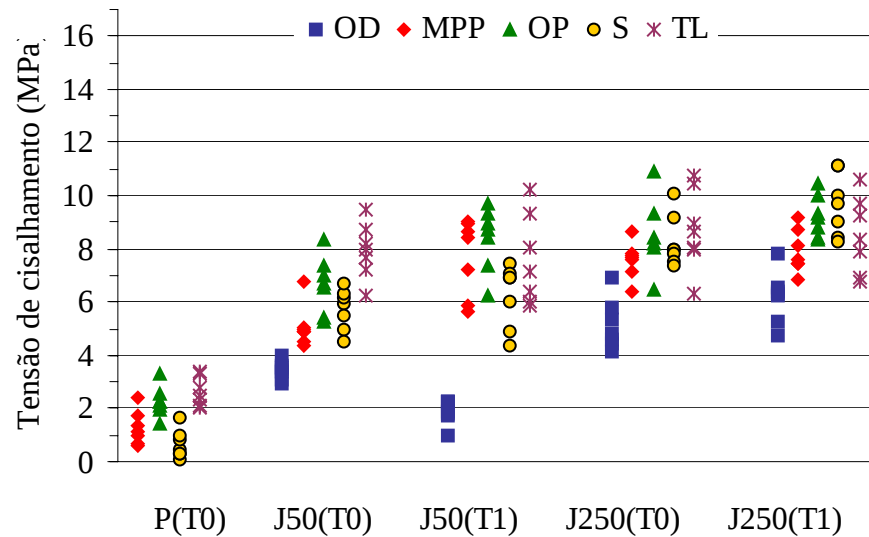


Figura 11 – Representação gráfica das medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos em todo o planejamento da pesquisa com a liga de Ni-Cr.

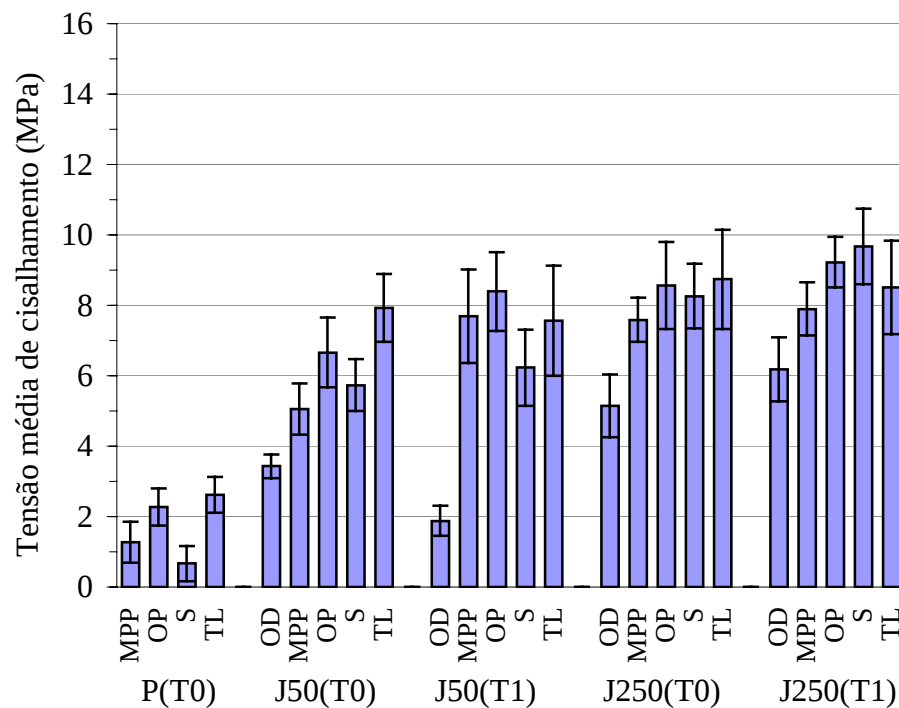


Figura 12– Representação gráfica das medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos em todo o planejamento da pesquisa com a liga de Ni-Cr.

Resultado dos tipos de falhas para a liga de Ni-Cr

Tabela 7: Distribuição das falhas nos corpos-de-prova obtidos em todo o planejamento da pesquisa com a liga de Ni-Cr.

Condicionador	Tipo de falha	Tratamentos					
		P		J50		J250	
		T0	T1	T0	T1	T0	T1
OD	A	-	-	7	7	7	7
	C	-	-	0	0	0	0
	M	-	-	0	0	0	0
MPP	A	7	7	7	3	7	6
	C	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	0	4	0	1
OP	A	7	7	7	5	3	5
	C	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	0	2	4	2
S	A	7	7	5	7	1	7
	C	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	2	0	6	0
TL	A	7	7	7	4	1	7
	C	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	0	3	6	0

[A] Falha Adesiva [C] Falha Coesiva [M] Falha Mista

Fotografias da MEV e gráficos de EDS para a liga de Ni-Cr

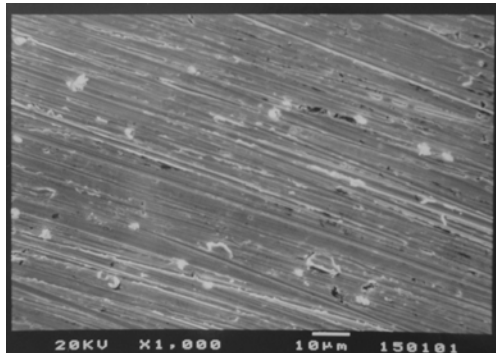


FIGURA13: MEV para a liga de Ni-Cr após polimento (P).

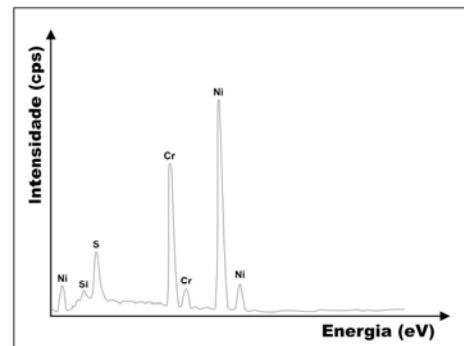


FIGURA14: Análise EDS para a liga de Ni-Cr após polimento.

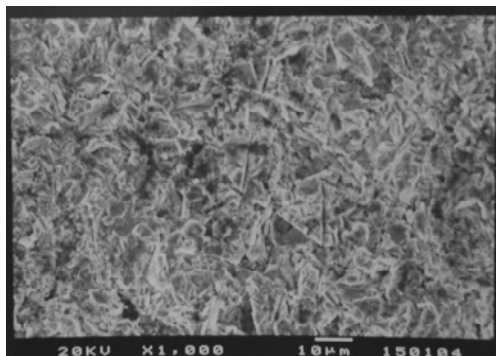


FIGURA15: MEV para a liga de Ni-Cr após jateamento com Al_2O_3 de 50 μm (J50).

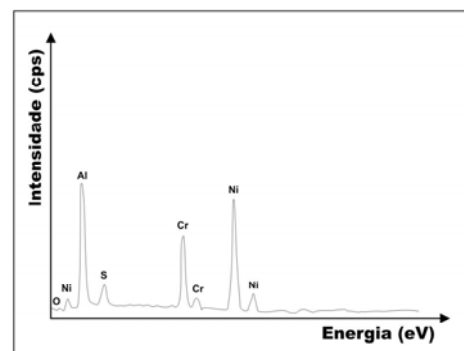


FIGURA16: Análise EDS para a liga de Ni-Cr após jateamento com Al_2O_3 de 50 μm .

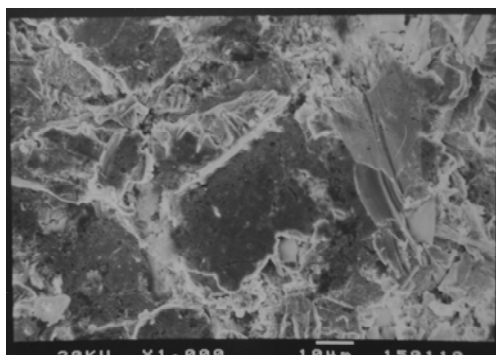


FIGURA17: MEV para a liga de Ni-Cr após jateamento com Al_2O_3 de 250 μm (J250).

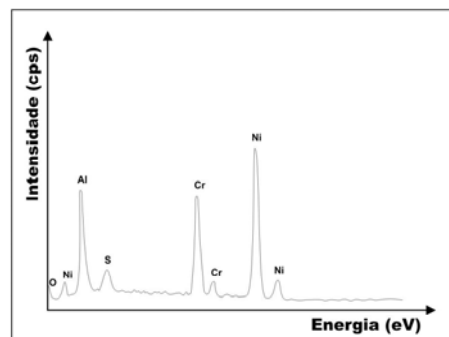


FIGURA18: Análise EDS para a liga de Ni-Cr após jateamento com Al_2O_3 de 250 μm .

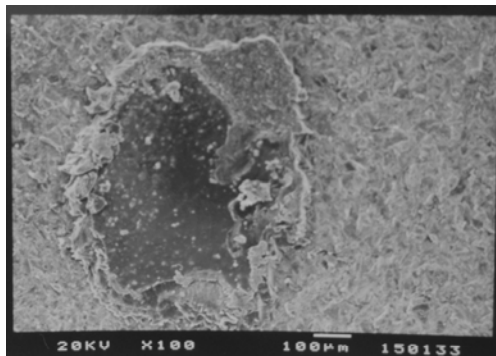


FIGURA 19: MEV na liga de Ni-Cr mostrando resíduo de resina opaca (falha mista).

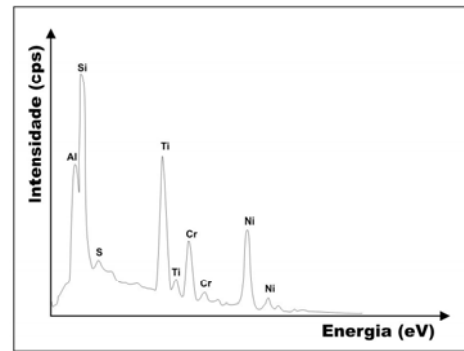


Figura 20: Análise EDS da Fig. 19. Presença de Ti (resina opaca).

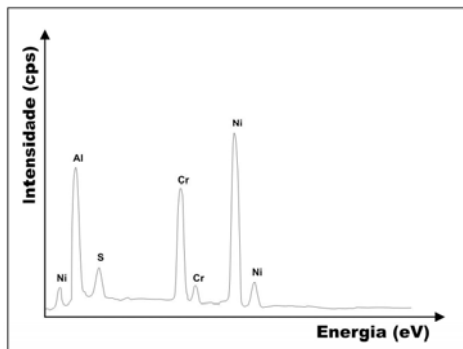


FIGURA 21: Análise EDS para a liga de Ni-Cr, grupo J250/OD/T0. Não se observa nenhuma diferença para o controle (J250 - Fig. 17).

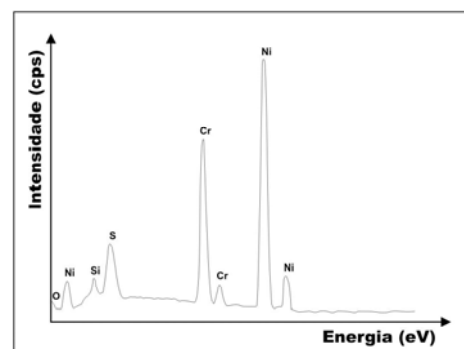


FIGURA 22: Análise EDS para a liga de Ni-Cr, grupo P/S/T0. Não se observa nenhuma diferença para o controle (P - Fig. 13).

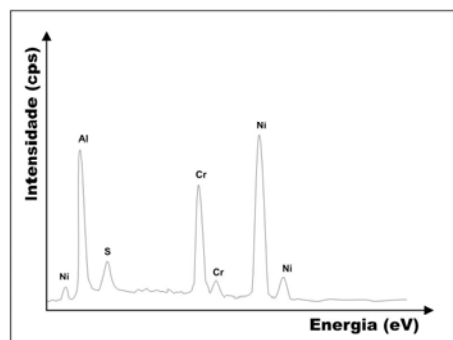


FIGURA 23: Análise EDS para a liga de Ni-Cr, grupo J50/MPP/T1. Não se observa nenhuma diferença para o controle (J50 - Fig. 15).

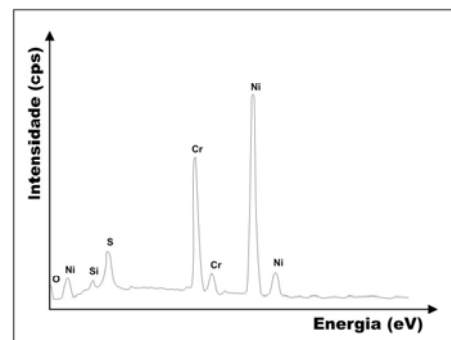


FIGURA 24: Análise EDS para a liga de Ni-Cr, grupo P/OP/T0. Não se observa nenhuma diferença para o controle (P - Fig. 13).

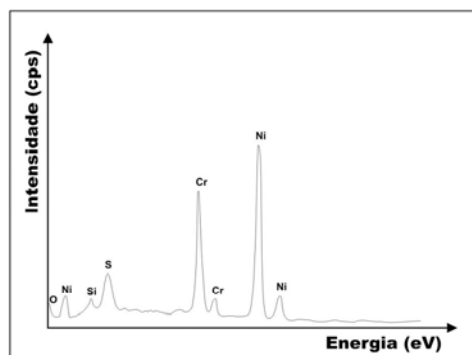


FIGURA 25: Análise EDS para a liga de Ni-Cr, grupo P/TL/T0. Não se observa nenhuma diferença para o controle (P - Fig. 13).

Interpretação dos resultados para a liga de Ni-Cr

Como foi explicado no planejamento estatístico, os Grupos controle 2 (J50/OD) e 3 (J250/OD) não tiveram seus valores de tensão de cisalhamento analisados em conjunto com os quatro condicionadores para evitar um possível mascaramento do efeito dos condicionadores.

Pela análise conjunta das Figuras 11 e 12, pode-se observar que o Grupo controle OD apresenta tendência a menores valores em relação aos outros grupos experimentais, com exceção do Grupo P. De fato, pela observação dos intervalos de confiança na Figura 12, essa tendência pode ser confirmada, exceto no grupo J250/MPP/T1.

Ainda pela análise da Figura 12, os valores médios das tensões de cisalhamento para os Grupos J50/OD e J250/OD, responsáveis pela retenção mecânica da resina opaca na superfície do metal, podem ser comparados com os do grupo P/T0. Essa comparação sugere que a contribuição da retenção mecânica criada pelo jateamento com óxido de alumínio, principalmente em J250, excedeu a união química, ou melhor, a afinidade química dos condicionadores ao íons metálicos da liga de Ni-Cr, exceto no Grupo J50/T1. Embora não muito efetiva, a retenção química está presente e mostra um comportamento destacado para os condicionadores OP e TL, com valores médios de tensão de cisalhamento de 2,3 MPa e 2,6 MPa respectivamente (Tabela 6).

De fato, isoladamente esses valores são considerados baixos quando comparados com as observações de Behr et al.,¹¹. De acordo com esses autores, a união resina/metál pode ser influenciada pela hidrólise, pelas variações térmicas e pelo estresse mecânico causado pelas forças mastigatórias que, na região anterior, pode variar de 150 N a 200 N (F). Assim, considerando uma área (A) de aproximadamente 20 mm² para uma típica interface resina/metál, os autores concluíram que essas restaurações deveriam suportar, no mínimo, uma tensão em torno de 10 MPa (F/A) após ciclagem térmica ou longos períodos de armazenamento em água, independentemente do metal utilizado. Nesse estudo, a união química se revelou ainda mais frágil quando as amostras foram submetidas ao estresse hidrotérmico e ocorreu o deslocamento total da resina opaca do metal após a ciclagem térmica no Grupo P/T1.

Assim, fica demonstrado que a união química para a liga de Ni-Cr proporciona apenas uma pequena contribuição dentre os múltiplos fatores que envolvem o mecanismo de união, como a retenção mecânica observada neste trabalho nos Grupos controle 2 (J50/OD) e 3 (J250/OD). Todavia, como veremos na sequência, o efeito das retenções químicas e mecânicas devem ser somados para otimizar o resultado final das restaurações que combinam esses materiais.

Dois processos distintos de união resina/metál foram utilizados nesse estudo: sistemas contendo monômeros ativos (MPP, OP e TL), ou seja, moléculas caracterizadas por apresentarem radicais com

propriedades específicas, podendo se ligar quimicamente à camada de óxidos na superfície de ligas básicas, e um sistema caracterizado como silanização pirolítica (S).

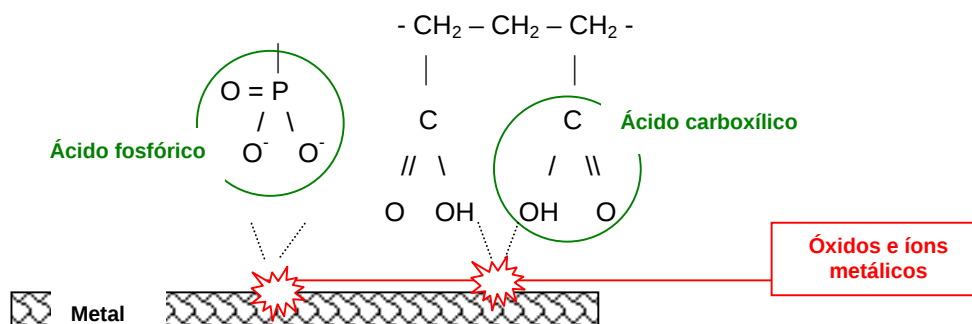
De acordo com van Noort et al.,⁸⁴ os agentes promotores de união necessitam ser quimicamente fortes para se unirem a uma superfície e formar uma união estável e, para isso, requerem a presença de grupos reativos em ambas as superfícies. Com base nas informações sobre o mecanismo de união de adesivos à estrutura dentária proposto por esses autores, poderíamos extrapolar para o mecanismo de união de resinas ao metal pelo fato deste ser também realizado por um agente intermediário de ligação com a seguinte composição: grupo polimérico – grupo espaçador – grupo reativo ou funcional. O grupo polimérico tem a propriedade de se unir à resina composta por copolimerização por meio de fortes ligações covalentes. O grupo espaçador providencia flexibilidade para o agente de união, buscando um potencial aumento da união com os grupos reativos. Se uma molécula for excessivamente rígida, a capacidade do grupo reativo pode ser prejudicada.

De acordo com Ohno et al.,⁶¹ a adesão entre dois materiais depende da interação atômica entre eles e é determinada pela aproximação direta entre seus átomos desde que exista uma distância inferior a 10 Å. A força de união está na dependência direta da existência e dos tipos de ligações químicas específicas bem como da quantidade dessas ligações. Utilizando um agente de união contendo o monômero

funcional 4-META (derivado carboxílico), os autores formularam possíveis mecanismos para sua união com o metal. O primeiro tem origem no resultado da interação direta entre átomos do grupo reativo do monômero funcional com átomos metálicos existentes na superfície do metal em uma camada com profundidade de 7 Å a 8 Å, graças à formação de ligações primárias (covalente, iônica ou metálica). A presença de moléculas de H₂O e íons hidroxila (OH⁻) na superfície oxidada do metal resulta na formação de ligações secundárias com os grupos reativos dos monômeros funcionais.

De acordo com van Noort,⁸⁵ ligações secundárias ou intermoleculares são originadas como consequência de um desequilíbrio na distribuição de elétrons nas moléculas que formam os chamados dipolos elétricos. A interação entre diferentes dipolos é conhecida genericamente como forças de van der Waals, e um caso exemplo típico da interação dipolo-dipolo são as pontes de hidrogênio (adesão física). Essas forças de atração podem ser rápidas (não dependem de energia de ativação), reversíveis (as moléculas permanecem quimicamente ou estruturalmente intactas) e fracas (dependendo do tipo de dipolo envolvido: permanente, induzido ou instantâneo). A adesão química é consequência da dissociação da molécula na superfície para originar ligações fortes (covalentes ou iônicas) que requerem a presença de grupos reativos em ambas as superfícies.

Para Yanagida et al.,⁹¹ o monômero derivado do ácido fosfórico é constituído basicamente por três componentes, dois diferentes monômeros e um radical contendo o grupamento ativo. Um dos monômeros tem a função de permitir a reação de copolimerização com a matriz da resina opaca enquanto o outro deverá propiciar a esse condicionador a propriedade hidrofóbica, prevenindo ou reduzindo a penetração de água na interface resina/metal. O terceiro componente é o grupo funcional propriamente dito, que se liga à camada de óxidos na superfície dos metais por um mecanismo de reação similar ao do cimento de policarboxilato (contém ácido carboxílico) e do cimento de fosfato de zinco (contém ácido fosfórico).

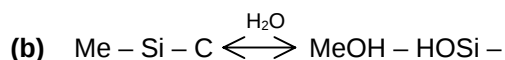
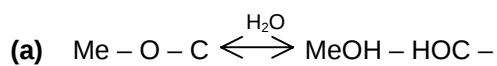


Desenho esquemático do processo de união para os derivados do ácido fosfórico e carboxílico.

O segundo processo de união utilizado neste estudo (silanização pirolítica), representado pelo Siloc pre/bond (S), consiste na fusão de uma camada microscópica de pérolas de vidro (sílica, contida no Siloc pre) nas irregularidades da superfície oxidada do metal e unida à resina composta

opaca por moléculas bifuncionais, como o silano (Siloc bond). Esse processo, conhecido como silanização pirolítica, é semelhante ao da fusão da cerâmica sobre o metal.^{13,88} Para Petridis et al.,⁶⁶ o sistema Siloc é caracterizado por recobrir a superfície do metal com uma camada de SiO₂.

Behr et al.,¹¹ resumiram esse mecanismo em duas equações químicas: a primeira (a) mostra a camada de óxidos intermediando a ligação entre metal e resina, bem como sua instabilidade causada pela presença de água, a equação b mostra a reação do silício com os óxidos na superfície do metal, permitindo um deslocamento do equilíbrio da reação para a esquerda, estabilizando a interface pela redução dos efeitos da hidrólise. O silano une a camada de sílica aos monômeros da resina composta por ligações covalentes. Sob esse ponto de vista, todos os sistemas tentam reduzir essa característica hidrofílica da interface pelo deslocamento da água utilizando monômeros funcionais ou sistemas de silanização.



De acordo com van Noort,⁸⁶ a natureza iônica da superfície do vidro (sílica depositada no metal) tem a característica de absorver água e,

conseqüentemente, reduzir a união com a resina opaca. Um apropriado agente intermediário de ligação (silano) aplicado sobre essa camada de sílica conseguirá deslocar a água se a união criada entre ele e a camada de sílica for mais estável que a união entre as moléculas de água e da sílica. Assim, a função do silano é deslocar a água absorvida e providenciar uma forte ligação química (covalente) entre a superfície vítrea e as moléculas do polímero.

O efeito do jateamento pode ser visualizado pela interpretação das fotografias de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para os Grupos polimento, J50 e J250 (Figuras 13, 15 e 17). Nelas observamos uma alteração na morfologia superficial do metal causada pela diferença no tamanho das partículas de óxido de alumínio, uma vez que a pressão, o tempo e a distância de jateamento foram padronizados para todos os metais.

Ao analisarmos os resultados da interação entre tratamentos e condicionadores (Tabelas 2 e 3), verificamos que, para o grupo J50, OP e TL apresentaram um comportamento semelhante e estatisticamente superior ao do MPP e do S. Por outro lado, no grupo J250 não foi verificada nenhuma evidência de efeito diferenciado entre os condicionadores, conquanto, quando comparados J50 e J250, verificamos que os condicionadores MPP, OP e S tiveram seus valores de tensão de cisalhamento aumentados. Isso sugere que o aumento da retenção mecânica compensou o efeito diferenciado da retenção química dos

condicionadores. Adicionalmente, a Tabela 7 mostra que a quantidade de falhas mistas no grupo J250 foi maior que no grupo J50, evidenciando também uma maior efetividade da retenção mecânica para o primeiro grupo.

Essas observações estão de acordo com as afirmações de Mukai et al,⁵⁸ os quais mostraram que o jateamento com partículas de Al_2O_3 aumenta a efetividade da área superficial do metal, a energia de superfície e a força de união resina/metal. Outra consideração importante sobre o efeito do jateamento é que está diretamente relacionada à efetividade dos condicionadores é a capacidade das partículas de Al_2O_3 de oxidar a superfície da liga de Ni-Cr pela formação de um filme passivo constituído por óxidos de Ni e Cr.⁹⁶

As irregularidades superficiais criadas na superfície do metal pelo jateamento criam um mecanismo simples de adesão por embricamento mecânico. De acordo com van Noort,⁸⁶ para que essa forma de adesão ocorra, a primeira condição é que o adesivo (ou a resina opaca) penetre nessas irregularidades, e isso é determinado pela característica de “molhabilidade” do adesivo na superfície do metal. Essa característica, por sua vez, é governada pela sua energia superficial e que terá influência no ângulo de contato do adesivo, que também depende de sua energia superficial, ou seja, tensão superficial (desequilíbrio da atração entre as moléculas na superfície do líquido). Geralmente esse tipo de mecanismo promove uma importante retenção mecânica que, muitas vezes, pode não

ser suficiente. Mecanismos adicionais (físicos e químicos) também podem ser originados, os quais para serem diferenciados do mecanismo mecânico, podem ser chamados de *adesão verdadeira* ou *específica*. A adesão física e a química envolvem interação molecular entre o adesivo e o substrato, enquanto a adesão mecânica não requer esse tipo de interação na interface, como visto anteriormente.

A efetividade dos condicionadores OP e TL pode também ser atribuída ao fato do grupamento ácido fosfórico ter afinidade química com partículas de óxido de alumínio aprisionadas na superfície do metal como consequência do jateamento.^{34,63} A análise de EDS feita para o metal polido e jateado deixa clara a presença dessas partículas em sua superfície (Figuras 14, 16 e 18). Para Ohkubo et al.,⁵⁹ o jateamento com óxido de alumínio aumenta substancialmente a quantidade de alumínio e oxigênio na superfície do metal e diminui a quantidade inicial de elementos originais, porém a influência da alumina no mecanismo de união não é muito bem conhecida. Cobb et al.,¹⁴ observaram alterações na morfologia superficial de ligas áureas devido a diferentes tamanhos das partículas e à pressão de jateamento. Verificaram também o aumento da quantidade de alumínio na superfície do metal e sua possível afinidade química com monômeros funcionais de derivados fosfóricos. Para Kern e Thompson,³³ o jateamento, além de criar microrretenção, deixa partículas de alumina na superfície do metal, porém com importante função nos sistemas adesivos que utilizam monômeros funcionais. Pela análise de

EDS, na superfície polida (Figura 13), não se nota a presença de Al nem de O, ao contrário das Figuras 15 e 17, confirmando os resultados dos autores citados. A análise EDS para as superfícies polidas e jateadas, após a aplicação dos condicionadores, não mostrou a presença de nenhum elemento químico diferente em relação à situação inicial da liga (controle).

Ao analisarmos os resultados da interação entre termociclagem e condicionadores (Tabelas 2 e 4), verificamos que a termociclagem não teve efeito significativo para os condicionadores OP, TL e S, exceção feita para o MPP, que teve sua média de tensão de cisalhamento aumentada. Por outro lado, no Grupo T1, os condicionadores não apresentaram evidência de diferenças significativas. Enquanto trabalhos mostram redução significativa nos valores de força de união após longos períodos de ciclagem térmica,^{11,53,59,96} neste estudo essa redução não foi significativa na presença dos condicionadores. Por outro lado, avaliando-se (Figura 12) a termociclagem nos grupos que não utilizaram os condicionadores, nota-se que seu efeito no grupo J50/OD/T1 foi mais significativo do que para o grupo J250/OD/T1. Isso sugere que a maior retenção criada pelo jateamento com partículas de 250 μm compensou de forma mais efetiva o estresse hidrotérmico.

Assim, a quantidade de ciclos utilizadas neste estudo (500) mostrou-se efetiva e está de acordo com o trabalho de Crim e Garcia-Godoy (1987),¹⁶ pelo qual compararam diferentes números de ciclos

térmicos e concluíram que, em 100 ciclos, os efeitos da termociclagem podem ser evidenciados. De acordo com Lakatos et al.,⁴³ embora não exista uma concordância geral quanto ao significado da termociclagem em relação às mudanças térmicas na cavidade bucal, seus efeitos aparecem após 100 ou 200 ciclos.

Informações adicionais podem ser obtidas durante a interpretação dos resultados para a liga de Co-Cr e para o titânio.

Resultados obtidos para a liga de Co-Cr

Na Tabela 1 do Apêndice C são apresentadas as medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova, após armazenamento em água por 24 horas (T0), obtidos utilizando-se os quatro diferentes condicionadores de metal (MPP, OP, S e TL) em conjunto com a resina opaca e a resina de revestimento, aplicados sobre a superfície polida (P) da liga de Co-Cr. Não existem valores de tensão de cisalhamento para o grupo P/T1, uma vez que todos os corpos-de-prova, ao final dos ciclos térmicos, apresentaram-se com o revestimento estético separado do metal.

Nas Tabelas 2 e 3 do Apêndice C, são apresentadas as medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos utilizando-se os quatro diferentes condicionadores de metal (MPP, OP, S e TL) em conjunto com a resina opaca e a resina de revestimento, aplicados sobre a superfície jateada da liga de Co-Cr, respectivamente, com partículas de Al_2O_3 de 50 μm (J50) e 250 μm (J250) após armazenamento em água por 24 horas (T0) e termociclagem (T1). No grupo OD, foi utilizada a resina opaca diretamente sobre o metal associada à resina de revestimento.

Análise estatística

Na Tabela 8 são mostradas as médias e os desvios padrão relativos aos três tratamentos de superfície, antes e após a termociclagem, de acordo com o condicionador utilizado. A avaliação das diferenças entre médias foi realizada por uma análise de variância de três fatores: tratamento de superfície, termociclagem e condicionador, não se considerando o controle OD e nem o grupo polimento, como explicado no planejamento estatístico. O sumário da análise de variância é apresentado na Tabela 9, onde se destacam os efeitos significativos ($p < 0,05$) de tratamento e da interação entre termociclagem e condicionador. Os efeitos de termociclagem e condicionador são significativos, porém observa-se ser suficiente avaliar a interação entre eles já que esta também foi significativa. O efeito de tratamento, ao contrário, independe dos outros fatores, pois não se encontrou nenhuma interação significativa.

Considerando que há dois tratamentos de superfície (J50 e J250), a análise de variância indicou que eles são diferentes quanto à média de tensão de cisalhamento ($p < 0,001$). Assim, pode-se afirmar que o jateamento da superfície da liga de Co-Cr com partículas de Al_2O_3 de 250 μm produziu maiores valores de tensão de cisalhamento, em média, do que o jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm . Esse

comportamento foi o mesmo para os corpos-de-prova termociclados ou não, independentemente do condicionador utilizado.

Tabela 8 - Média e desvio padrão (DP) dos valores de tensão de cisalhamento, em MPa, obtidas para os corpos-de-prova em todo o planejamento da pesquisa com a liga de Co-Cr.

Condicionador	Termociclagem	Tratamentos					
		P		J50		J250	
		Média	DP	Média	DP	Média	DP
OD	T0	-	-	3,0	0,22	5,6	2,12
	T1	-	-	3,1	1,15	4,9	0,67
MPP	T0	2,1	0,76	5,1	1,02	6,9	1,00
	T1	-	-	6,8	1,57	8,1	1,61
OP	T0	3,0	1,11	6,2	1,08	7,8	1,38
	T1	-	-	8,9	1,30	10,1	1,88
S	T0	1,2	0,88	4,6	0,93	6,2	0,70
	T1	-	-	4,5	1,06	8,4	0,99
TL	T0	4,2	0,70	5,9	1,42	7,1	1,56
	T1	-	-	8,8	1,74	10,5	1,09

Tabela 9– Sumário da análise de variância para testar os efeitos dos fatores em estudo sobre a tensão de cisalhamento para a liga Co-Cr.

Efeito	Graus de liberdade	Média Quadrática	F	p
Tratamento (A)	1	96,07	57,18	<0,001*
Termociclagem (B)	1	118,55	70,56	<0,001*
Condicionador (C)	3	33,75	20,09	<0,001*
Interações				
A*B	1	1,47	0,87	0,353
A*C	3	3,35	1,99	0,120
B*C	3	6,94	4,13	0,008*
A*B*C	3	2,11	1,26	0,294
Resíduo	96	1,68		

* Estatisticamente significativa ($p < 0,05$)

Para avaliar o efeito da interação entre termociclagem e condicionador sobre a tensão de cisalhamento, independentemente do tratamento de superfície, foi empregado o teste Tukey, também ao nível de 5% de significância. Foram comparadas as médias duas a duas dos oito grupos experimentais formados pelos quatro condicionadores, antes e após a termociclagem. As conclusões que seguem são referentes às interpretações dos valores de probabilidade p correspondentes ao teste de Tukey apresentados na Tabela 10, juntamente com as médias em comparação.

Para os grupos não submetidos a termociclagem (T0), não há evidência de que os condicionadores tenham efeito diferenciado sobre a tensão média de cisalhamento ($p > 0,05$).

Assim, para T0: $MPP = OP = S = TL$.

Nos grupos submetidos a termociclagem (T1), os condicionadores MPP - S e OP - TL não apresentaram diferenças estatisticamente significantes ($p > 0,05$) nas tensões médias de cisalhamento entre si, sendo as duas últimas as maiores ($p < 0,05$).

Assim, para T1: $(OP = TL) > (MPP = S)$.

Quando comparamos o mesmo condicionador antes (T0) e após a termociclagem (T1), verificamos que os valores médios de tensão de cisalhamento aumentaram significativamente ($p < 0,05$) para MPP, OP e TL. Para S o aumento não foi estatisticamente significativo ($p > 0,05$).

Tabela 10 – Valores de probabilidade p correspondentes ao teste de Tukey para comparações múltiplas das médias de tensão de cisalhamento relativas à liga Co-Cr, de acordo com o condicionador e se foi utilizada ou não a termociclagem.

Term.	Cond.	Média	T0				T1		
			MPP	OP	S	TL	MPP	OP	S
T0	MPP	6,0							
	OP	7,0	0,458						
	S	5,5	0,975	0,059					
	TL	6,5	0,965	0,974	0,459				
T1	MPP	7,5	0,043*	0,954	0,002*	0,424			
	OP	9,6	<0,001*	<0,001*	<0,001*	<0,001*	0,002*		
	S	6,5	0,981	0,955	0,531	1,000	0,358	<0,001*	
	TL	9,7	<0,001*	<0,001*	<0,001*	<0,001*	0,001*	1,000	<0,001*

* Estatisticamente significativa ($p < 0,05$)

Na Tabela 11 é dado o sumário da análise de variância para testar o efeito dos condicionadores sobre a tensão de cisalhamento quando aplicados na superfície polida da liga Co-Cr. Há forte evidência ($p < 0,001$) de que pelo menos dois dos condicionadores têm efeito diferenciado sobre a tensão de cisalhamento. Para identificar esses condicionadores foi aplicado o teste de Tukey, com os valores de probabilidade dados na Tabela 12.

Os condicionadores MPP - S e OP - TL não apresentaram diferenças estatisticamente significantes ($p > 0,05$) nas tensões médias de cisalhamento entre si.

Assim, para P: MPP=S e OP=TL.

Os condicionadores OP e TL apresentaram valores médios de tensão de cisalhamento maiores que S ($p < 0,01$).

Assim, para P: (OP=TL) > S.

Porém, em relação ao condicionador MPP, somente TL tem valor significativamente maior ($p < 0,05$).

Assim, para P: TL > MPP e OP=MPP.

Os resultados mostram que os condicionadores tendem a se dividir em dois grupos: OP - TL, com médias maiores, e MPP - S, com médias menores.

Tabela 11 - Sumário da análise de variância para testar o efeito dos condicionadores sobre a tensão de cisalhamento quando somente realiza-se o polimento em corpos-de-prova da liga Co-Cr.

Efeito	Graus de liberdade	Média Quadrática	F	p
Condicionador	3	11,888	15,587	<0,001*
Resíduo	24	0,763		

* Estatisticamente significativa ($p < 0,05$)

Tabela 12 - Valores de probabilidade p correspondentes ao teste de Tukey para comparações múltiplas de médias de tensão de cisalhamento relativas aos condicionadores quando realiza-se somente o polimento em corpos-de-prova da liga Co-Cr.

Condicionador	Média	MPP	OP	S
MPP	2,1			
OP	3,0	0,225		
S	1,2	0,256	0,004*	
TL	4,2	0,001*	0,063	<0,001*

* Estatisticamente significativa ($p < 0,05$)

Considerações finais relativas à análise de variância para a liga de Co-Cr

A análise de variância, como explicado no planejamento estatístico, deve obedecer a algumas pressuposições, como a homogeneidade de variância e a normalidade dos resíduos. Assim, obteve-se pelo teste de Levene e pelo teste de Shapiro-Wilk, respectivamente, os valores de probabilidade $p=0,324$ e $p=0,098$, para a análise de três fatores cujo sumário é dado na Tabela 9. Em relação a análise de um fator, cujo sumário é dado na Tabela 11, obteve-se os valores $p=0,504$ para o teste de Levene de homogeneidade de variância e $p=0,378$ para o teste de Shapiro-Wilk de normalidade dos resíduos.

Portanto, há indicação, em ambos os casos ($p>0,05$), de que a análise de variância não foi afetada pela diferença de variabilidade entre os grupos experimentais, sendo razoável supor que os resíduos seguem, pelo menos aproximadamente, uma distribuição normal. Os gráficos das distribuições de freqüências ou número de observações de resíduos da análise de três fatores e de um fator são mostrados, respectivamente, nas Figuras 1 e 2 do Apêndice D.

Representação gráfica dos resultados para a liga de Co-Cr

Os resultados apresentados podem ser visualizados nos gráficos de médias de tensão de cisalhamento das Figuras 26 e 27. Foram traçados, na Figura 27, segmentos verticais representando intervalos de 95% de confiança para a média experimental. Quando não há evidência de diferença significativa entre médias, é razoável esperar alguma sobreposição dos intervalos de confiança. Entretanto, a análise de variância ou o teste de Tukey têm informações mais seguras.

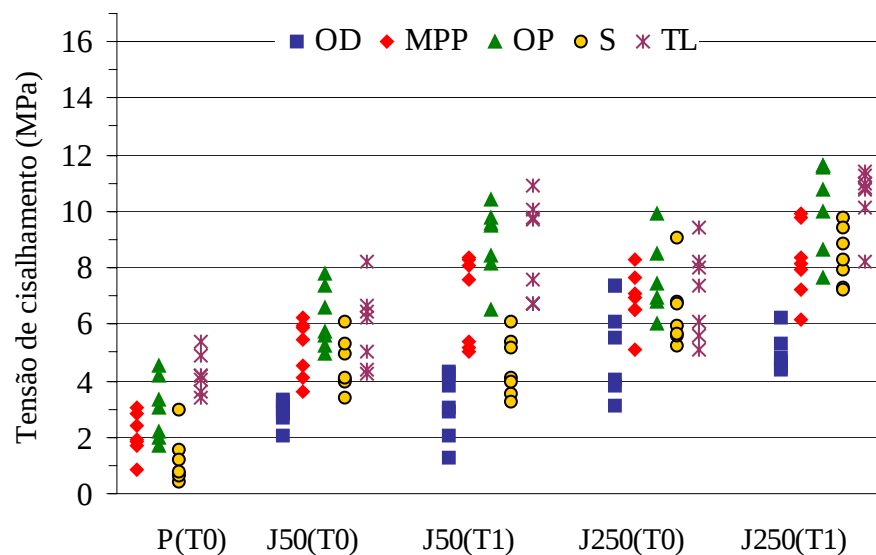


Figura 26 – Representação gráfica das medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos em todo o planejamento da pesquisa com a liga de Co-Cr.

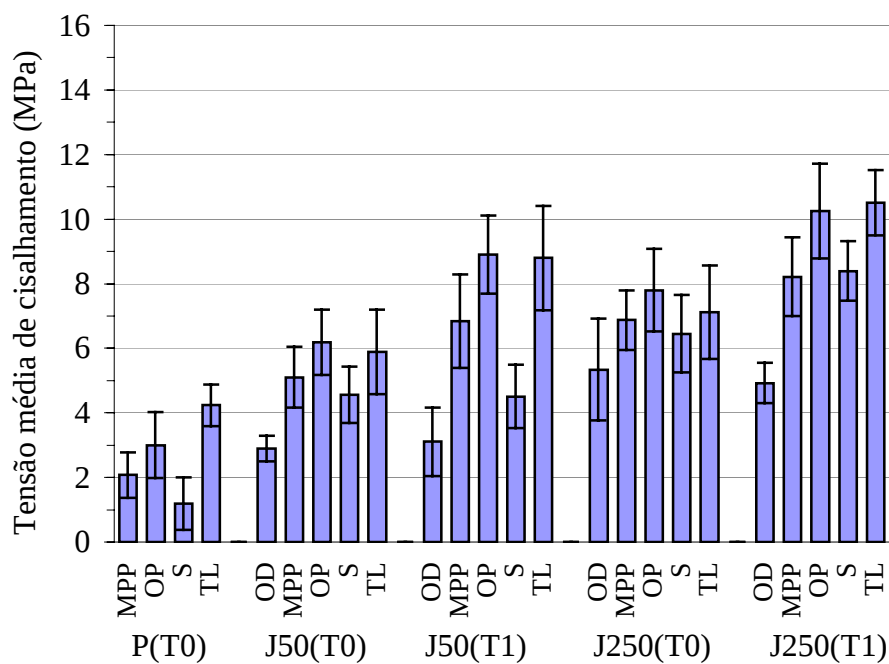


Figura 27– Representação gráfica das medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos em todo o planejamento da pesquisa com a liga de Co-Cr.

Resultado dos tipos de falhas para a liga de Co-Cr

Tabela 13: Distribuição das falhas nos corpos-de-prova obtidos em todo o planejamento da pesquisa com a liga de Co-Cr.

Condicionador	Tipo de falha	Tratamentos					
		P		J50		J250	
		T0	T1	T0	T1	T0	T1
OD	A	-	-	7	7	7	7
	C	-	-	0	0	0	0
	M	-	-	0	0	0	0
MPP	A	7	7	7	5	7	7
	C	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	0	2	0	0
OP	A	7	7	7	4	7	5
	C	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	0	3	0	2
S	A	7	7	5	7	5	7
	C	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	2	0	2	0
TL	A	7	7	7	4	7	7
	C	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	0	3	0	0
[A] Falha Adesiva		[C] Falha Coesiva		[M] Falha Mista			

Fotografias da MEV e gráficos de EDS para a liga de Co-Cr

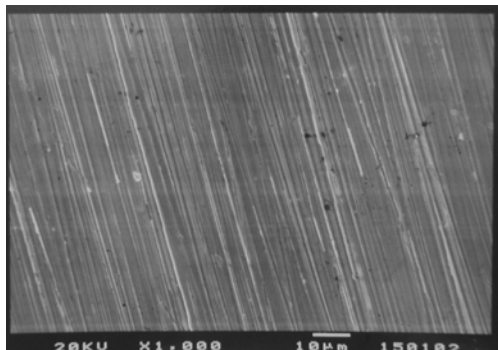


FIGURA 28: MEV para a liga de Co-Cr após polimento (P).

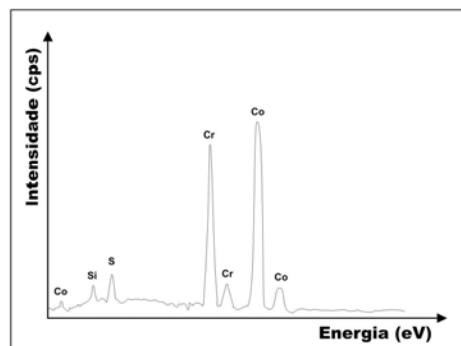


FIGURA 29: Análise EDS para a liga de Co-Cr após polimento.

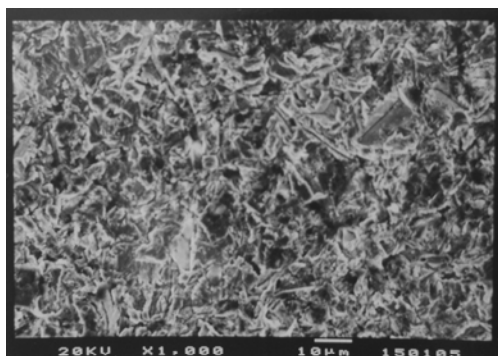


FIGURA 30: MEV para a liga de Co-Cr após jateamento com Al_2O_3 de 50 μm (J50).

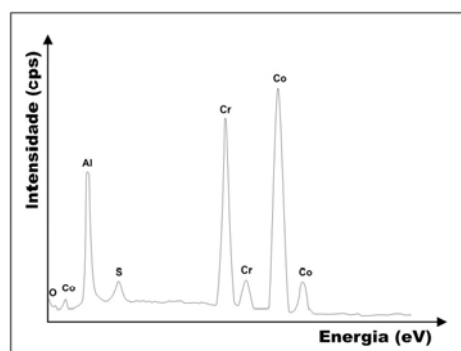


FIGURA 31: Análise EDS para a liga de Co-Cr após jateamento com Al_2O_3 de 50 μm .

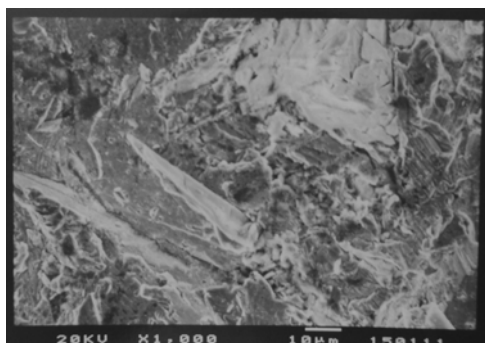


FIGURA 32: MEV para a liga de Co-Cr após jateamento com Al_2O_3 de 250 μm (J250).

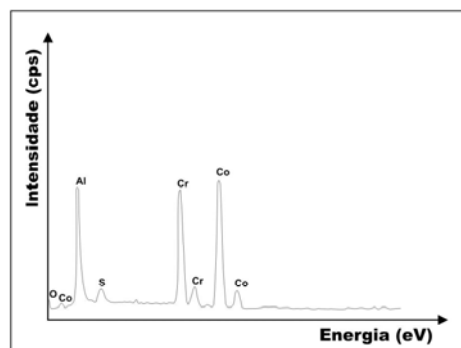


FIGURA 33: Análise EDS para a liga de Co-Cr após jateamento com Al_2O_3 de 250 μm .

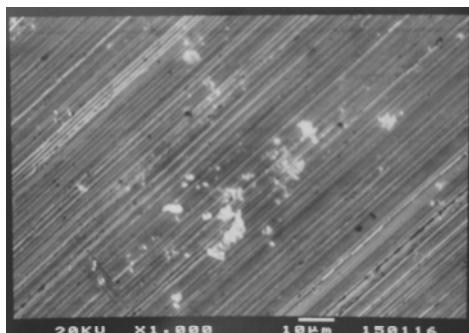


FIGURA 34: MEV para a liga de Co-Cr após polimento. Nota-se a presença de resíduos de resina – Grupo P/TL/T0.

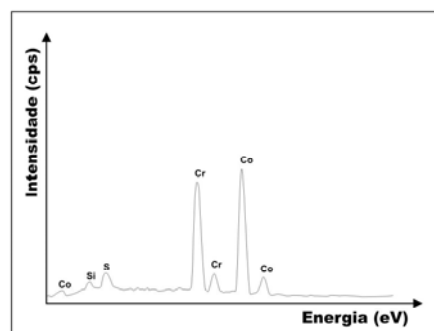


FIGURA 35: Análise EDS para a liga de Co-Cr - Grupo P/TL/T0.

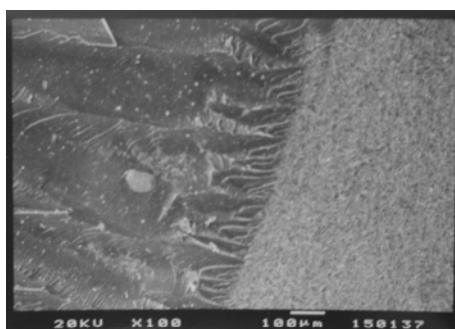


FIGURA 36: MEV para a liga de Co-Cr – Grupo J50/TL/T1. Falha mista.

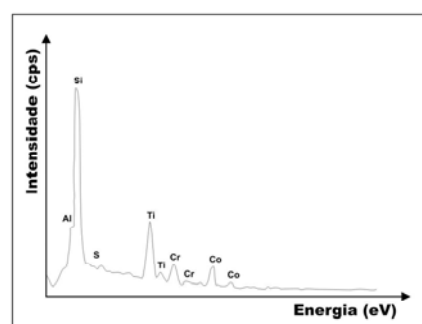


FIGURA 37: Análise EDS para a Fig. 36. Presença de Ti da resina opaca.

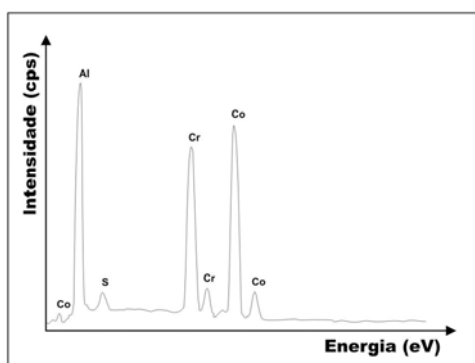


FIGURA 38: Análise EDS para a liga de Co-Cr - Grupo J250/OD/T0. Não se observa nenhuma diferença para o controle (J250 – Fig. 32).

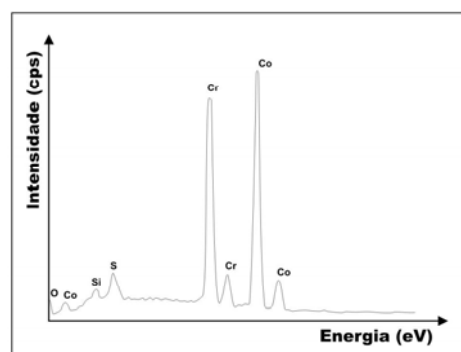


FIGURA 39: Análise EDS para a liga de Co-Cr - Grupo P/S/T0. Não se observa nenhuma diferença para o controle (P – Fig. 28).

Interpretação dos resultados para a liga de Co-Cr

Muitas informações apresentadas para a liga de Ni-Cr, principalmente em relação ao comportamento dos condicionadores e a seus mecanismos de união, podem ser relacionadas também para a liga de Co-Cr. Por isso, a discussão dos resultados para esta liga se limitará à abordagem de características relevantemente divergentes.

Da mesma maneira que para a liga de Ni-Cr, os Grupos controle 2 (J50/OD) e 3 (J250/OD) não tiveram seus valores de tensão de cisalhamento analisados em conjunto com os quatro condicionadores.

Partindo da hipótese de que os condicionadores utilizados melhoram a união resina/metál, era esperado que o Grupo controle OD apresentasse menores valores de tensão de cisalhamento. Pela análise conjunta das Figuras 26 e 27, podemos observar a tendência a menores valores em relação aos outros grupos experimentais, com exceção do Grupo P. De fato, essa observação pode ser confirmada pelos intervalos de confiança constantes da Figura 27, exceto quanto aos Grupos J50/S/T1 e J250/T0.

Ainda pela análise da Figura 27, os valores médios das tensões de cisalhamento para os grupos J50/OD e J250/OD, responsáveis pela retenção mecânica da resina opaca na superfície do metal, podem ser comparados aos do grupo P/T0, o qual representa a afinidade química dos condicionadores ao íons metálicos da liga de Co-Cr. Essa

comparação destaca o comportamento dos condicionadores OP e TL, com valores médios de tensão de cisalhamento de 3,0 MPa e 4,2 MPa respectivamente – Tabela 12. O desempenho do condicionador TL em relação à sua afinidade química com a superfície polida da liga de Co-Cr parece superar o efeito da retenção mecânica nos grupos J50/OD/T0 (3,0 MPa) e J50/OD/T1 (3,1 MPa) e ficar em igualdade nos grupos J250/OD/T0 (5,6 MPa) e J250/OD/T1 (4,9 MPa). A Figura 34 pode auxiliar na interpretação do resultado para TL, na qual nota-se a presença de resíduos de resina aderidos na superfície polida da liga.

Esses resultados concordam com os resultados obtidos por Matsumura et al.⁵³ ao mostrarem que o monômero derivado do ácido fosfórico (MDP) é mais efetivo na presença de Cr em relação ao Ni. Nesse estudo, os valores de força de união obtidos após ciclagem térmica para um metal contendo 99,9% de Ni foi de 13,1 MPa e para um metal contendo 99,9% de Cr foi de 39,3 MPa. Porém, para uma liga de aço inoxidável sem Ni, os valores de força de união foram menores do que para a mesma liga contendo 12% de Ni, destacando também a importância do Ni na composição das ligas para melhorar a união. Salonga et al.,⁶⁹ observaram que, após a termociclagem, os valores de força de união resina/metal tiveram redução de 15,2% para o metal cromo puro e 53,7% de redução para o metal níquel puro utilizando derivados carboxílicos (4-META).

Os valores que representam a contribuição isolada de retenção mecânica e química para a liga de Co-Cr quando comparados aos valores de referência citados por Behr et al.¹¹ podem ser considerados baixos. Entretanto, mais efetivos quando comparados aos valores da liga de Ni-Cr.

O efeito do jateamento pode ser visualizado pela interpretação das fotografias de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para os Grupos polimento, J50 e J250 (Figuras 28, 30 e 32). Nelas observamos uma alteração na morfologia superficial do metal causada pela diferença no tamanho das partículas de óxido de alumínio, uma vez que a pressão, o tempo e a distância de jateamento foram padronizados para todos os metais.

Ao analisarmos os resultados da análise de variância (Tabela 9) verificou-se que, para a liga de Co-Cr, o jateamento superficial com partículas de 250 μm resultou maiores valores de tensão de cisalhamento, independente do condicionador utilizado e da termociclagem.

As observações relativas à liga de Ni-Cr também poderiam ser aqui aplicadas, mas, contraditoriamente, a Tabela 13 mostra que a quantidade de falhas mistas no grupo J50 foi maior que no grupo J250, possivelmente como resultado das interpretações dos tipos de falhas, que não permitiram determinar com precisão a presença ou não de resíduos de resina na superfície do metal. Este fato pode ser observado quando comparamos as figuras analisadas em lupa estereoscópica e sob

microscopia eletrônica de varredura. Embora na análise macroscópica as falhas tenham sido caracterizadas como adesivas, sob MEV (Figura 34) essa análise foi diferente, pois, em algumas regiões, pôde-se notar a presença de resíduos de resinas incrustadas no metal. Almilhatti et al.³ (2003) observaram comportamento similar durante as análises macro e microscópica de falhas na união resina/Ni-Cr. Apesar de auxiliar na discussão dos resultados, cientificamente não é possível estabelecer uma correlação direta entre os valores de tensão de cisalhamento e os tipos de falhas.⁶⁵

Ao analisarmos os resultados da interação entre termociclagem e condicionadores (Tabelas 9 e 10), verificamos que a termociclagem teve um efeito significativo no aumento dos valores médios de tensão de cisalhamento para os condicionadores MPP, OP e TL. Para S, o aumento não foi estatisticamente significante. Esses resultados estão de acordo com as afirmações de Behr et al.,¹¹ os quais observaram comportamento diferenciado para os derivados fosfóricos em relação aos sistemas de silanização, provavelmente devido à alta afinidade desses monômeros aos óxidos de Cr. Da mesma forma, Ohkubo et al.⁵⁹ também verificaram aumento nos valores de força de união para a liga de Co-Cr utilizando derivados fosfóricos. Behr et al.¹¹ verificaram aumento nos valores de força de união resina/metal para liga de Co-Cr após um período de 150 dias de armazenamento em água. Para Petridis et al.,⁶⁵ a estabilidade dos valores de força de união após os procedimentos de termociclagem pode

estar relacionada com a polimerização complementar da resina. Orchard et al.⁶² também encontraram maiores valores de força de união para a liga de Co-Cr após ciclagem térmica e também justificaram esse comportamento pelo processo de polimerização complementar. Kern e Thompson³² verificaram aumento de 47,5 MPa para 53,7 MPa para os valores de força de união após 150 dias de armazenamento em água seguido de 37.500 ciclos térmicos para o condicionador MDP utilizado com a liga de Co-Cr e justificaram o efeito como sendo resultado do efeito da polimerização complementar e do relaxamento das tensões na resina composta e, também, devido à afinidade desse monômero com as partículas de alumina infiltradas na superfície do metal.

Por outro lado, avaliando-se o efeito da termociclagem para os grupos J50/OD e J250/OD (Figura 27), podemos notar que não foi significativo, ou seja, provavelmente somente o efeito da polimerização complementar não justifica a tendência a maiores valores de tensão de cisalhamento para a liga de Co-Cr após os procedimentos de termociclagem.

Outra interpretação pode ser feita a partir do trabalho de Tanaka et al.,⁸¹ (1986) ao se observar que mostrou que a oxidação complementar de ligas de Ni-Cr e Co-Cr utilizando jateamento com partículas de Al_2O_3 melhorou a união resina/metal utilizando monômeros carboxílicos. De acordo com os autores, a união de resinas contendo o 4-META é otimizada pela presença de um filme de óxidos na superfície de

metais básicos. Da mesma forma, Yoshida et al.⁹⁶ observaram que esse filme é constituído por óxidos de Cr e Co e que pode ser formado pelo jateamento do metal com partículas de Al_2O_3 . Ainda de acordo com o estudo de Tanaka et al.,⁸¹ ligas de Co-Cr apresentam melhor estabilidade da união após armazenamento em água e aumento nos valores de força de união devido à alta concentração de cromo, o que torna o metal mais sensível ao processo de oxidação na presença de pequenas quantidades de oxigênio que, quando dissolvido na água durante os procedimentos de termociclagem, pode facilitar e permitir uma auto reparação dessa camada de óxidos.

Essas afirmações, talvez, possam explicar o comportamento dos condicionadores MPP, OP e TL, os quais tiveram seus valores de tensão de cisalhamento aumentados após a ciclagem térmica. Provavelmente, por se unir ao metal por um processo diferente, o condicionador (S) não apresentou aumento significativo no seu valor.

Esses resultados estão de acordo com os estudos de Ohkubo et al.,⁵⁹ que verificaram pequenas reduções nos valores de tensão de cisalhamento para os condicionadores (4-META – 2,8% e MDP – 2,6%) utilizados em conjunto com a liga de Co-Cr após 2.000 ciclos térmicos. Por outro lado, para o condicionador Siloc (S) a redução foi maior (20%). Yoshida et al.,⁹⁶ com a mesma liga e utilizando 50.000 ciclos, verificaram redução nos valores de tensão de cisalhamento de aproximadamente

41% para o condicionador contendo o MDP e redução de até 92,5% para o 4-META.

Embora os resultados tenham mostrado que a união química para a liga de Co-Cr foi mais efetiva (Tabela 12 e Figura 27) em relação à liga de Ni-Cr (Tabela 6 e Figura 12), a união química isolada também não resistiu ao estresse hidrotérmico (deslocamento total da resina opaca do metal após a ciclagem térmica no grupo P/T1).

Da mesma forma, alguns autores^{98,99} demonstraram que a quantidade, a composição e o tratamento superficial das partículas de carga de resinas opacas fotopolimerizáveis podem influenciar em suas propriedades mecânicas e no processo de união ao metal. Provavelmente essas conclusões poderiam ser aplicadas em relação aos metais utilizados neste estudo. A resina opaca utilizada em nosso estudo foi a Artglass Opaquer (Quadro 3), composta por um éster metacrílico multifuncional (70%), 5% de partículas de dióxido de silício silanizadas (SiO_2) e 25% de pigmentos inorgânicos^{90,99} (possivelmente TiO_2) detectados na análise EDS para uma superfície fraturada da liga de Ni-Cr (Figuras 19 e 20) e Co-Cr (Figuras 36 e 37). Para Yoshida, Taira e Atsuta,⁹⁸ essa influência no mecanismo de união pode ser contornada com a utilização de um condicionador de metal específico. Partindo da hipótese de que, em nosso estudo, foi utilizada sempre a mesma resina opaca e que condicionadores específicos foram utilizados, sua influência poderia ser notada nos grupos J50/OD e J250/OD. Para os três tipos de

metais, podemos observar esse comportamento pela análise dos intervalos de confiança das Figuras 12, 27 e 41, estando evidenciado um comportamento mais favorável para os grupos J250/OD/Ti Cp.

Para Magneville e Dejou,⁴⁸ as falhas de união resina/metal estão associadas aos diferentes coeficientes de expansão térmica dos materiais, à degradação hidrolítica na interface, à corrosão do metal e ao estresse mecânico aplicado à restauração durante a mastigação. Relataram ainda a importância da geometria dos corpos-de-prova, a área da superfície de união bem como sua localização e o efeito da saliva artificial e da termociclagem na interface. Mesmo tentando incorporar algumas dessas características nos estudos, ainda não foi possível simular a complexidade do ambiente da cavidade bucal.

Yoshida et al.⁹⁶ compararam a efetividade de diversos condicionadores de metal e concluíram que os maiores valores de força de união foram encontrados para o derivado fosfórico (MDP) em relação a uma liga de Co-Cr, possivelmente por sua reação mais favorável com óxidos de cromo, observando-se, porém, que a união foi influenciada pela termociclagem.

Assim, ao analisarmos o comportamento geral dos condicionadores quando utilizados em diferentes superfícies jateadas (J50 e J250) e sob a influência ou não de estresse térmico (T0 e T1) em conjunto com a liga de Co-Cr, verificamos a tendência de uma divisão em dois grupos OP - TL e MPP - S, tendo os primeiros uma posição de destaque, de forma

semelhante ao ocorrido com a liga de Ni-Cr. Assim, pode-se sugerir que os monômeros derivados do ácido fosfórico (OP e TL) têm maior efetividade de união em comparação com o derivado carboxílico e silanização para a liga de Co-Cr.

Informações adicionais podem também ser obtidas durante a interpretação dos resultados para o metal Ti Cp.

Resultados obtidos para a liga de Ti Cp

Na Tabela 1 do Apêndice E são apresentadas as medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova, após armazenamento em água por 24 horas (T0), obtidos utilizando-se os quatro diferentes condicionadores de metal (MPP, OP, S e TL) em conjunto com a resina opaca e a resina de revestimento, aplicados sobre a superfície polida (P) do Ti Cp. Não existem valores de tensão de cisalhamento para o grupo P/T1, uma vez que todos os corpos-de-prova, ao final dos ciclos térmicos, apresentaram-se com o revestimento estético separado do metal.

Nas Tabelas 2 e 3 do Apêndice E são apresentadas as medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos utilizando-se os quatro diferentes condicionadores de metal (MPP, OP, S e TL) em conjunto com a resina opaca e a resina de revestimento, aplicados sobre a superfície jateada do Ti Cp, respectivamente, com partículas de Al_2O_3 de 50 μm (J50) e 250 μm (J250) após armazenamento em água por 24 horas (T0) e termociclagem (T1). No grupo OD, foi utilizada a resina opaca diretamente sobre o metal associada à resina de revestimento.

Análise estatística

Na Tabela 14 são mostradas as médias e os desvios padrão relativos aos três tratamentos de superfície, antes e após a termociclagem, de acordo com o condicionador utilizado. A avaliação das diferenças entre médias foi realizada por uma análise de variância de três fatores: tratamento de superfície, termociclagem e condicionador, não se considerando o controle OD e nem o grupo polimento, como explicado no planejamento estatístico. O sumário da análise de variância é apresentado na Tabela 15. Os efeitos dos tratamentos e condicionadores são significativos ($p < 0,05$), sendo, porém, suficiente avaliar a interação entre eles já que também foi significativa ($p < 0,05$). Embora o efeito termociclagem não tenha sido significativo ($p > 0,05$), foi encontrada interação entre ela e os condicionadores ($p < 0,05$).

Tabela 14 - Média e desvio padrão (DP) dos valores de tensão de cisalhamento, em MPa, obtidas para os corpos-de-prova obtidos em todo o planejamento da pesquisa com o Ti Cp.

Condicionador	Termociclagem	Tratamentos					
		P		J50		J250	
		Média	DP	Média	DP	Média	DP
OD	T0	-	-	3,4	0,47	6,8	2,00
	T1	-	-	4,9	0,68	8,2	1,03
MPP	T0	1,3	0,73	7,1	0,74	9,6	1,94
	T1	-	-	6,2	1,15	9,9	0,78
OP	T0	1,9	0,82	8,7	2,31	12,0	2,08
	T1	-	-	9,8	1,91	14,4	1,88
S	T0	2,0	0,85	9,5	1,43	9,7	0,88
	T1	-	-	7,4	0,95	10,7	0,86
TL	T0	1,7	0,94	8,3	1,52	12,8	2,24
	T1	-	-	8,5	0,91	11,9	1,81

Tabela 15 – Sumário da análise de variância para testar os efeitos dos fatores em estudo sobre a tensão de cisalhamento para o Ti Cp.

Efeito	Graus de liberdade	Média Quadrática	F	p
Tratamento (A)	1	284,93	117,16	<0,001*
Termociclagem (B)	1	0,42	0,17	0,679
Condicionador (C)	3	48,30	19,86	<0,001*
Interações				
A*B	1	9,43	3,88	0,052
A*C	3	7,93	3,26	0,025*
B*C	3	7,97	3,28	0,024*
A*B*C	3	5,25	2,16	0,098
Resíduo	96	2,43		

* Estatisticamente significativa ($p < 0,05$)

Para avaliar o efeito da interação entre tratamento e condicionador sobre a tensão de cisalhamento foi empregado o teste Tukey ao nível de 5% de significância. Foram comparadas as médias duas a duas dos oito grupos experimentais formados pelo cruzamento dos dois tratamentos de superfície, J50 e J250, com os quatro condicionadores, independentemente da termociclagem. As conclusões seguintes são referentes às interpretações dos valores de probabilidade p correspondente ao teste de Tukey, apresentados na Tabela 16 juntamente com as médias em comparação.

Observa-se que, com o tratamento J50, somente há evidência de que a tensão média de cisalhamento para o condicionador OP seja significativamente ($p < 0,05$) maior do que a média de MPP.

Assim, para J50:

$$OP > MPP$$

$$OP = S = TL$$

$$MPP = S = TL$$

No tratamento J250, as tensões médias de cisalhamento para os condicionadores OP e TL não foram significativamente diferentes ($p > 0,05$), o mesmo ocorrendo com as médias de MPP e S. Há evidência forte de que as duas primeiras são maiores do que as outras duas.

Assim, para J250:

$$OP = TL > MPP = S$$

Quando comparados os dois tratamentos J50 e J250, observa-se que o jateamento com partículas de 250 μm (J250) aumentou a efetividade de todos os condicionadores, verificada nas tensões médias de cisalhamento, com exceção do condicionador S ($p > 0,05$).

Tabela 16 – Valores de probabilidade p correspondentes ao teste de Tukey para comparações múltiplas de médias de tensão de cisalhamento relativas ao Ti Cp, de acordo com o tratamento e o condicionador.

Trat.	Cond.	Média	J50				J250		
			MPP	OP	S	TL	MPP	OP	S
J50	MPP	6,6							
	OP	9,2	0,001*						
	S	8,5	0,054	0,899					
	TL	8,4	0,074	0,848	1,000				
J250	MPP	9,7	<0,001*	0,990	0,397	0,326			
	OP	13,2	<0,001*	<0,001*	<0,001*	<0,001*	<0,001*		
	S	10,2	<0,001*	0,725	0,077	0,056	0,993	<0,001*	
	TL	12,3	<0,001*	<0,001*	<0,001*	<0,001*	0,001*	0,817	0,009*

* Estatisticamente significativo ($p < 0,05$)

Para avaliar o efeito da interação entre termociclagem e condicionador sobre a tensão de cisalhamento, independentemente do tratamento de superfície, foi novamente empregado o teste Tukey. As conclusões seguintes são referentes às interpretações dos valores de

probabilidade p correspondente ao teste de Tukey, apresentados na Tabela 17 juntamente com as médias em comparação.

Para os corpos-de-prova não submetidos a termociclagem (T0), os condicionadores MPP - S e OP - TL não apresentaram diferenças estatisticamente significantes ($p > 0,05$) nas tensões médias de cisalhamento entre si. A média de MPP foi significativamente menor do que as de OP e TL ($p < 0,05$).

Os resultados mostram que os condicionadores tendem a se dividir em dois grupos, OP - TL com médias maiores e MPP - S, com médias menores.

Para os corpos-de-prova submetidos a termociclagem (T1), o valor médio de tensão de cisalhamento para o condicionador OP foi o maior ($p < 0,01$).

Assim, para T1:

OP > MPP, S e TL

MPP = S

S = TL

TL > MPP

Quando comparamos o mesmo condicionador antes (T0) e após a termociclagem (T1), verificamos que os valores médios de tensão de cisalhamento não foram estatisticamente diferentes ($p > 0,05$).

Tabela 17 – Valores de probabilidade p correspondentes ao teste de Tukey para comparações múltiplas de médias de tensão de cisalhamento relativas ao Ti Cp, de acordo com o condicionador e se foi utilizada ou não a termociclagem.

Term.	Cond.	Média	T0				T1		
			MPP	OP	S	TL	MPP	OP	S
T0	MPP	8,3							
	OP	10,4	0,020*						
	S	9,6	0,408	0,896					
	TL	10,5	0,007*	1,000	0,739				
T1	MPP	8,0	0,999	0,003*	0,146	0,001*			
	OP	12,1	<0,001*	0,082	0,002*	0,171	<0,001*		
	S	9,0	0,931	0,346	0,983	0,191	0,661	<0,001*	
	TL	10,2	0,047*	1,000	0,973	0,999	0,009*	0,037*	0,536

* Estatisticamente significativa ($p < 0,05$)

Na Tabela 18 é dado o sumário da análise de variância para testar o efeito dos condicionadores sobre a tensão de cisalhamento quando aplicados na superfície polida do Ti Cp. Não há evidência estatisticamente significativa ($p > 0,05$) para afirmar que os condicionadores têm efeito diferenciado sobre a tensão de cisalhamento.

Tabela 18 - Sumário da análise de variância para testar o efeito dos condicionadores sobre a tensão de cisalhamento, quando somente realizado o polimento em corpos-de-prova com o Ti-Cp.

Efeito	Graus de liberdade	Média Quadrática	F	p
Condicionador	3	0,64	0,92	0,448
Resíduo	24	0,70		

* Estatisticamente significativa ($p < 0,05$)

Considerações finais relativas à análise de variância para o Ti Cp

A análise de variância, como explicado no planejamento estatístico, deve obedecer a algumas pressuposições, como a homogeneidade de variância e a normalidade dos resíduos. Assim, obteve-se, pelo teste de Levene e pelo teste de Shapiro-Wilk, respectivamente, os valores de probabilidade $p < 0,001$ e $p = 0,527$, para a análise de três fatores cujo sumário é dado na Tabela 15.

Apesar do teste de Levene ter apontado heterogeneidade de variância ($p < 0,001$), há indicação na literatura¹⁰⁰ de robustez do teste F, isto é, a análise de variância ainda é válida. Isso é possível uma vez que o maior desvio padrão (2,24) dividido pelo menor (0,68) é aproximadamente igual a 3 (Tabela 14). A literatura referida considera a variância heterogênea quando esse valor for maior que 3 e, conseqüentemente, o teste F seriamente afetado.

Em relação à análise de um fator, cujo sumário é dado na Tabela 18, obteve-se os valores de probabilidade $p = 0,879$ para o teste de Levene de homogeneidade de variância e $p = 0,212$ para o teste de Shapiro-Wilk de normalidade dos resíduos.

Portanto, há indicação, em ambos os casos, de que a análise de variância não foi afetada pela diferença de variabilidade entre os grupos experimentais, sendo razoável supor que os resíduos seguem, pelo

menos aproximadamente, uma distribuição normal. Os gráficos das distribuições de frequências ou número de observações de resíduos da análise de três fatores e de um fator são mostrados, respectivamente, nas Figuras 1 e 2 do Apêndice F.

Representação gráfica dos resultados para o Ti Cp

Os resultados apresentados podem ser visualizados nos gráficos de médias de tensão de cisalhamento das Figuras 40 e 41. Foram traçados, na Figura 41, segmentos verticais representando intervalos de 95% de confiança para a média experimental. Quando não há evidência de diferença significativa entre médias, é razoável esperar alguma sobreposição dos intervalos de confiança. Entretanto, a análise de variância ou o teste de Tukey têm informações mais seguras.

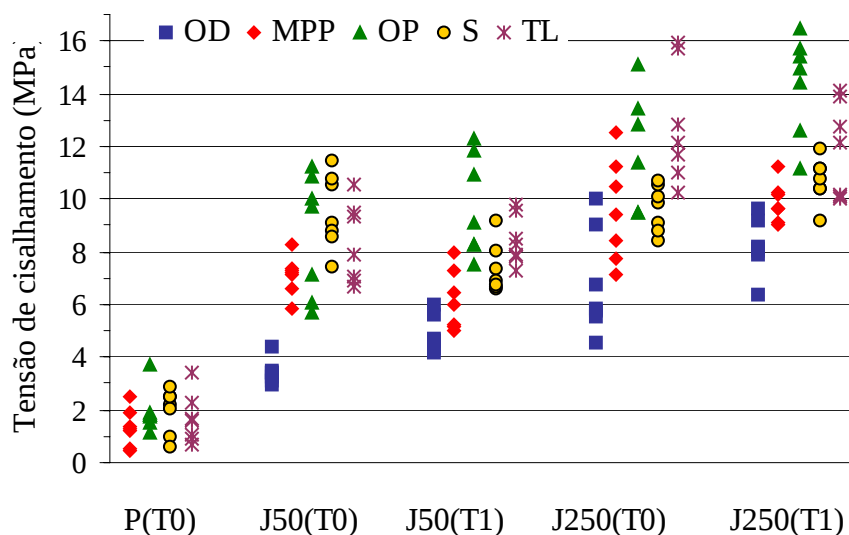


Figura 40 – Representação gráfica das medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos em todo o planejamento da pesquisa com o Ti Cp.

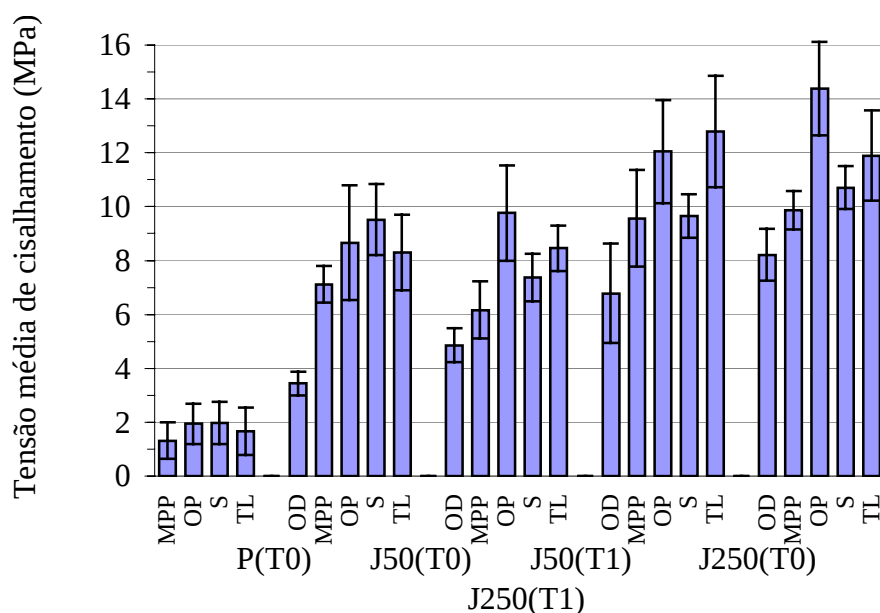


Figura 41– Representação gráfica das medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos em todo o planejamento da pesquisa com o Ti Cp.

Resultado dos tipos de falhas para o Ti Cp

Tabela 19: Distribuição das falhas nos corpos-de-prova obtidos em todo o planejamento da pesquisa com o Ti Cp.

Condicionador	Tipo de falha	Tratamentos					
		P		J50		J250	
		T0	T1	T0	T1	T0	T1
OD	A	-	-	7	7	7	7
	C	-	-	0	0	0	0
	M	-	-	0	0	0	0
MPP	A	7	7	7	6	7	6
	C	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	0	1	0	1
OP	A	7	7	6	7	0	1
	C	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	1	0	7	6
S	A	7	7	7	7	5	7
	C	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	0	0	2	0
TL	A	7	7	7	4	5	6
	C	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	0	3	2	1
[A] Falha Adesiva		[C] Falha Coesiva		[M] Falha Mista			

Fotografias da MEV e gráficos de EDS para o Ti Cp

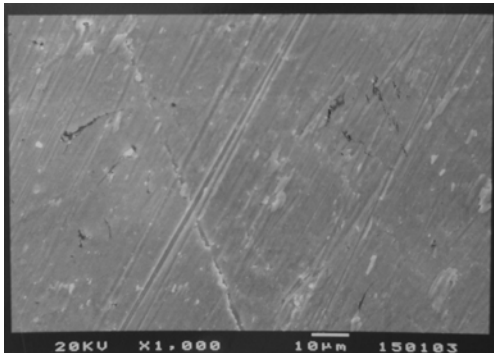


FIGURA 42: MEV para o metal Ti Cp após polimento (P).

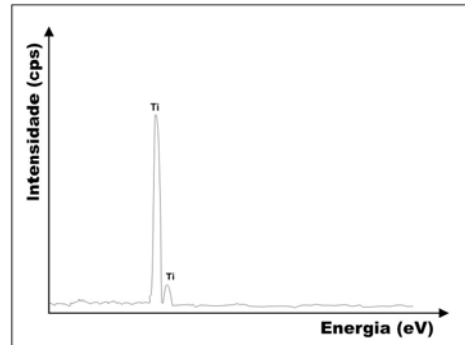


FIGURA 43: Análise EDS para o metal Ti Cp após polimento.

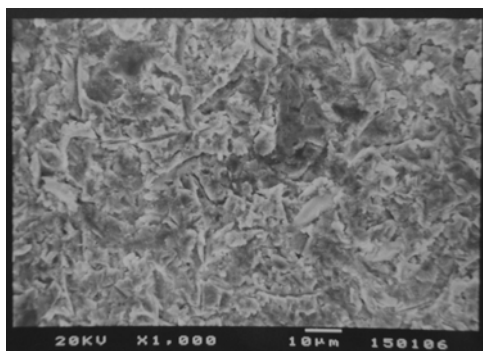


FIGURA 44: MEV para o metal Ti Cp após jateamento com Al_2O_3 de 50 μm (J50).

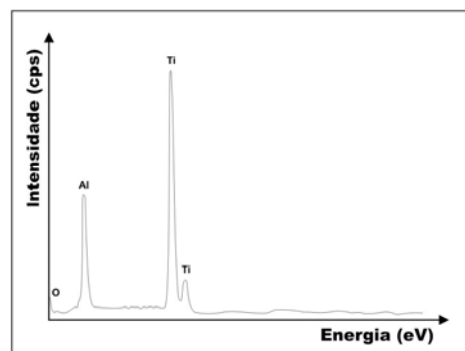


FIGURA 45: Análise EDS para o metal Ti Cp após jateamento com Al_2O_3 de 50 μm .

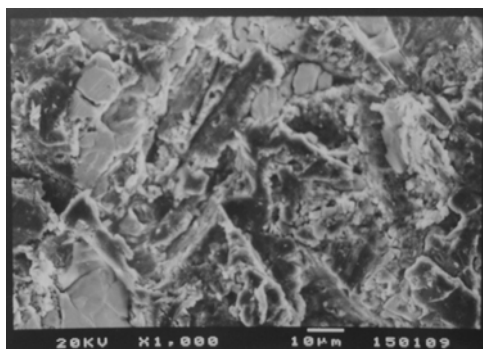


FIGURA 46: MEV para o metal Ti Cp após jateamento com Al_2O_3 de 250 μm (J250).

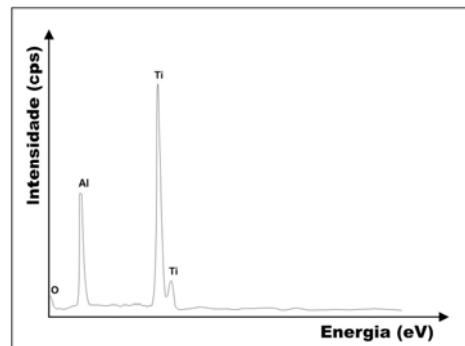


FIGURA 47: Análise EDS para o metal Ti Cp após jateamento com Al_2O_3 de 250 μm .

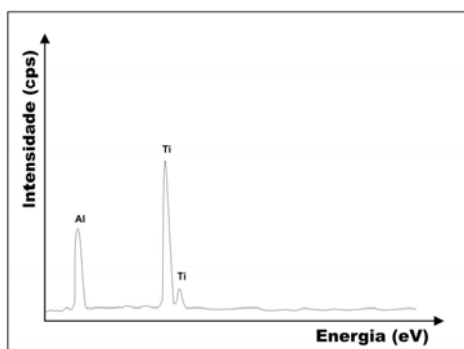


FIGURA 48: Análise EDS o metal Ti Cp – Grupo J250/OD/T0.

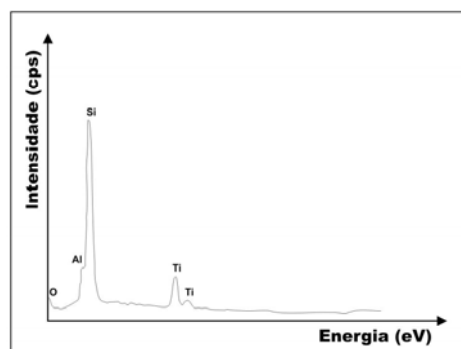


FIGURA 49: Análise EDS o metal Ti Cp – Grupo J250/S/T0. Presença de Si em relação ao controle (J250 – Fig. 46).

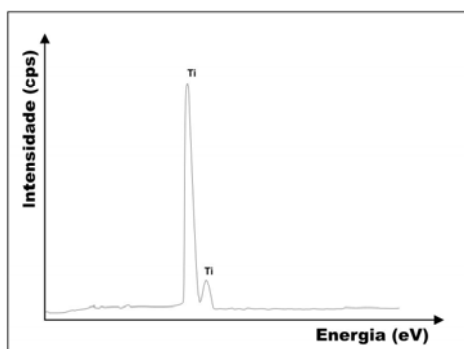


FIGURA 50: Análise EDS o metal Ti Cp – Grupo P/OP/T0. Nenhuma diferença em relação ao controle (P – Fig. 42).

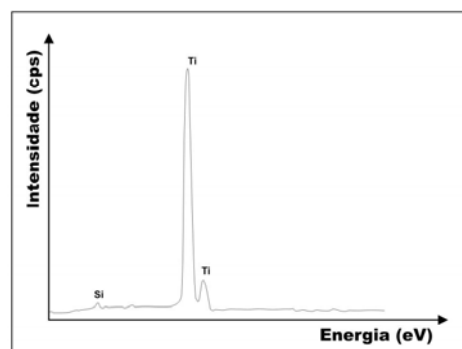


FIGURA 51: Análise EDS o metal Ti Cp – Grupo P/TL/T0. Presença de Si em relação ao controle (P – Fig. 42).

Interpretação dos resultados para o metal Ti Cp

Novamente, muitas informações obtidas para a liga de Ni-Cr e Co-Cr, principalmente em relação ao comportamento dos condicionadores e seus aos mecanismos de união, podem ser relacionadas também ao metal Ti Cp. Por esta razão, a discussão dos resultados para esse metal se limitará à abordagem de características relevantemente divergentes.

Foi explicado, no planejamento estatístico, que os Grupos controle 2 (J50/OD) e 3 (J250/OD) não tiveram seus valores de tensão de cisalhamento analisados em conjunto com os quatro condicionadores para evitar um possível mascaramento do efeito dos condicionadores.

Partindo da hipótese de que os condicionadores utilizados melhoram a união resina/metall, era esperado que o grupo controle OD apresentasse menores valores de tensão de cisalhamento. Pela análise das Figuras 40 e 41, podemos observar a tendência a menores valores em relação aos outros grupos experimentais, com exceção do grupo P. De fato, essa observação pode ser confirmada pelos intervalos de confiança vistos na Figura 41, exceto quanto aos grupos J50/MPP/T1 e J250/MPP/T0.

Ainda pela análise da Figura 41, os valores médios das tensões de cisalhamento para os grupos J50/OD e J250/OD, responsáveis pela retenção mecânica da resina opaca na superfície do metal, podem ser comparados com os do grupo P/T0, o qual representa a afinidade química

dos condicionadores aos íons metálicos do Ti Cp. Essa comparação sugere que a contribuição da retenção mecânica criada pelo jateamento com Al_2O_3 de 50 μm e com o de 250 μm excede a retenção química, ou melhor, a afinidade química dos condicionadores aos íons (ou óxidos) metálicos do Ti Cp, uma vez que o grupo OD apresentou sempre valores maiores de tensão de cisalhamento em relação ao grupo polimento, independentemente do tamanho das partículas de óxido, diferentemente das ligas de Ni-Cr e Co-Cr.

Por outro lado, analisando-se o comportamento para o grupo polimento isoladamente, os condicionadores não apresentaram diferenças estatisticamente significantes (Tabela 18) em relação à suas afinidades químicas com os íons (ou óxidos) metálicos da superfície do Ti Cp, possivelmente devido à quantidade e à facilidade (espontânea) de formação da camada de óxidos em sua superfície. Ou seja, a quantidade e a qualidade dos óxidos podem ter compensado o diferente comportamento dos condicionadores.

Os monômeros derivados do ácido carboxílico e do fosfórico possuem grupos reativos contendo terminações polares que irão se ligar à camada de óxidos formada na superfície do metal e otimizam a união de resinas a ligas de Ni-Cr, Co-Cr e ao titânio.^{94,96} Ohno et al.,⁶⁰ definiram essa camada como sendo um filme passivo de oxi-hidróxido de cromo hidratado e a generalizaram pela fórmula: $\text{CrO}_x(\text{OH})_{3-2x} \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Esse filme pode ser formado em muitos metais, entre eles o aço inoxidável e as ligas

contendo Ni, Co e Cr. No titânio, esse comportamento não é diferente. De acordo com Ban,⁹ tanto os grupos carboxílicos como os fosfóricos se ligam aos óxidos formados na superfície do titânio que, segundo Lim et al.,⁴⁷ podem ser de vários tipos, entre eles o TiO, TiO₂ e Ti₂O₃, e se formar espontaneamente.

Os valores que representam a contribuição isolada de retenções mecânica e química para o Ti Cp, quando comparados aos valores de referência citados por Behr et al.,¹¹ podem ser considerados baixos. Porém, para esse metal, fica evidente a superior contribuição do jateamento com partículas de óxido de alumínio, principalmente de 250 µm.

O efeito do jateamento pode ser visualizado quando da interpretação das fotografias de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para os grupos polimento, J50 e J250 (Figuras 42, 44 e 46). Nelas observamos uma alteração na morfologia superficial do metal causada pela diferença no tamanho das partículas de óxido de alumínio, uma vez que a pressão, o tempo e a distância de jateamento foram padronizados para todos os metais. Adicionalmente, a Tabela 19 mostra que a quantidade de falhas mistas no grupo J250 foi maior que no grupo J50, evidenciando também maior efetividade de retenção mecânica para o primeiro grupo. Para Kern e Thompson,³³ o jateamento, além de criar microrretenção, deposita partículas de alumina na superfície do metal que, de um modo geral, se comporta de forma similar a outras ligas

básicas. Essas observações estão de acordo com as interpretações feitas para a liga de Ni-Cr.

De acordo com Lim et al.,⁴⁷ o jateamento com partículas de óxido de alumínio pode gerar alterações físico-químicas na superfície do Ti. Após jateamento com partículas de 50 μm , foi observado um aumento de até 39%, em peso, na quantidade de alumina em sua superfície. Os autores afirmaram ainda que essas partículas remanescentes melhoram, embora não se saiba como, a efetividade química de alguns monômeros funcionais. No estudo de Ohkubo et al.⁵⁹ também foram evidenciados aumento da quantidade de óxido de alumínio (Al e O) na superfície da liga de Co-Cr e no Ti e uma diminuição na quantidade original dos elementos de cada metal. As análises de EDS realizadas neste estudo confirmam essas observações (Ti/P, Ti/J50 e Ti/J250) e, de acordo com Kern e Thompson,³³ esse tipo de análise é apropriada para avaliar as alterações na superfície do Ti após o jateamento. Ohkubo et al.⁵⁹ ressaltam que existe uma correlação entre o grau de dureza dos metais e as diferenças nas rugosidades criadas pelo jateamento.

Watanabe et al.⁹⁰ encontrou maiores valores de força de união para o Ti utilizando o condicionador Siloc após jateamento com Al_2O_3 de 250 μm quando comparado aos grupos polimento ou jateados com 50 μm . Em relação a uma liga áurea, o autor concluiu que, após o jateamento, a

superfície do Ti teve menor perda de material e a justifica pelas diferentes propriedades como, por exemplo, a dureza. O autor destacou, também, a importância do jateamento e de seu possível efeito deletério, principalmente partículas de 250 μm , os quais podem influenciar na adaptação de próteses, uma vez que grandes quantidades de material podem ser removidas das margens das restaurações.

Essas informações auxiliam também a entender melhor o mecanismo de ação do condicionador (S). Analisando todos os grupos para os três metais pelas Figuras 12, 27 e 41, nota-se que o comportamento de S foi mais favorável para o Ti, que é um metal menos duro e, conseqüentemente, mais sujeito a irregularidades superficiais, inclusive no Grupo polimento. Assim, podemos concluir que para esse condicionador (S) a microrretenção mecânica tem grande influência. Nota-se que os maiores valores de tensão de cisalhamento foram encontrados no grupo J250/ S /T1.

Ao analisarmos o comportamento geral dos condicionadores quando utilizados em diferentes superfícies jateadas (J50 e J250) e sob a influência ou não de estresse térmico (T0 e T1) com o Ti Cp, verificamos a tendência de uma divisão em dois grupos OP - TL e MPP - S, tendo os primeiros uma posição de destaque de forma semelhante ao ocorrido com as ligas de Ni-Cr e Co-Cr.

Assim, pode-se sugerir que os monômeros derivados do ácido fosfórico (OP e TL) têm maior efetividade no processo de união em

comparação com o derivado carboxílico (MPP) e silanização (S) quando associados com o jateamento com óxido de alumínio. Esses resultados estão de acordo com as conclusões de Yanagida, Matsumura e Atsuta⁹³ e Yanagida et al.,⁹¹ que verificaram a maior efetividade dos derivados fosfóricos em relação aos derivados carboxílicos e atribuíram essa maior efetividade à presença, em suas composições, de um grupo hidrofóbico.

De acordo com Taira et al.,^{73,75} a superfície do Ti puro é coberta por uma camada de óxidos de titânio estável em atmosfera ambiente e seus trabalhos mostraram que os óxidos garantem a união resina/metal pela sua reação com os monômeros derivados dos ácidos carboxílico e fosfórico.

O mecanismo de união geral apresentado na interpretação dos resultados para a liga de Ni-Cr mostra, de acordo com Ohno,⁶¹ o envolvimento de moléculas de H₂O e íons hidroxila (OH⁻) presentes na superfície oxidada do metal e sua interação, com os grupos reativos dos monômeros funcionais, via ligações intermoleculares. De acordo com Ban,⁹ derivados dos ácidos carboxílico (4-AET e 4-META) e fosfórico (MDP) interagem com o filme de óxidos na superfície dos metais básicos, inclusive o titânio, via pontes de hidrogênio, e com os íons hidroxila (OH⁻) presentes na superfície do metal. Esse raciocínio implica que uma maior quantidade desses íons deveria aumentar os valores de força de união; contudo, isso não foi observado nesse estudo, mas sua presença (aplicação de uma solução alcalina sobre o metal jateado) aumentou os

valores de força de união resina/metál em comparação ao metal somente jateado. Esse aumento nos valores de força de união (aproximadamente 1,5 vezes) pode estar relacionado com a facilidade de oxidação do titânio, uma vez que a liga nobre utilizada em seu estudo não apresentou diferença nos valores após a utilização da solução alcalina. O autor concluiu que o tratamento da superfície do Ti com soluções alcalinas é um método simples e eficiente para melhorar a união resina/metál. Porém, concluiu também que a contribuição micromecânica de retenção para a união de resina ao Ti é muito maior que a união química, embora nenhuma das duas possa explicar completamente a adesão entre polímeros e metal. Essa conclusão está de acordo com nossos resultados, quando comparamos o Grupo polimento e os grupos J50/OD e J250/OD, como discutido anteriormente.

De uma forma geral, a análise EDS foi útil para avaliar as diferentes composições superficiais dos metais antes e após o jateamento, porém não foi possível observar a presença de resíduos de condicionadores na superfície dos metais, nem mesmo a camada de sílica do grupo S. De acordo com Kern e Thompson,³³ a sílica depositada piroliticamente resulta em uma camada não visível ao MEV, e, para Ekstrand, Ruyter e Øysaet,²¹ a presença de moléculas de polímero na superfície de metais só pode ser detectada por espectroscopia de infravermelho.

Considerações Finais

Mesmo não se conhecendo o valor mínimo da resistência de união resina/metal para obtenção de um eficiente desempenho clínico, esse valor deveria se aproximar daqueles encontrados para união porcelana/metal.⁶⁶ Almilhatti et al.,³ utilizando metodologia similar à deste estudo, encontraram valores médios de 42,9 MPa para o sistema porcelana/metal. Essas afirmações sugerem que os sistemas em estudo necessitam ser aprimorados. A adesão não é um fenômeno simples e de fácil compreensão a ser estudada utilizando-se um único modelo, pois depende de múltiplos fatores e raramente envolve um único mecanismo de união. Assim, novos estudos devem ser conduzidos para que se possa compreender melhor o processo de união resina/metal.

Conclusão



De acordo com a metodologia utilizada neste estudo, foram obtidas as seguintes conclusões:

Liga de Ni-Cr

Grupo polimento (P): Controle

- Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes nos valores médios de tensão de cisalhamento entre os condicionadores Cesead II Opaque Primer (OP) e Targis Link (TL) e entre Metal Photo Primer (MPP) e Siloc (S), sendo maiores as médias dos dois primeiros.

Grupo (J50): Jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm

- Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes nos valores médios de tensão de cisalhamento entre os condicionadores Cesead II Opaque Primer (OP) e Targis Link (TL) e entre Metal Photo Primer (MPP) e Siloc (S), sendo maiores as médias dos dois primeiros.

Grupo (J250): Jateamento com partículas de Al_2O_3 de 250 μm

- Não foram encontradas diferenças estatisticamente significantes entre os condicionadores.

Grupo (J50/J250)

- Os valores médios das tensões de cisalhamento para os condicionadores Metal Photo Primer (MPP), Cesead II Opaque Primer (OP) e Siloc (S) apresentaram aumento estatisticamente significativo;
- para o condicionador Targis Link (TL), não houve diferença estatisticamente significativa entre as médias de tensão de cisalhamento.

Grupo (T0): Armazenamento em água

- Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes nos valores médios de tensão de cisalhamento entre os condicionadores Cesead II Opaque Primer (OP), Siloc (S) e Targis Link (TL) e entre os condicionadores Metal Photo Primer (MPP), Cesead II Opaque Primer (OP) e Siloc (S);
- o valor médio da tensão de cisalhamento para o condicionador Metal Photo Primer (MPP) foi estatisticamente menor somente em relação a Targis Link (TL).

Grupo (T1): Termociclagem

- Não foram encontradas diferenças estatisticamente significantes entre os condicionadores.

Grupo (T0/T1)

- Os valores médios das tensões de cisalhamento para os condicionadores Cesead II Opaque Primer (OP), Siloc (S) e Targis Link (TL) não mostraram aumento estatisticamente significativo;
- o valor médio da tensão de cisalhamento para o condicionador Metal Photo Primer (MPP) apresentou aumento estatisticamente significativo.

Padrão dos tipos de falhas:

- Para o Grupo polimento, independentemente dos condicionadores e da termociclagem, as falhas foram predominantemente adesivas;
- independentemente dos condicionadores, jateamento e termociclagem, as falhas foram predominantemente adesivas. Porém, houve maior predominância de falhas mistas para o grupo J250 em relação ao J50.

Liga de Co-Cr

Grupo polimento (P): Controle

- Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes nos valores médios de tensão de cisalhamento entre os condicionadores OP e TL e entre MPP e S, sendo as médias dos dois primeiros maiores que a de S.

Grupo (J50/J250)

- Os valores médios de tensão de cisalhamento para o grupo J250 foram estatisticamente maiores em relação aos do grupo J50, independentemente do condicionador e da termociclagem.

Grupo (T0): Armazenamento em água

- Não foram encontradas diferenças estatisticamente significantes entre os condicionadores.

Grupo (T1): Termociclagem

- Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes nos valores médios de tensão de cisalhamento entre os condicionadores OP e TL e entre MPP e S, sendo maiores as médias dos dois primeiros.

Grupo (T0/T1)

- Os valores médios das tensões de cisalhamento para os condicionadores MPP, OP e TL apresentaram aumento estatisticamente significativo de T0 para T1;
- para o condicionador S, não houve evidência estatística de diferença entre as médias de tensão de cisalhamento.

Padrão dos tipos de falhas:

- Para o Grupo polimento, independentemente dos condicionadores e da termociclagem, as falhas foram predominantemente adesivas;
- independentemente dos condicionadores, jateamento e termociclagem, as falhas foram predominantemente adesivas. Porém, houve maior predominância de falhas mistas para o grupo J50 em relação ao J250.

Metal Ti Cp

Grupo polimento (P): Controle

- Não foram encontradas diferenças estatisticamente significantes entre os condicionadores.

Grupo (J50): Jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm

- Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes nos valores médios de tensão de cisalhamento entre os condicionadores OP, S e TL e entre MPP, S e TL;
- somente os condicionadores OP e MPP mostraram valores médios de tensão de cisalhamento estatisticamente diferentes.

Grupo (J250): Jateamento com partículas de Al_2O_3 de 250 μm

- Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes nos valores médios de tensão de cisalhamento entre os condicionadores OP e TL e entre MPP e S, sendo as médias dos dois primeiros maiores que a de S.

Grupo (J50/J250)

- Os valores médios das tensões de cisalhamento para os condicionadores MPP, OP e TL apresentaram aumento estatisticamente significativo;
- para o condicionador S, não houve diferença estatisticamente significativa entre as médias de tensão de cisalhamento.

Grupo (T0): Armazenamento em água

- Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes nos valores médios de tensão de cisalhamento entre os condicionadores OP e TL e entre MPP e S, sendo a média do MPP significativamente menor que as do OP e do TL.

Grupo (T1): Termociclagem

- O valor médio da tensão de cisalhamento para o condicionador OP foi significativamente maior que os do MPP, S e TL.

Grupo (T0/T1)

- Não foram encontradas diferenças estatisticamente significantes entre os valores médios das tensões de cisalhamento para os condicionadores.

Padrão dos tipos de falhas:

- Para o grupo polimento, independentemente dos condicionadores e da termociclagem, as falhas foram predominantemente adesivas;
- independentemente dos condicionadores, jateamento e termociclagem, as falhas foram predominantemente adesivas. Porém, houve maior predominância de falhas mistas para o grupo J250 em relação ao J50.

Comparando todos os resultados obtidos neste estudo por meio da combinação dos materiais e das condições experimentais com o valor citado como referência no texto, ou seja, 10 MPa, destacam-se seguramente os seguintes grupos: *Co-Cr/J250/T1/OP* e *Co-Cr/J250/T1/TL* e *Ti/J250/OP* e *Ti/J250/TL* independentemente da termociclagem.

Referências



1. ADA COUNCIL ON SCIENTIFIC AFFAIRS. Titanium applications in dentistry. **J. Am. Dent. Assoc.**, v. 1134, p. 347-9, 2003.
2. AL-HIYASAT, A., BASHABSHEH, O. M., DARMANI, H. Elements released from dental casting alloys and their cytotoxic effects. **Int. J. Prosthodont.**, v. 15, p. 473-8, 2002.
3. ALMILHATTI, H. J., et al. Shear bond strength of esthetic materials bonded to Ni-Cr alloy. **J. Dent.**, v. 31, p. 205-11, 2003.
4. ALMILHATTI, H.J. et al. Infiltração marginal em facetas estéticas de resina composta em próteses parciais fixas. **PGR-Pós-Grad Rev Fac Odontol São José Campos**, v. 5, p. 58-63, 2002.
5. ANUSAVICE, K. J. **Philips' science of dental materials**. 10. ed. Philadelphia: Saunders, 1996. 709 p.
6. ASMUSSEN, E., PEUTZFELDT, A. Surface energy characteristics of adhesive monomers. **Dent. Mater.**, v. 14, p. 21-8, 1998.

- 7.ATSUTA, M., MATSUMURA, H., TANAKA, T. Bonding fixed prosthodontic composite resin and precious metal alloys with the use of a vinyl-thiol primer and an adhesive opaque resin. **J. Prosthet. Dent.**, v.67, p. 296-300, 1991.
8. ATTA, M. O., BROWN, D., SMITH, B. G. N. Bond strength of contemporary bridge cements to a sandblasted or electrolytically etched nickel-chromium alloy. **Dent. Mater.**, v. 4, p. 201-7, 1988.
- 9.BAN, S. Effect of alkaline treatment of pure titanium and its alloys on the bonding strength of dental veneering resins. **J Biomed Mater Res.**, v. 66A, p. 138-45, 2003.
- 10.BARZILAY, I. et al. Mechanical and chemical retention of laboratory cured composite to metal surfaces. **J. Prosthet. Dent.**, v.59, p. 131-7, 1988.
- 11.BEHR, M. et al. Adhesive bond of veneering composite on various metal surfaces using silicoating, titanium-coating or functional monomers. **J. Dent.**, v. 31, p. 33-42, 2003.
- 12.CECCONI, B. T. et al. Casting titanium partial denture frameworks: A radiographic evaluation. **J. Prosthet. Dent.**, v.87, p. 277-80, 2002.

13. CHANG, J. C. et al. Tensile bond strengths of composites to gold-palladium alloy after thermal cycling. **J. Prosthet. Dent.**, v.87, p. 271-6, 2002.
14. COBB, D. S. et al. Metal surface treatment: characterization and effect on composite-to-metal bond strength. **Oper. Dent.**, v. 25, p. 427-33, 2000.
15. COHN, L. A. The acrylic-faced cast gold crown. **J. Prosthet. Dent.**, v.1, p. 112-35, 1951.
16. CRIM, G. A., GARCIA-GODOY, F. Microleakage: The effect of storage and cycling duration. **J. Prosthet. Dent.**, v.57, p. 574-6, 1987.
17. CRIM, G. A., MATTINGLY, S. L. Evaluation of two methods for assessing marginal leakage. **J. Prosthet. Dent.**, v.45, p. 160-3, 1981.
18. CRIM, G. A., SWARTZ, M. L., PHILLIPS, R. W. Comparasion of four thermocycling techniques. **J. Prosthet. Dent.**, v.53, p. 50-3, 1985.

19. DAVIS, M. C., KLEIN, G. Combination gold and acrylic restorations. **J. Prosthet. Dent.**, v.4, p. 511-22, 1954.
20. DEĞER, S., CANIKLIOĞLU, M. B. Effects of tin plating on base metal alloy-ceramic bond strength. **Int. J. Prosthodont.**, v. 11, p. 165-72, 1998.
21. EKSTRAND, K., RUYTER, I. E., ØYSAED, H. Adhesion to titanium of methacrylate-based polymer materials. **Dent. Mater.**, v.4, p. 111-5, 1988.
22. GALE, M. S., DARVELL, B. W. Thermal cycling procedure for laboratory testing of dental restorations. **J. Dent.**, v. 27, p. 89-99, 1999.
23. GREENER, E., DUKE, S. Physical properties of two new crown and bridge veneering resins. **J. Oral. Rehabil.**, v. 16, p. 203-9, 1989.

24. GUIMARÃES, N. C. **Facetas estéticas: influência da técnica de polimerização, com e sem emprego de pressão, na resistência à remoção por tração de resinas acrílicas inseridas em diferentes formas de retenção.** Bauru, 1981. 111p. Tese (Doutorado em Ciências)- Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo.
25. HARA, A. T., PIMENTA, L. A. F., RODRIGUES JR, A. L. Influence of cross-head speed on resin-dentin shear bond strength. **Dent. Mater.**, v.17, p. 165-9, 2001.
26. IMAY, Y., IKEDA, Y. Effect of adding ethylene glycol dimethacrylate to resin cements: durability against thermal stress of adhesion to titanium. **Dent. Mat J.**, v. 16, p. 74-7, 1997.
27. INTERNATIONAL STANDARDIZATION ORGANIZATION. **Dental materials -Guidance on testing of adhesion to tooth structure.** ISO/TR 11405, Switzerland, 1994.
28. ISHIJIMA, T., CAPUTO, A. A., MITO, R.. Adhesion of resin to casting alloys. **J. Prosthet. Dent.**, v.67, p. 445-9, 1992.

29. JACOBSON, T. E. et al. Bond strength of 4-META acrylic resin denture base to cobalt chromium alloy. **J. Prosthet. Dent.**, v.60, p. 570-6, 1988.
30. JONES, R. M. et al. A comparison of the physical properties of four prosthetic veneering materials. **J. Prosthet. Dent.**, v.61, p. 38-44, 1989.
31. KADOMA, Y. Surface treatment agent for dental metals using a thiirane monomer and phosphoric acid monomer. **Dent. Mat J.**, v. 21, p. 156-69, 2002.
32. KERN, M., THOMPSON, V. P. Durability of resin bonds to a cobalt-chromium alloy. **J. Dent.**, v. 23, p. 47-54, 1995.
33. KERN, M., THOMPSON, V. P. Effects of sandblasting and silica-coating procedures on pure titanium. **J. Dent.**, v. 22, p. 300-6, 1994.
34. KERN, M., THOMPSON, V. P. Influence of prolonged thermal cycling and water storage on the bond strength of composite to NiCr alloy. **Dent. Mater.**, v.9, p. 19-25, 1994.

35. KIDD, E. A. M. Microleakage: a review. **J. Dent.**, v. 4, p. 199-206, 1976.
36. KNAK, G., KASISKE, R. Problems of retention of resin facings in metal crowns. **Protet. Stomatol.**, v.35, p.193-8, 1985.
37. KNIGHT, J., SNEED, D., WILSON, M. C. Strengths of composite bonded to base metal alloy using dentin bonding systems. **J. Prosthet. Dent.**, v.84, p. 149-53, 2000.
38. KOLODNEY, H., PUCKETT, A. D., BROWN, K. Shear strength of laboratory-processed composite resins bonded to a silane-coated nickel-chromium-beryllium alloy. **J. Prosthet. Dent.**, v.67, p.419-22, 1992.
39. KÖNÖNEN, M. et al. Titanium framework removable partial denture used for patient allergic to other metals: A clinical report and literature review. **J. Prosthet. Dent.**, v.73, p. 4-7, 1995.
40. KOURTIS, S. G. Bond strengths of resin-to-metal bonding systems. **J. Prosthet. Dent.**, v.78, p. 136-45, 1997.

41. KRUEGER, G. E. et al. A comparison of electrolytic and chemical etch systems on the resin-to-metal tensile bond strength. **J. Prosthet. Dent.**, v.64, p. 610-7, 1990.
42. KURTZ, K. et al. Shear bond strength of polymer-glass composite to cast titanium. **J. Dent. Res.**, v. 77, p. 272, 1998.
43. LAKATOS, S. et al. The microleakage between alloy and polymeric materials in veneer crowns. **Quintessence Int.**, v.34, p. 295-300, 2003.
44. LEE, C. F., PIERPONT, H. P., STRICKLER, E. R. The effect of bead attachment systems on casting patterns and resultant tensile bond strength of composite resin veneer cast restorations. **J. Prosthet. Dent.**, v.66, p. 623-30, 1991.
45. LEINFELDER, K. F. New developments in resin restorative systems. **J. Am. Dent. Assoc.**, v. 128, p. 573-81, 1997.
46. LEINFELDER, K. F. Resin to metal bonding: overcoming esthetic problems. **J. Am. Dent. Assoc.**, v. 125, p. 292-4, 1994.

47. LIM, BUM-SOON et al. Shear bond strength between titanium alloys and composite resin: sandblasting versus fluoride-gel treatment. **J Biomed Mater Res.**, v. 64B, p. 38-43, 2003.
48. MAGNEVILLE, B., DEJOU, J. A comparison of two methods of adhering composite to metal. **J. Prosthet. Dent.**, v.76, p.97-100, 1996.
49. MATSUMURA, H. et al. Adhesive bonding of titanium with a titanate coupler and 4-META/MMA-TBB opaque resin. **J. Dent. Res.**, v. 69, p. 1614-6, 1990.
50. MATSUMURA, H. et al. Effect of noble metal conditioners on bonding between prosthetic composite material and silver-palladium- copper- gold alloy. **J. Prosthet. Dent.**, v.81, p. 710-4, 1998.
51. MATSUMURA, H. et al. Shear bond strength of resin composite veneering material to gold alloy with varying metal surface preparations. **J. Prosthet. Dent.**, v.86, p. 315-9, 2001.

52. MATSUMURA, H. et al. Surface preparations for metal frameworks of composite resin veneered prostheses made with an adhesive opaque resin. **J. Prosthet. Dent.**, v.66, p.10-5, 1991.
53. MATSUMURA, H., TANOUE, N., ATSUTA, M. Adhesive bonding of stainless steels and their component metals. **J. Oral. Rehabil.**, v. 27, p. 1054-9, 2000.
54. MAY, K. B. et al. 4-META polymethyl methacrylate shear bond strength to titanium. **Oper. Dent.**, v. 22, p. 37-40, 1997.
55. MAY, K. B. et al. The shear strength of polymethyl methacrylate bonded to titanium partial denture framework material. **J. Prosthet. Dent.**, v.70, p. 410-3, 1993.
56. MICHAILESCO, P. M. et al. An in vivo recording of variations in oral temperature during meals: A pilot study. **J. Prosthet. Dent.**, v.73, p. 214-8, 1995.
57. MOULIN, P. et al. Water resistance of resin-bonded joints with time related to alloy surface treatment. **J. Dent.**, v. 27, p. 79-87, 1999.

58. MUKAI, M., FUKUI, H., HASEGAWA, J. Relationship between sandblasting and composite resin-alloy bond strength by a silica coating. **J. Prosthet. Dent.**, v.74, p. 151-5, 1995.
59. OHKUBO, C. et al. Shear bond strengths of polymethyl methacrylate to cast titanium and cobalt-chromium frameworks using five metal primers. **J. Prosthet. Dent.**, v.83, p. 50-7, 2000.
60. OHNO, H. et al. The adhesion mechanism of dental adhesive resin to the alloy- experimental evidence of the deterioration of bonding ability due to adsorbed water on the oxide layer. **Dent. Mater.**, v. 5, p. 211-6, 1986.
61. OHNO, H., ARAKI, Y., SAGARA, M. The adhesion mechanism of dental adhesive resin to the alloy- relationship between Co-Cr alloy surface structure analyzed by ESCA and bonding strength of adhesive resin. **Dent. Mater.**, v. 5, p. 46-65, 1986.
62. ORCHARD, N. A. et al. Adhesive composite resins for artificial teeth: a laboratory investigation of bond strength to a cobalt-chromium alloy. **Biomaterials**, v. 18, p.935-8, 1997.

- 63.ÖZCAN, 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.**, v.29, p. 713-24, 1998.
- 64.PESUN, S., MAZURAT, R. D. Bond strength of acrylic resin to chromium alloy treated with the Silicoater MD and Kevloc systems. **J. Can. Dent. Assoc.**, v. 64, p. 798-802, 1998.
- 65.PETRIDIS, H. et al. Bonding indirect resin composites to metal: Part 1. Comparasion of shear bond strengths between different metal-resin bonding systems and a metal-ceramic system. **Int. J. Prosthodont.**, v. 16, p. 635-9, 2003.
- 66.PETRIDIS, H. et al. Shear bond strength of techniques for bonding esthetic veneers to metal. **J. Prosthet. Dent.**, v.82, p. 608-14, 1999.
- 67.PEUTZFELD, A., ASMUSSEN, E. Distortion of alloy by sandblasting. **Am. J. Dent.**, v.9, p. 65-6, 1996.
- 68.ROTHFUSS, L. G., et al. Resin to metal bond strengths using two commercial systems. **J. Prosthet. Dent.**, v.79, p. 270-3, 1998.

69. SALONGA, J. P. et al. Bond strength of adhesive resins to three nickel-chromium alloys with varying chromium content. **J. Prosthet. Dent.**, v.72, p. 582-4, 1994.
70. SMITH, R. M. et al. Effect of environmental stress and surface treatment on resin-to-metal bonding. **Am. J. Dent.**, v. 6, p. 111-5, 1993.
71. STRYGLER, H., NICHOLLS, J.I., TOWNSEND, J. D. Microleakage at the resin-alloy interface of chemically retained composite resins for cast restorations. **J. Prosthet. Dent.**, v.65, p. 733-9, 1991.
72. SWIFT, E. J. New adhesive resins. A status report for the American Journal of Dentistry. **Am. J. Dent.**, v.2, p. 358-60, 1989.
73. TAIRA, Y. et al. Adhesive bonding of titanium with a methacrylate-phosphate primer and self-curing adhesive resins. **J. Oral. Rehabil.**, v. 22, p. 409-12, 1995.
74. TAIRA, Y. et al. Adhesive bonding of titanium with a thione-phosphate dual functional primer and self-curing luting agents. **Eur J Oral Sci**, v. 108, p. 456-60, 2000.

75. TAIRA, Y. et al. Influence of surface oxidation of titanium on adhesion. **J. Dent.**, v.26, p. 69-73, 1998.
76. TAIRA, Y., MATSUMURA, H., ATSUTA, M. Bonding of titanium with acidic primers and tri-*n*-butylborane-initiated luting agent. **J. Oral. Rehabil.**, v. 24, p. 385-8, 1997.
77. TANAKA, T. et al. 4-META opaque resin- a new resin strongly adhesive to nickel- chromium alloy. **J. Dent. Res.**, v. 60, p. 1697-706, 1981.
78. TANAKA, T. et al. A new ion- coating surface treatment of alloys for dental adhesive resins. **J. Dent. Res.**, v. 67, p. 1376-80, 1988.
79. TANAKA, T. et al. Pitting corrosion for retaining acrylic resin facings. **J. Prosthet. Dent.**, v.42, p. 282-91, 1979.
80. TANAKA, T. et al. Spherical powder for retaining thermosetting acrylic resin veneers. **J. Prosthet. Dent.**, v.39, p. 295-303, 1978.
81. TANAKA, T. et al. Surface treatment of nonprecious alloys for adhesion-fixed partial dentures. **J. Prosthet. Dent.**, v.55, p. 456-62, 1986.

82. TENJOMA, L. T. et al. Chemical retention of composite resin to metal. **Int. J. Prosthodont.**, v. 3, p. 78-88, 1990.
83. van der VEEN, J. H. et al. Tensile bond strength of Comspan resin to six differently treated metal surfaces. **Dent. Mater.**, v. 4, p. 272-7, 1988.
84. VAN NOORT, R. et al. A critique of bond strength measurements. **J. Dent.**, v. 17, p. 61-7, 1989.
85. VAN NOORT, R. Introduction to dental material. In: _____. **Atomic building blocks**. Mosby, 1994. cap. 3, p. 11- 18.
86. VAN NOORT, R. Introduction to dental material. In: _____. **Principles of adhesion**. Mosby, 1994. cap. 9, p. 61- 71.
87. VOJVODIC, D. et al. Bond strengths of silicoated and acrylic resin bonding systems to metal. **J. Prosthet. Dent.**, v.81, p. 1-6, 1999.
88. VOJVODIC, D. et al. The bond strength of polymers and metal surfaces using the 'silicoater' technique. **J. Oral Rehabil.**, v. 22, p. 493-9, 1995.

89. WATAHA, J. Biocompatibility of dental casting alloys: A review. **J. Prosthet. Dent.**, v.83, p. 223-34, 2000.
90. WATANABE, I. et al. Effect of sandblasting and silicoating on bond strength of polymer-glass composite to cast titanium. **J. Prosthet. Dent.**, v.82, p. 462-7, 1999.
91. YANAGIDA, H. et al. Adhesive bonding of composite material to cast titanium with varying surface preparations. **J. Oral. Rehabil.**, v. 29, p. 121-6, 2002.
92. YANAGIDA, H. et al. Adhesive bonding of titanium-aluminium-niobium alloy with nine surface preparations and three self-curing resins. **Eur J Oral Sci.**, v. 111, p. 170-4, 2003.
93. YANAGIDA, H., MATSUMURA, H., ATSUTA, M. Bonding of prosthetic composite material to Ti-6Al-7Nb alloy with eight metal conditioners and surface modification technique. **Am. J. Dent.**, v.14, p. 291-4, 2001.

94. YOSHIDA, K. et al. Effect of adhesive metal primers on bonding a prosthetic composite resin to metals. **J. Prosthet. Dent.**, v.69, p. 357-62, 1993.
95. YOSHIDA, K. et al. Effect of three adhesive primers for a noble metal on the shear bond strengths of three resin cements. **J. Oral Rehabil.**, v. 28, p. 14-9, 2001.
96. YOSHIDA, K., KAMADA, K., ATSUTA, M. Adhesive primers for bonding cobalt-chromium alloy to resin. **J. Oral Rehabil.**, v. 26, p. 475-8, 1999.
97. YOSHIDA, K., MATSUMURA, H., TANAKA, T., ATSUTA, M. The relationship between monomer composition and physical properties of light-cured opaque resin. **Dent. Mat J.**, v. 8, p. 137-9, 1992.
98. YOSHIDA, K., TAIRA, Y., ATSUTA, M. Properties of opaque resin composite containing coated and silanized titanium dioxide. **J. Dent. Res.**, v. 80, p. 864-8, 2001.

99. YOSHIDA, K., TANAGAWA, M., ATSUTA, M. Effects of filler composition and surface treatment on the characteristics of opaque resin composites. **Inc. J. Biomed Mater Res.**, v. 58, p. 525-30, 2001.
100. ZOLMAN, J. F. Statistical inference. In: _____. **Biostatistics:** Experimental design and statistical inference. New York: Oxford University Press, 1993. cap. 5, p. 94.

Resumo



ALMILHATTI, H.J. Influência de tratamentos superficiais e termociclagem na resistência da união resina/metal. Araraquara, 2004. 215p. Tese (Doutorado em Reabilitação Oral) – Faculdade de Odontologia, Campus de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”.

RESUMO

Este estudo teve como objetivo avaliar a efetividade de quatro condicionadores de metal (Metal Photo Primer, MPP; Cesead II Opaque Primer, OP; Targis Link, TL e Siloc, S) aplicados sobre diferentes superfícies das ligas de Ni-Cr, Co-Cr e do metal Ti Cp. Após o polimento metalográfico e jateamento com Al_2O_3 , foram obtidos três grupos experimentais para cada metal: Grupo polimento (P) – controle; Grupo (J50), jateado com Al_2O_3 de 50 μm e Grupo (J250), jateado com Al_2O_3 de 250 μm . A esses grupos foram aplicados os condicionadores e as resinas opaca e de revestimento estético (Artglass). Decorridos 24 horas de armazenamento em água a 37°C, cada grupo foi dividido em dois grupos e submetidos aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/min.), um antes e outro após 500 ciclos térmicos (60°C e 4°C). As superfícies fraturadas foram analisadas e o padrão de falhas determinado. Adicionalmente foram feitas análises de MEV e EDS. Seguem os resultados para cada metal: *Liga de Ni-Cr*: para os Grupos P e J50, não foram observadas diferenças ($p>0,05$) nos valores médios de tensão de cisalhamento entre os condicionadores OP e TL e entre MPP e S, sendo maiores as médias dos dois primeiros. Não foram encontradas diferenças

($p > 0,05$) entre as médias de tensão para os condicionadores do Grupo J250. No entanto, esses valores foram superiores aos do Grupo J50. Após a termociclagem, as médias para os condicionadores OP, S e TL não apresentaram aumento significativo ($p > 0,05$), enquanto a média para o MPP aumentou ($p < 0,05$). *Liga de Co-Cr*: para o Grupo P, não foram observadas diferenças ($p > 0,05$) nos valores médios de tensão entre os condicionadores OP e TL e entre MPP e S, sendo superiores as médias dos dois primeiros. As médias de tensão para o Grupo J250 foram estatisticamente maiores às do Grupo J50, independentemente do condicionador e da termociclagem. Após a termociclagem, as médias de tensões de cisalhamento para os condicionadores MPP, OP e TL aumentaram ($p < 0,05$), e a média para S não apresentou diferença ($p > 0,05$). *Ti Cp*: não foram encontradas diferenças ($p > 0,05$) entre as médias de tensão para os condicionadores do Grupo P. Para o Grupo J50, somente as médias para os condicionadores OP e MPP apresentaram diferença ($p < 0,05$). Para o Grupo J250 não foram observadas diferenças ($p > 0,05$) nos valores médios de tensão entre os condicionadores OP e TL e entre MPP e S, sendo superiores as médias dos dois primeiros. Com exceção do condicionador S, todas as médias de tensão para o Grupo J250 foram maiores do que as do Grupo J50 ($p < 0,05$). Antes e após a termociclagem, as médias para todos os condicionadores não apresentaram diferença ($p > 0,05$). Para todos os metais, as falhas foram predominantemente adesivas em todos os grupos.

Palavras-chave: Prótese parcial fixa; ligas dentárias; facetas dentárias; resinas compostas; titânio.

Abstract



ALMILHATTI, H.J. Effect of superficial treatments and thermocycling on shear bond strength of resin-metal. Araraquara, 2004. 215p. Tese (Doutorado em Reabilitação Oral) – Faculdade de Odontologia, Campus de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”.

ABSTRACT

The purpose of the study was to evaluate the effect of three adhesive primers (Metal Photo Primer, MPP; Cesead II Opaque Primer, OP; Targis Link, TL) and a bonding system (Siloc, S) on the shear bond strength between a prosthetic composite material (Artglass) to Ni-Cr alloy (Wiron 99), Co-Cr alloy (Wironit), and CP Ti (Tritan). Disk patterns were cast of the 3 alloys. All the disk surfaces were abraded with No. 80, 320, and 600 SiC paper, respectively and three different surface treatments were applied: No. 600 SiC polishing, P; 50 μm Al_2O_3 sandblasting, S50; 250 μm Al_2O_3 sandblasting, S250. The composites (Artglass opaque and dentin) were applied using a cylindrical stainless steel split according to manufacturer's instructions then light polymerized. Specimens without primer and bonding system were also prepared as control. The specimens were stored in water at 37°C for 24 h and then shear bond strengths were determined both before and after immersion alternately in water baths at 4°C and 60°C for 15 seconds each for up to 500 thermal cycles before shear mode testing at a crosshead speed of 0.5 mm/min. Data were statistically analyzed using 3-way ANOVA and 1-way ANOVA, followed by Tukey multiple range intervals calculated at the 0.05 significance level. Fractured interfaces were analyzed by use of light microscopy and SEM. Results:

Ni-Cr alloy: The bond strength of the P-OP/J50-OP group and P-TL/J50-TL group were statistically comparable ($p>0,05$) and exhibited greater strength than the P-MPP/J50-MPP group and P-S/J50-S ($p<0,05$). No significant differences were found among the four conditioners for J250 group ($p>0,05$), and these group showed the greater strength than the J50 group ($p<0,05$). After thermocycling, no significant differences ($p>0,05$) were found among the three primers (OP, S, TL) and the bond strength of MPP increased significantly ($p<0,05$).

Co-Cr alloy: The bond strength of the P-OP group and P-TL group were statistically comparable ($p>0,05$) and exhibited greater strength than the P-MPP group and P-S ($p<0,05$). The J250 group showed considerably higher shear bond strength than the J50 group, independently of the conditioners and thermocycling. All conditioners, exception of the S, showed a significant increased in bond strength after thermocycling.

Ti Cp: No significant differences were found among the four conditioners for P group ($p>0,05$). The bond strength of the J50-OP group and J50-MPP group were statistically different ($p<0,05$). The bond strength of the J250-OP group and J250-TL group were statistically comparable ($p>0,05$) and exhibited greater strength than the J250-MPP group and J250-S ($p<0,05$). The J250 group showed considerably higher shear bond strength than the J50 group, exception of the S conditioner. No significant differences in shear bond strength were found among the four conditioners before and after thermocycling ($p>0,05$). For all metals the fractures were mainly adhesive in nature.

Keywords: Denture partial fixed; dental alloys, dental veneers, composite resins; titanium.

Apêndice



APÊNDICE A: Resultados obtidos para a liga de Ni-Cr

Tabela 1 - Medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos utilizando-se os condicionadores sobre a superfície polida da liga de Ni-Cr e submetidos à condição T0.

Condicionador			
MPP	OP	S	TL
0,7	2,3	0,1	3,3
2,4	2,5	0,3	2,3
1,4	1,5	0,5	2,1
0,6	2,0	0,8	3,4
1,8	2,3	0,3	2,8
1,0	3,3	1,7	2,0
1,1	2,1	1,0	2,5

Observação: Mesmo tendo sido constituídos dois grupos (T0 e T1) para a superfície polida, todos os corpos-de-prova, ao final dos ciclos térmicos (T1), apresentaram-se com o revestimento estético separado do metal, ou seja, sem valores de tensão de cisalhamento.

Tabela 2 - Medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos utilizando-se os condicionadores sobre a superfície da liga de Ni-Cr jateada com partículas de Al_2O_3 de 50 μm e submetidos às condições T0 e T1.

Condicionador					
Termociclagem	OD	MPP	OP	S	TL
T0	3,6	4,9	7,4	6,0	7,9
	3,6	6,7	8,3	5,0	8,2
	2,9	4,3	7,0	6,2	9,5
	3,4	5,0	6,5	6,4	7,7
	3,4	4,5	5,4	6,7	6,3
	4,0	4,9	5,3	4,5	8,8
	3,1	5,0	6,7	5,5	7,2
T1	1,8	8,4	6,2	6,9	7,1
	2,3	9,0	9,0	4,9	9,3
	1,0	7,2	9,3	7,4	6,0
	1,8	8,7	8,8	7,1	10,2
	1,9	9,0	8,4	6,0	8,0
	2,3	5,9	7,4	4,4	6,4
	2,2	5,7	9,7	6,9	5,9

Tabela 3 - Medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos utilizando-se os condicionadores sobre a superfície da liga de Ni-Cr jateada com partículas de Al_2O_3 de 250 μm e submetidos às condições T0 e T1.

Termociclagem	Condicionador				
	OD	MPP	OP	S	TL
T0	4,1	7,2	8,6	8,0	8,9
	5,3	6,4	9,3	10,1	6,3
	5,8	7,7	8,1	8,0	10,4
	6,9	8,7	6,5	7,9	10,8
	4,8	7,8	8,2	7,5	8,7
	4,4	7,7	10,9	9,1	8,1
	4,6	7,6	8,4	7,3	8,0
T1	6,3	7,4	8,8	8,4	7,9
	6,4	8,7	8,4	10,0	9,3
	5,3	7,6	9,2	9,0	10,6
	4,8	8,1	10,4	9,7	8,4
	7,8	7,5	9,3	11,1	6,8
	6,5	9,2	10,0	11,1	9,7
	6,3	6,8	8,4	8,3	6,9

APÊNDICE B: Gráficos das distribuições de freqüências ou número de observações de resíduos para as análises de três e um fator respectivamente.

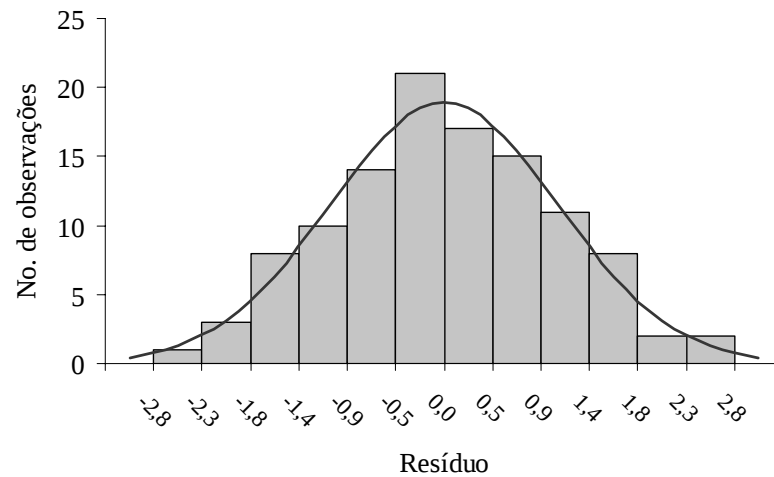


Figura 1 – Histograma de freqüências dos resíduos relativos à análise de variância de três fatores: *tratamento*, *termociclagem* e *condicionador* na liga Ni-Cr (a linha cheia representa os valores esperados para uma distribuição normal).

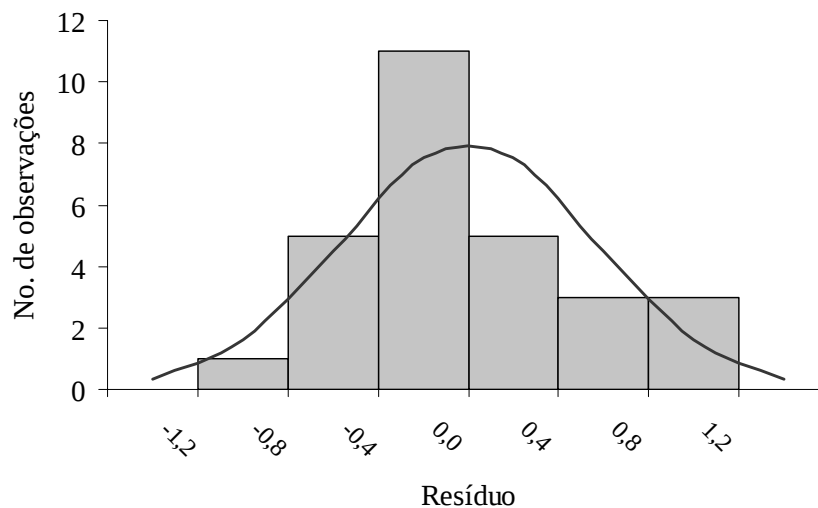


Figura 2 - Histograma de freqüências dos resíduos relativos à análise de variância do fator *condicionador* no tratamento com apenas polimento na liga Ni-Cr (a linha cheia representa os valores esperados para uma distribuição normal).

APÊNDICE C: Resultados obtidos para a liga de Co-Cr

Tabela 1 - Medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos utilizando-se os condicionadores sobre a superfície polida da liga de Co-Cr e submetidos à condição T0.

Condicionador			
MPP	OP	S	TL
1,9	1,7	0,5	4,9
2,9	2,0	0,7	3,4
2,4	4,6	0,6	5,4
0,8	4,2	1,6	4,0
3,0	2,2	1,2	3,6
1,7	3,1	3,0	4,2
1,8	3,3	0,8	4,2

Observação: Mesmo tendo sido constituídos dois grupos (T0 e T1) para a superfície polida, todos os corpos-de-prova, ao final dos ciclos térmicos (T1), apresentaram-se com o revestimento estético separado do metal, ou seja, sem valores de tensão de cisalhamento.

Tabela 2 - Medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos utilizando-se os condicionadores sobre a superfície da liga de Co-Cr jateada com partículas de Al_2O_3 de 50 μm e submetidos às condições T0 e T1.

Condicionador					
Termociclagem	OD	MPP	OP	S	TL
T0	3,3	5,9	5,3	4,1	4,4
	3,1	5,9	5,6	4,9	6,2
	2,8	5,4	7,3	4,0	8,2
	2,7	6,2	5,8	5,3	6,7
	3,0	3,6	6,6	3,4	4,2
	3,3	4,1	7,8	4,1	6,5
	3,1	4,5	5,0	6,1	5,0
T1	2,1	8,1	6,5	4,1	6,7
	4,3	5,4	8,4	5,4	7,6
	3,9	5,2	10,4	3,5	9,8
	3,0	8,3	9,8	5,2	10,1
	1,3	8,4	9,6	4,0	9,7
	4,3	7,6	8,2	6,1	10,9
	2,9	5,0	9,5	3,2	6,8

Tabela 3 - Medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos utilizando-se os condicionadores sobre a superfície da liga de Co-Cr jateada com partículas de Al_2O_3 de 250 μm e submetidos às condições T0 e T1.

Termociclagem	Condicionador				
	OD	MPP	OP	S	TL
T0	8,4	7,1	8,9	5,3	5,1
	8,4	6,5	7,0	6,8	5,6
	3,9	8,3	6,8	6,7	9,4
	4,1	6,5	6,0	5,6	7,4
	5,6	7,0	8,5	6,0	8,0
	6,1	5,1	9,9	7,1	6,1
	3,1	7,6	7,5	5,7	8,2
T1	4,7	9,8	10,0	7,3	11,3
	4,5	5,2	10,8	7,9	11,0
	4,5	7,2	11,6	9,8	10,7
	4,8	9,9	11,6	9,4	11,4
	6,3	8,0	8,6	8,9	10,9
	4,4	8,3	6,6	8,3	10,1
	5,3	8,1	11,6	7,2	8,2

APÊNDICE D: Gráficos das distribuições de freqüências ou número de observações de resíduos para as análises de três e um fator respectivamente.

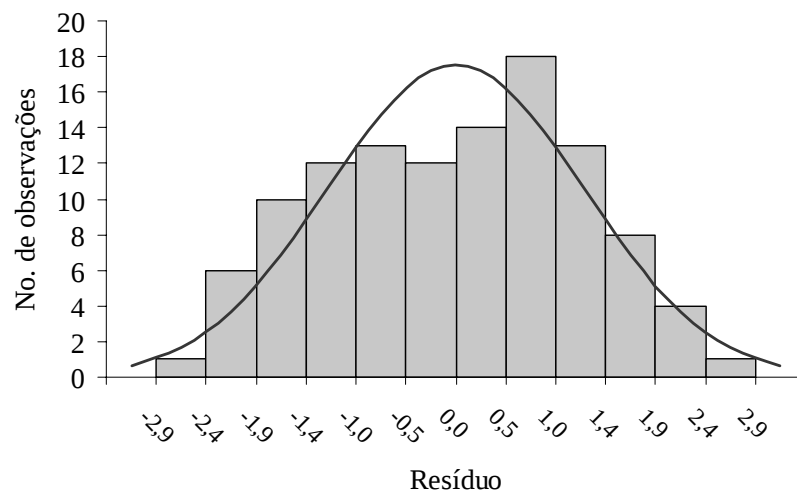


Figura 1 – Histograma de freqüências dos resíduos relativos à análise de variância de três fatores: *tratamento*, *termociclagem* e *condicionador* na liga Co-Cr (a linha cheia representa os valores esperados para uma distribuição normal).

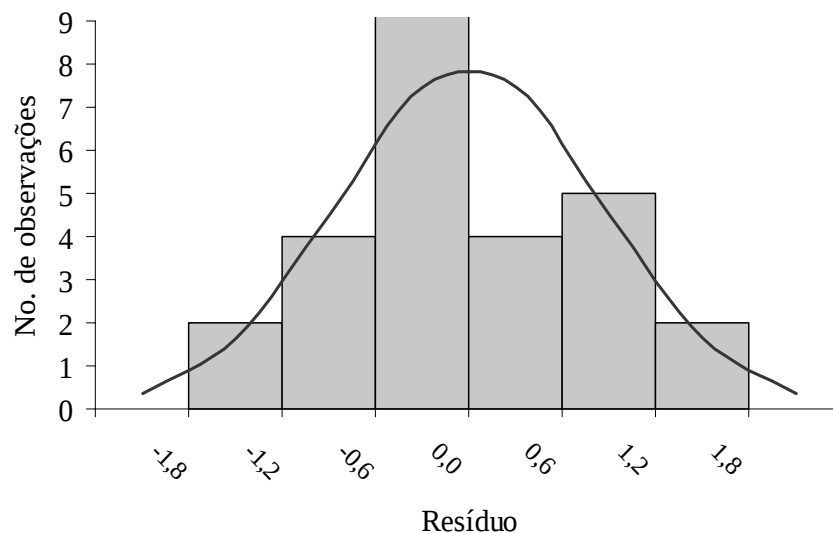


Figura 2 - Histograma de freqüências dos resíduos relativos à análise de variância do fator *condicionador* no tratamento com apenas polimento na liga Co-Cr (a linha cheia representa os valores esperados para uma distribuição normal).

APÊNDICE E: Resultados obtidos para o Ti Cp

Tabela 1 - Medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos utilizando-se os condicionadores sobre a superfície polida do Ti Cp e submetidos à condição T0.

Condicionadores			
MPP	OP	S	TL
1,4	1,7	2,2	1,1
1,9	1,1	1,0	0,7
1,2	1,8	2,5	2,3
0,5	1,6	2,0	0,9
0,5	3,7	2,5	1,6
2,5	1,9	0,6	1,7
1,3	1,8	2,9	3,4

Observação: Mesmo tendo sido constituídos dois grupos (T0 e T1) para a superfície polida, todos os corpos-de-prova, ao final dos ciclos térmicos (T1), apresentaram-se com o revestimento estético separado do metal, ou seja, sem valores de tensão de cisalhamento.

Tabela 2 - Medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos utilizando-se os condicionadores sobre a superfície do Ti Cp jateado com partículas de Al_2O_3 de 50 μm e submetidos às condições T0 e T1.

Condicionadores					
Termociclagem	OD	MPP	OP	S	TL
T0	3,3	8,3	10,0	9,1	6,7
	4,4	7,2	6,1	11,5	6,9
	3,4	5,9	11,2	8,8	10,6
	3,0	7,2	9,7	8,6	9,4
	3,1	7,3	5,7	7,5	9,5
	3,5	7,3	7,1	10,5	7,9
	3,4	6,6	10,8	10,8	7,1
T1	5,6	6,0	8,3	7,3	9,6
	6,0	5,0	12,3	6,9	8,5
	4,3	5,1	11,9	6,6	7,3
	4,7	7,3	10,9	9,2	9,8
	4,1	5,2	7,5	6,7	7,9
	4,6	8,0	9,1	6,8	8,3
	4,6	6,5	8,3	8,1	7,8

Tabela 3 - Medidas de tensão de cisalhamento, em MPa, para os corpos-de-prova obtidos utilizando-se os condicionadores sobre a superfície do Ti Cp jateado com partículas de Al_2O_3 de 250 μm e submetidos às condições T0 e T1.

Termociclagem	Condicionadores				
	OD	MPP	OP	S	TL
T0	5,5	10,5	12,6	9,9	10,2
	4,6	7,1	9,5	8,5	12,1
	5,8	8,5	13,4	9,1	12,8
	9,0	12,5	12,8	10,1	15,9
	10,0	11,2	9,5	8,8	15,7
	6,7	7,8	11,4	10,6	11,7
	5,8	9,4	15,1	10,7	11,0
T1	9,2	9,6	12,6	10,4	13,9
	8,2	9,0	15,7	11,9	10,0
	6,4	9,7	14,5	11,2	10,1
	7,9	9,1	15,4	10,4	10,1
	9,6	10,2	14,9	10,8	12,8
	8,0	10,2	11,2	9,2	12,2
	8,2	11,3	16,5	11,2	14,2

APÊNDICE F: Gráficos das distribuições de freqüências ou número de observações de resíduos para as análises de três e um fator respectivamente.

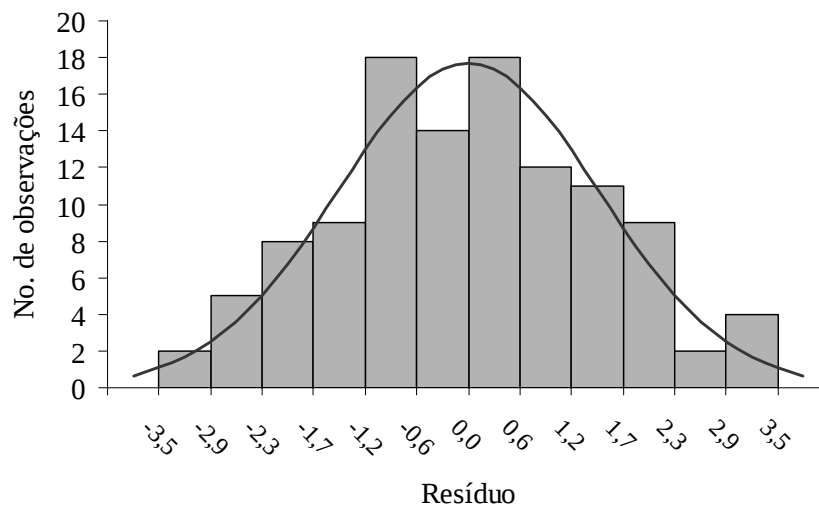


Figura 1 – Histograma de freqüências dos resíduos relativos à análise de variância de três fatores: *tratamento*, *termociclagem* e *condicionador* para o Ti-Cp (a linha cheia representa os valores esperados para uma distribuição normal).

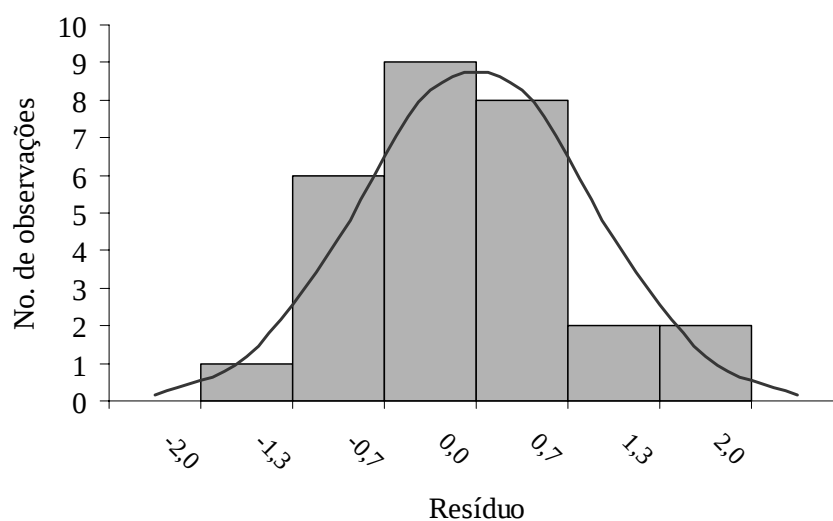


Figura 2 - Histograma de freqüências dos resíduos relativos à análise de variância do fator *condicionador* no tratamento com apenas polimento para o Ti-Cp (a linha cheia representa os valores esperados para uma distribuição normal).

APÊNDICE G: Monômeros funcionais

A seguir são apresentados alguns exemplos de monômeros funcionais, indicação, sigla, princípio ativo, marca comercial e fabricante (quando possível).

Monômeros derivados do ácido fosfórico e indicados para ligas básicas

MDP: *10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate* (Cesead Opaque Primer, Kuraray, Japan) ou (Panavia EX, Kuraray, Japan) ou (Panavia 21 OP) ou (Targis Link, Ivoclar)

MP: *methacrylate-phosphate* (Eye Sight Opaque Primer, Kanebo, Japan)

M10PS: *10-methacryloyloxydecyl dihydrogen thiophosphate*

Monômeros derivados do ácido carboxílico e indicados para ligas básicas

BPDM: *adduct of 2-hydroxyethyl methacrylate and 3,4,4',5'-biphenyl tetracarboxylic anhydride* (All-Bond 2 Primer B, Bisco, USA)

MAC-10: *11-methacryloyloxyundecan-1,1-dicarboxylic acid* (MR Bond, Tokuyama America, USA)

4- META: *4- methacryloxyethyl trimellitate anhydride* (Metadent, Sun Medical, Japan) ou (Meta Base M, Sun Medical, Japan) ou (Super-Bond C

& B Opaque Ivory, Sun Medical, Japan) ou (Metafast Bonding Liner, Sun Medical, Japan)

4-AET: *4-acryloyloxyethyl trimellitate* (Acryl Bond, Shofu, Japan) ou (Metal Photo Primer, Shofu, Japan)

Monômeros derivados sulfúricos indicados para ligas nobres

EP3MA: *4,5-epithiopentyl methacrylate*

EP8MA: *9,10-epithiodecyl methacrylate* (Kanebo, Japan)

MEPS: *methacryloyloxyalkyl thiophosphate derivatives* (Metal Primer II, GC, Japan)

VBATDT: *6-(4-vinylbenzyl-n-propyl)amino-1,3,5-triazine-2,4-dithiol* (V-Primer, Sun Medical, Japan)

MDP + VBATDT: (Alloy Primer, Kuraray, Japan)

MTU-6: *6-methacryloyloxyhexyl-2-thiouracil-5-carboxylate* (Metalite, Tokuyama, Japan)