



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"**  
Campus de São José dos Campos  
Faculdade de Odontologia

**CAROLINA DA SILVA MACHADO MARTINELLI**

**EFEITO DE TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE NA  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE UMA LIGA DE COBALTO -  
CROMO E UMA RESINA ACRÍLICA TERMICAMENTE  
ATIVADA**



2012

**CAROLINA DA SILVA MACHADO MARTINELLI**

**EFEITO DE TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE NA  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE UMA LIGA DE COBALTO-CROMO E  
UMA RESINA ACRÍLICA TERMICAMENTE  
ATIVADA**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Adjunto Estevão Tomomitsu Kimpara

São José dos Campos

2012

**BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Adjunto Estevão Tomomitsu Kimpara**

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos

**UNESP – Univ Estadual Paulista**

**Prof. Adjunto Paulo Seraidarian**

Instituto de Odontologia

**PUC – Pontifícia Universitária Católica**

**Prof<sup>a</sup>. Adjunta Rosilene Fernandes da Rocha**

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos

**UNESP – Univ Estadual Paulista**

São José dos Campos, 06 de fevereiro de 2012.

## ***Dedicatória***

*Aos meus pais Luís Carlos (in memoriam) e Isabel Cristina, a minha irmã Débora, razões da minha vida, parte do meu sonho, por todo carinho e por todo amor.*

*A vocês meu amor eterno!*

# *Agradecimentos*

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, na pessoa do diretor Prof. Dr. Carlos Augusto Pavanelli.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do estado de São Paulo – FAPESP, pelo apoio financeiro concedido por meio de bolsa de mestrado e auxílio à pesquisa (processos: 2010/14460-5 e 2011/03413-9).

Ao Programa de Pós Graduação em Odontologia Restauradora, coordenado pela Prof<sup>a</sup>. Titula Márcia Carneiro Valera Garakis.

Aos professores do Programa de Pós Graduação em Odontologia Restauradora pela contribuição em minha formação acadêmica e científica.

Aos professores do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, na pessoa do chefe de departamento Prof. Dr. Tarcísio José de Arruda Paes Junior.

Aos funcionários Juliana, Marcos Vestalli, Fernando, Reginaldo e Marcos, sem os quais seria impossível desempenhar qualquer trabalho.

Aos professores das disciplinas de Materiais Dentários e Prótese Total: Estevão Tomomitsu Kimpara, Sigmar de Melo Rode, Tarcísio José de Arruda Paes Junior, Alexandre Luiz Souto Borges, Rubens Nisie Tango, Paula Carolina de Paula Komori, Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra, por todo conhecimento transmitido, por toda disponibilidade e auxílio para execução deste trabalho, pela convivência extremamente agradável.

Às secretárias da secção de Pós Graduação, Rosemary de Fátima Salgado Pereira, Erena Michie Hasegawa e Bruno Shiguemitsu M. Tanaka por toda atenção prestada.

# *Agradecimentos Especiais*

A minha mãe por toda sua dedicação, carinho e companheirismo, sem sua doação incondicional eu nada seria e nada teríamos conquistado. Obrigada por tudo sempre, por ter sido sempre meu norte, meu exemplo e minha inspiração! Te amo!

Ao meu pai, aquele ao qual a palavra saudade não é o suficiente para expressar a falta e o carinho que sinto. Aquele que de alguma forma permanece em minha vida, a quem deixou em mim parte de si e levou consigo parte de mim! Te Amo!

A minha irmã por toda paciência, carinho e cumplicidade... pelas preocupações e pelos sonhos divididos. Você é infinitamente especial pra mim! Te amo!

Ao meu namorado, por toda atenção, carinho e paciência. Ainda que estas três palavrinhas não descrevam o quanto você completa minha vida! Por ter me acompanhado nas conquistas e superações diárias. Por ser um companheiro dedicado, um amigo fiel e um namorado amoroso. Obrigada por respeitar meus sonhos me apoiar e torna-los seus também! Te amo Querido!

Aos meus tios Marcelo e Ana Cláudia, e aos meus primos Vinícius e Vitória, por serem tão presentes em nossas vidas, por toda afeição, proteção, solicitude e amizade. Obrigada por todo carinho e todo apoio sempre! Amo vocês!

Ao meu tio Walter, obrigada por me apoiar e me incentivar sempre. Seu carinho e sua atenção são ímpares na minha vida serei sempre grata a tudo que você fez e faz por mim. Te amo!

A toda minha família, meus tios, primos por nossa convivência sempre tão agradável. Pelos sonhos e esperanças

compartilhados. Vocês sempre serão uma parte importante de mim, sem vocês eu nada seria. Amo vocês!

Ao meu orientador Prof. Estevão, por todo seu auxílio para elaboração deste trabalho. Algumas pessoas são nossa inspiração profissional, para mim o senhor é esta pessoa, por seu carinho, respeito e dedicação aos pacientes, além de seu comprometimento com a ciência; pelo cuidado e atenção que tem aos assuntos da universidade, pela dedicação e comprometimento que tem à unidade. Seria ainda impossível não admirá-lo pessoalmente, por sua generosidade e atenção ao próximo. Sou grata por fazer parte de sua equipe, por sua amizade, por todo conhecimento transmitido e pelos desafios propostos e por confiar em minha capacidade e dedicação!

À Fernanda, Flávia, tia Roseli e tio Luis amigos queridos e minha segunda família, que mesmo longe são tão presentes em minha vida dividindo os momentos felizes e principalmente os momentos tristes. Amo vocês infinito!

Às minhas amigas:

A vida nos apresenta milhares de pessoas e cada uma delas vem cumprir um papel conosco. Todas ficam em nossa memória, nos nossos hábitos, nas nossas fotos, nos nossos guardados e no meio de tudo que se sentimos de felicidade ou de dor. Eu tenho saudade de todas as amigas que já tive na vida, tenho saudades de mim mesma quando me lembro delas... Há aquela amiga desbocada que se mete em situações incríveis e faz você rir muito (Naty). Tem aquela outra que é chorona (Nanda). Aquela para quem você conta absolutamente tudo, sente que foi entendida e sai aliviada (Rô). Aquela que te dá broncas, que não tem vergonha de dizer que te ama e ainda te apresenta o melhor cara (Gabe), aquela que passa com você o momento mais difícil da sua vida, que te abraçou em silêncio e sentiu você chorar, que se esforça para estar sempre presente e liga sempre que possível

(Fer e Flá). Tem também aquela que apóia as suas loucuras (Glau). Aquela que parece sua mãe e vive para te dar conselho, que às vezes te irrita, mas você não consegue imaginar a vida sem ela (Mayra). Tem também aquela por quem você sente um carinho enorme desde a primeira vez que viu (Van). Aquela que adora sair, viajar e cozinhar juntas, e que sem querer acaba dormindo (Fran). Aquela que você admira muito (Nídia). Aquela que faz um esforço ímpar para te ajudar (Carol). Aquela que se preocupa com você e te faz seguir em frente (Li e Ju). Aquela que te surpreende nas apresentações e discussões e te atualiza das novelas nos intervalos das aulas (Fê). Aquela que presenciou o maior mico, segura seu braço quando você tropeça ou quando vai atravessar a rua sem olhar, que defende você de tudo e de todos (Dé). Aquela que era a mais chegada, mas some (Ju). Todas vocês são fundamentais em minha vida! Meu mundo é melhor porque vocês existem!!!

À Gabee amiga querida e companheira de sempre. Sem seu empenho e dedicação talvez o mestrado não fosse uma para mim. Se hoje esta etapa está se concretizando devo muito a você que me apoiou e incentivou tanto! Obrigada por sua amizade! Te amo!

À Natália e Roberta, o destino deu uma forcinha e nos uniu colocando-nos na mesma turma de graduação o resto, bom o resto é o que construímos diariamente. Amizade está além de empatia ou desejos em comum. Nossa amizade é baseada em carinho respeito, admiração tudo resumido em querer se bem. Desejo que a nossa amizade dure infinito, pois com vocês consigo enxergar o melhor lado das situações, me divirto mais e sou muito mais feliz! Amo vocês!

À Gláucia, amiga tão querida, pessoa tão especial! Seu apoio foi extremamente importante para que eu optasse pela vida acadêmica. Obrigada por ser tão presente em minha vida e por ser tão dedicada! Te desejo todo sucesso do mundo! Te amo!

À Fernanda e Nídia, vocês fizeram parte de meu crescimento pessoal e principalmente profissional durante a graduação. Foi muito especial e divertido aprender ao lado de vocês pessoas que tanto admiro e respeito. Parte do meu desejo acadêmico vem de vocês que tanto me incentivaram. Desejo muito sucesso a vocês! Amo vocês!

A Mayra, por ter se tornado uma amiga tão querida! Pessoa ímpar e essencial! Te amo pela pessoa sensacional que você é e por tudo que me ajudou a ser! Sem você não teria sido tão proveitoso e por vezes divertido! Obrigada por tudo sempre! *"Fácil é ser colega, fazer companhia a alguém, dizer o que ele deseja ouvir. Difícil é ser amigo para todas as horas e dizer sempre a verdade quando for preciso. E com confiança no que diz."* – Carlos Drummond de Andrade.

Aos meu novos amigos Jussara, Filipe, Francine, Guilherme, a vida nos aproximou e os bons momentos nos uniram. Toda a energia positiva de vocês foi fundamental para que a minha vida profissional fosse mais leve e menos estressante! Vocês são SENSACIONAIS! Juntos brilhamos muito! Obrigada!!!

Aos meus colegas da turma de mestrado Alecsandro Moura, Anelyse Arata, Anna Karina Costa, Caroline Cotes, Fernanda Campos, Pedro Corazza e Sâmia Cavalcanti, por toda convivência e por contribuírem com meu crescimento acadêmico e científico.

Aos meus colegas de pós graduação: Mayra Cardoso, Vanessa Macedo, Marina Amaral, Lillian Anami, Julia Magalhães, Sabrina Feitosa, Paula Benetti, Suzana Marocho, Flávia Zardo, Regina Amaral, Marília Hippe, Lucas Hian, César Bergoli, Humberto Lago, Gabriel Portela, Vivian Mayumi, Fernanda Papaiz, Ana Carolina de Oliveira, Rodrigo, Anderson, pela nossa agradável convivência, por nossa troca de experiência e por todo carinho. Parte do que sou hoje, pessoalmente e cientificamente devo a vocês.

Aos alunos de iniciação científica Nathália, Gabriela, Julio, Felipe e Fernanda, por nossa troca de experiência e convívio tão

agradável. Espero que vocês despertem para a vida científica pois a busca continua por conhecimento nos torna pessoas melhores.

Aos meus amigos da 52ª turma por todos os anos de convivência da graduação e momentos ainda hoje compartilhados. Cada um de vocês foi e é extremamente importante para minha vida e minha formação. A todos os meus amigos de faculdade, pois sem vocês a graduação não teria sido tão especial. Aos meus novos amigos de faculdade obrigada por fazerem parte da minha vida de forma tão intensa.

Aos alunos do PreVest, obrigada pela troca de experiências e por todo carinho. Torço muito por vocês espero que vocês conquistem o mundo que vocês sonharam pois vocês se dedicaram muito e estão preparados para esta nova fase de suas vidas! Foi muito gratificante estar ao lado de vocês e ajuda-los a tornar seus sonhos realidade!

E a todos que, neste período da minha vida, contribuíram de alguma forma com minha formação como pessoa e também na execução deste trabalho, minha sincera gratidão.

*“Eterno, é tudo aquilo que dura uma fração de segundo,  
mas com tamanha intensidade, que se petrifica, e nenhuma  
força jamais o resgata.”*

*Carlos Drummond de Andrade*

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS</b> .....	13
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS</b> .....	18
<b>RESUMO</b> .....	21
<b>ABSTRACT</b> .....	22
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	23
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	26
<b>2.1 Ligas Metálicas</b> .....	26
<b>2.2 Tratamento de Superfície</b> .....	29
<b>2.3 Envelhecimento dos Espécimes</b> .....	39
<b>2.4 Resistência ao Cisalhamento</b> .....	41
<b>3 PROPOSIÇÃO</b> .....	43
<b>4 MATERIAL E MÉTODO</b> .....	44
<b>4.1 Material</b> .....	44
<b>4.2 Método</b> .....	45
4.2.1 Estrutura metálica.....	46
4.2.2 Tratamento da superfície metálica.....	50
4.2.3 Acrilização sobre a superfície metálica .....	54
4.2.4 Armazenamento e envelhecimento dos espécimes .....	59
4.2.5 Ensaio Mecânico – Teste Cisalhamento .....	60
<b>5 RESULTADOS</b> .....	62
<b>5.1 Rugosidade</b> .....	62
5.1.1 Análise em Microscópio Eletrônico de Varredura.....	62
5.1.2 Padrões obtidos em rugosímetro .....	66
5.1.3 Análise de alteração percentual.....	67
<b>5.2 Resistência de União</b> .....	69

<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	79
<b>7 CONCLUSÃO</b> .....	89
<b>8 REFERÊNCIA*</b> .....	90
<b>ANEXO A</b> - Resultados do teste de resistência de união .....	97
<b>ANEXO B</b> – Modelos: análise em elementos finitos. ....	98

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Imagens obtidas em MEV e Perfilômetro de diferentes procedimentos de jateamento variando os fatores: partícula, pressão, e distância, angulação e tempo constantes. A) 45 µm/ 3 Bar; B) 45 µm/ 2,8 Bar; C) 110 µm/ 3 Bar; D) 110 µm/ 2,8 Bar.....	33
Figura 2 - Desenho esquemático da hipotética interação química entre 10-MDDT e 6-MHPA e a superfície de um metal não precioso.....	36
Figura 3 - Desenho esquemático dos espécimes e suas dimensões finais. ....	45
Figura 4 - Desenho esquemático do dispositivo de enceramento. Parte A, molde metálico. Parte B, êmbolo metálico.....	46
Figura 5 - A) Matriz metálica para enceramento. B) Enceramento do espécime.....	48
Figura 6 - A) Espécimes fixados ao conduto de alimentação. B) Pesagem, em balança de precisão, dos espécimes fixados no conduto de alimentação.....	48
Figura 7 - Sequência de fundição dos espécimes. A) Fundição da liga com maçarico. B) Remoção do cilindro de revestimento. C) Espécimes fundidos. ....	48

Figura 8 - Dispositivo para jateamento desenvolvido por Amaral et al., 2008, com o microjateador posicionado.....	51
Figura 9 - Padrão de rugosidade, calibragem do aparelho. ....	52
Figura 10 - A) Dimensões do padrão metálico. B) Dispositivo usinado. ..	56
Figura 11 - Sequência de dupla moldagem de passo único, para confecção dos moldes para inclusão em mufla. ....	56
Figura 12 - A) Dimensões do padrão para confecção das pastilhas em resina. ....	57
Figura 13 - Delineamento dos grupos.....	59
Figura 14 - A) Dispositivo de cisalhamento; B) Ensaio mecânico vistas lateral e frontal. ....	61
Figura 15 - Micrografia da superfície metálica: à esquerda, pós fundição; à direita após polimento. ....	63
Figura 16 - Mapeamento de microanálise por EDS da superfície do espécime após fundição. ....	63
Figura 17 - – Mapeamento de microanálise por EDS da superfície do espécime após polimento. ....	63
Figura 18 - Espectro de microanálise por EDS da superfície de espécime após fundição.....	64
Figura 19 - Espectro de microanálise por EDS da superfície de espécime após polimento.....	64
Figura 20 - Micrografia do espécime após jateamento. ....	65

Figura 21 - Mapeamento de microanálise por EDS da superfície do espécime após jateamento. ....	65
Figura 22 - Espectro de microanálise por EDS da superfície de espécime após polimento.....	66
Figura 23 - Análise em rugosímetro de espécimes: A) Polido; B) Após jateamento. ....	66
Figura 24 - Dispersão de normalidade do parâmetro Ra. ....	67
Figura 25 - Dispersão de normalidade do parâmetro Rq. ....	68
Figura 26 - Dispersão de normalidade do parâmetro Rz. ....	68
Figura 27 - Gráfico de médias e desvio padrão. ....	70
Figura 28 - Gráfico Box Plot.....	71
Figura 29 - Gráfico de distribuição ao redor da média.....	71
Figura 30 - Gráfico de pontos ao redor da média. ....	72
Figura 31 - Gráfico de normalidade de distribuição das médias de resistência de união. ....	72
Figura 32 - Gráfico de resíduos. ....	73
Figura 33 - Gráfico de interação da armazenagem com o tratamento de superfície. ....	74
Figura 34 - Gráfico de interação do tratamento de superfície com a armazenagem. ....	75

## LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Sequência de queima recomendada – Wash Opaque Vita VM®13.....	53
Quadro 2 - Sequência de queima recomendada – Opaque Vita VM®13.	53
Tabela 1 - Protocolos de jateamento citados na literatura.....	32
Tabela 2 - Materiais utilizados, nome comercial, características, composição e fabricantes. ....	44
Tabela 3 - Valores médios percentuais de rugosidade (Ra, Rz e Rq), dos materiais estudados. ....	67
Tabela 4 - Média e D.P. - Tratamento de Superfície – grupo Controle. ....	69
Tabela 5 - Média e D.P. - Tratamento de Superfície: grupo Opaco. ....	69
Tabela 6 - Média e D.P. - Tratamento de Superfície: grupo Primer. ....	69
Tabela 7 - Média e D.P. - Tratamento de Superfície: grupo Primer e Opaco. ....	70
Tabela 8 - Estatística descritiva. ....	73
Tabela 9 - Teste não paramétrico Kruskal- Wallis. ....	76
Tabela 10 - Comparação dos tipos de envelhecimento para o fator Primer. ....	76

Tabela 11 - Comparação dos tipos de envelhecimento para o fator Primer e Opaco. ....	77
Tabela 12 - Comparação dos tratamentos de superfície para o fator armazenagem. ....	77
Tabela 13 - Comparação dos tratamentos de superfície para o fator ciclagem mecânica. ....	77
Tabela 14 - Comparação dos tratamentos de superfície para o fator ciclagem térmica. ....	78

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

° = graus

°C = graus Celsius

µm = micrômetro

wt% = porcentagem em peso

ρ = densidade

∅ = diâmetro

10-MDDT = 10-methacryloyloxydecyl 6,8-dithiooctanoate

12-MDDDT= 12-methacryloyloxydodecyl 6,8-dithiooctanoate

2-MEDT = 2-methacryloyloxyethyl 6,8-dithiooctanoate

4-META = 4-methacryloyloxyethyl trimellitate anhydride

6-MHDT = 6-methacryloyloxyhexyl 6,8-dithiooctanoate

6-MHPA = 6-methacryloyloxyhexyl 3-phosphonopropionate

Ag = prata

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = óxido de alumínio

Au = ouro

Bar = unidade de pressão

Be = berílio

sic = segundo informações cedidas

Co = cobalto

cp = corpo de prova

Cr = cromo

Cu = cobre

EDS = espectroscopia de análise retroespalhada

FEA = análise por elementos finitos

g = grama

g/cm<sup>3</sup> = unidade de pressão

h = altura

Hz = Hertz

IRA = espectroscopia infravermelho

Kgf = quilograma força

kV = quilo Volts

Lbs/pol<sup>2</sup> = unidade de pressão

M10P - 10-methacryloyloxydecyl diidrogenio fosfatado

MAA = monômero ácido adesivo

Mash = unidade de medida para partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

MDP = 10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate

MEV = microscópio eletrônico de varredura

ml = mililitro

mm = milímetro

mm<sup>2</sup> = milímetro quadrado

MMA = metilmetacrilato

MO = microscópio óptico

Mo = molibidênio

MPa = Mega Paschal

N = Newtons

Nd: YAG = laser de argônio de baixa frequência

Ni = níquel

PMMA = poli metilmetacrilato

PPF = prótese parcial fixa

PPR = prótese parcial removível

Pt = platina

Ra = rugosidade média

RAAQ = resina acrílica ativada quimicamente

RAAT = resina acrílica ativada termicamente

RMS = *root mean square*

rpm = rotações por minuto

Rq = desvio médio quadrático

Rz = rugosidade média aritmética

s = segundos

SERS = espectroscopia Raman

SiC = Óxido de Sílica

Ti = titânio

Ti CP = titânio comercialmente puro

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

W = vanádio

Martinelli CSM. Efeito de tratamento de superfície na resistência de união de uma liga de Cobalto - Cromo e uma resina acrílica termicamente ativada [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2012.

## RESUMO

A proposta deste estudo foi avaliar (1) a influência da rugosidade superficial e diferentes métodos de tratamento de superfície, na resistência de união da interface liga de Co-Cr/ RAAT; (2) a influência de diferentes métodos de envelhecimento na resistência de união da interface liga de Co-Cr/ RAAT, submetida a diferentes métodos de tratamento de superfície. Foram confeccionados 120 espécimes metálicos, em liga de Co-Cr. A superfície menor dos espécimes ( $\varnothing=7\text{mm}$ ) foi regularizada e submetida a análise em M.O., rugosímetro e análise superficial qualitativa em MEV e quantificação de óxidos em EDS. Foi realizado o protocolo de jateamento ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), em sequência, análise em M.O., rugosímetro, MEV e EDS. Os espécimes foram divididos aleatoriamente em quatro grupos ( $n=30$ ): C – controle; P – primer para metal; O – opaco cerâmico; PO – primer e opaco. Após inclusão em mufla os espécimes foram acrilizados em ciclo curto de polimerização. Após desinclusão os espécimes foram subdivididos em três grupos ( $n=10$ ): armazenagem em água (A), ciclagem mecânica (CM) e ciclagem térmica (CT). Foi realizado o teste de resistência ao cisalhamento (100 Kgf – 0,5mm/min). Os resultados obtidos foram submetidos à análise estatística de alteração percentual e testes não paramétricos Kruskal-Wallis e Dunnet. Os postos médios obtidos foram: PA 103.75<sup>A</sup>; PT 99.70<sup>A</sup>; POA 86.150<sup>AB</sup>; OA 71.250<sup>ABC</sup>; OCT 77.50<sup>ABC</sup>; POCM 74.85<sup>ABC</sup>; OCM 70.55<sup>ABC</sup>; CA 44.70<sup>BCD</sup>; POCT 42.950<sup>BCD</sup>; PCM 25.60<sup>CD</sup>; CCT 14.50<sup>D</sup>; CCM 14.50<sup>D</sup>. A microrretenção mecânica não é um método efetivo para união liga de Co-Cr/ RAAT, sendo a abordagem combinada (jateamento + tratamento de superfície) mais eficiente implicando em melhores resultados de resistência de união para esta interface. Os métodos de envelhecimento influenciaram negativamente a resistência de união dos grupos C, P e PO.

Palavras - Chave: Resistência ao cisalhamento. Propriedades de Superfície. Materiais Dentários. Ligas de Cromo.

*Martinelli CSM. Effects of the surface treatment in the shear bond strength in a Cobalt-Chrome alloy and heat-cured acrylic resin [dissertation]. São José dos Campos: School of Dentistry of São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2012.*

## **ABSTRACT**

*The propose of this study was to (1) evaluate the influence of surface roughness and the different chemical treatment method for surface treatment in the shear bond strength on the interface for the Co-Cr alloy/RAAT; (2) the influence of different aging methods in the shear bond strength on the interface for the Co-Cr alloy/RAAT, submitted to different methods of surface treatment. 120 specimens of Co-Cr were obtained. The smaller surface ( $\varnothing$ : 7 mm) was regularized and analyzed in optical microscopy (OP), roughness and MEV. The elements were quantified by EDS. The sandblasting protocol ( $Al_2O_3$ ) was done followed by further MO, roughness, MEV and EDS analysis. The specimens were randomly divided into four groups ( $n = 30$ ): C- control; P – metal primer; O – ceramic opaque; and PO – primer and opaque. After flask inclusion the specimens were acrilized in short polymerization cycle. The specimens were deflasked and subdivided in tree groups ( $n = 10$ ): water storage (A), mechanical cycling (CM) and thermic cycling. Shear bond strength test (100 kgf – 0,5 mm/ min) was performed, and data were statistical analyzed with altered percentage, Kruskal-Wallis and Dunnet tests. The median values obtained were: PA 103.75<sup>A</sup>; PT 99.70<sup>A</sup>; POA 86.150<sup>AB</sup>; OA 71.250<sup>ABC</sup>; OCT 77.50<sup>ABC</sup>; POCM 74.85<sup>ABC</sup>; OCM 70.55<sup>ABC</sup>; CA 44.70<sup>BCD</sup>; POCT 42.950<sup>BCD</sup>; PCM 25.60<sup>CD</sup>; CCT 14.50<sup>D</sup>; CCM 14.50<sup>D</sup>. The mechanical micro-retention is not an effective method to union Co-Cr alloy/RAAT. Combined method (sandblasting + surface treatment) was the most efficient resulting in greatest values of shear bond strength. Aging methods negatively influenced in the bonding strength of the C, P and PO groups.*

*Keywords: Shear bond strength. Surface properties. Dental materials. Chrome alloy.*

## 1 INTRODUÇÃO

Em pleno século XXI percebe-se grande engajamento dos cirurgiões-dentistas em campanhas de saúde bucal voltadas à prevenção. No entanto, os tratamentos reabilitadores ainda são extremamente necessários. Muitos pacientes buscam tratamentos reabilitadores que utilizem implantes como forma de retenção e suporte de próteses fixas e protocolos.

Dessa forma questões que pareciam solucionadas passaram a exigir maior atenção afim de que o sucesso clínico destes tratamentos seja garantido. Um exemplo é o uso de ligas metálicas associadas à resina acrílica termicamente ativada (RAAT). Apesar de sua ampla utilização em próteses parciais removíveis, o desempenho da associação destes materiais em próteses sobre implantes tipo protocolo, onde a solicitação da interface liga metálica/RAAT é maior, é pouco conhecido.

Em próteses *overdenture*, independente do sistema escolhido, é necessário que a resistência de união da interface metal/resina seja tal que não provoque fratura do aparelho protético ou o descolamento do dispositivo metálico unido à base da prótese. Como estes materiais apresentam comportamentos distintos, a interface de união, nem sempre, apresenta o desempenho esperado influenciando negativamente sua longevidade clínica.

Entre outros aspectos, a diferença entre os coeficientes de expansão térmica da resina acrílica e do metal pode resultar

consequências indesejáveis como degradação da resina e falta de retenção (Anusavice et al., 2005; Yilmaz et al., 2011). A baixa adesão na interface do conjunto pode ser decorrente das tensões geradas pela contração de polimerização (Tanoue et al., 1998; Versluis et al., 1998; Krejci, Lutz, 1991), o que, clinicamente, pode resultar em fissuras na resina incorrendo em falha no conjunto e insucesso do tratamento.

Em próteses removíveis e fixas, a microinfiltração pode causar falha prematura do conjunto, assim, ainda que não ocorra falha catastrófica, as falhas na interface adesiva são críticas por serem porta para colonização bacteriana. (Yamauchi et al., 1988; May et al., 1993; Kern, Thompson, 1995; Fujishima et al., 1995; Yoshida et al., 1997; Barclay et al., 2007; Yilmaz et al., 2011).

Uma possível razão para baixa adesividade entre estes materiais é a formação de uma fina camada de óxido na superfície do metal, tornando a união química entre óxido metálico e resina bastante frágil. Com o objetivo de aumentar a molhabilidade do metal, controlar a formação de óxidos em sua superfície e melhorar a resistência de união entre metal/resina, diversos estudos têm sido conduzidos empregando-se recursos químicos e mecânicos que otimizem a união entre estes materiais (Kim et al., 2003; Almilhatti et al., 2005; Sarafinou et al., 2008; Almilhatti et al., 2009, Yilmaz et al., 2011).

Dentre os tratamentos mais utilizados podemos citar: pré-oxidação do metal, aplicação de agentes de união, jateamento, retenções mecânicas (Anusavice et al., 1977; Daftary, Donovan, 1986; Wu et al., 1991; Wagner, Asgar, 1993; Ibrahim, 1995; Graham et al., 1999, Jóias, et al., 2008) e mais recentemente alguns autores, como Kim, Cho, 2009; Yilmaz et al., 2011, apresentam resultados otimistas de união de ligas metálicas à resina acrílica, quando da irradiação da superfície metálica com laser Nd: YAG.

Neste estudo foram utilizados recursos mecânicos e químicos de retenção, segundo a literatura, o uso combinado destes recursos apresenta resultados superiores de resistência de união, superando estatisticamente o seu uso isolado (Anusavice et al., 2005). A aplicação de condicionadores de metal tem sido estudada por diversos autores (Kern, Thompson, 1995; Almilhatti et al., 2005; Barclay et al., 2007; Almilhatti et al., 2009) no entanto, a resistência de união alcançada é extremamente baixa ao compararmos os procedimentos adotados aos realizados com metal/cerâmica (Saraçoğlu et al., 2004).

Em aparelhos protéticos, a interface liga metálica/ RAAT apresenta relativo sucesso clínico, em parte devido a retenções mecânicas, entretanto, as evidências existentes a respeito da união desta interface indicam que a técnica com melhor previsibilidade ainda não foi determinada. Por esta razão é necessário que os procedimentos de união sejam extremamente explorados por meio de estudos “*in vitro*” e de longo prazo, visando sua melhor compreensão, identificando materiais e técnicas com melhor aplicabilidade clínica.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Ligas Metálicas

Em 1907 Elwood Haynes patenteou a liga *stellite*, composta por cobalto e cromo, inicialmente na proporção 90 a 75% de Co e 10 a 25% de Cr, mais tarde foram adicionados W e Mo, que aumentaram a dureza, a resistência e resistência à abrasão destas ligas (Roach, 2007). A liga *Vitallium* (Co-Cr-Mo) apresenta resistência superior quando em contato com os fluidos corporais e não tem efeito aos tecidos corporais adjacentes ou ao osso circundante (\*citado por Roach, 2007).

No mesmo ano (1907), Targget, relata utilização da técnica da cera perdida para fabricação de restaurações *inlay*. A técnica obteve sucesso imediato, sendo utilizada para a fundição de restaurações *inlay*, *onlay*, próteses unitárias, PPFs e infraestrutura para PPR. Targget utilizava ouro puro para fundição das restaurações, contudo estas não apresentavam propriedades mecânicas necessárias para a confecção de restaurações duráveis, assim foram adicionados, as ligas à base de ouro, os elementos como Co, Ag e Pt (Craig, Powers, 2004; Anusavice et al., 2005).

Na década de 30, foram introduzidas na Odontologia as ligas de metais básicos, sendo cada vez mais populares as formulações com Ni-Cr e Co-Cr, em substituição às ligas de ouro convencional tipo IV

---

\*Haynes E. Metal alloy. United States Patent Office. 1934;15: 745/873. apud Roach M. *Base metal alloys used for dental restorations and implants*. Dent Clin N Am 2007;51:603-27.

que eram utilizadas para a confecção de PPR. Em 1939, Strock relata a implantação de “*venable screws*”, confeccionados em liga de Co-Cr-Mo, resultando no primeiro implante metálico com crescimento ósseo circundante, no entanto estes implantes logo falharam (Anusavice et al., 2005; Roach, 2007).

Nas próximas décadas a utilização de ligas de Co-Cr para PPR continuou aumentando e em meados de 1950 estimava-se que a confecção de PPR em Co-Cr fosse cinco vezes maior que sua confecção em ouro (Lane, 1949\*\*, citado por Roach, 2007). Em 1970, devido ao alto custo dos metais nobres, a utilização das ligas básicas foi estimulada e extrapolada para confecção de outros tipos de restaurações além das PPR (Roach, 2007).

As ligas metálicas utilizadas em odontologia podem ser classificadas quanto ao uso, componente principal, nobreza, três elementos principais e sistema de fase dominante. Geralmente a classificação mais utilizada é quanto à nobreza (A.D.A., 1984): altamente nobre (AN); nobre (N) e predominantemente de metais básicos (PMB). A especificação da A.D.A determina que as ligas contenham: altamente nobres, 40‰\* ou mais de ouro ou 60‰ ou mais de ouro, irídio, ósmio, platina, ródio, rutênio e prata; nobre, 25‰ ou mais elementos nobre; não nobres ou básicas, menos 25‰ de elementos nobres. No entanto desde 1989, as ligas de fundição aprovadas pela ADA. podem ter qualquer composição desde que passem por teste de toxicidade, deslustre limite de escoamento e percentual de alongamento, com base nos resultados obtidos nestes testes, as ligas são classificadas de 1 a 4. Assim a utilização de metais puros em odontologia é muito limitada, já as ligas metálicas fundidas podem ser utilizadas na confecção de *coppings* (casquetes metálicos), subestruturas de restaurações metalocerâmicas,

---

\* ‰ - permilhagem: porção relativa a mil, número de partes do elemento em 1000 partes da liga.

\*\*Lane JR. *A survey of dental alloys*. J Am Dent Assoc.1949;39:414-37. *apud* Roach M. *Base metal alloys used for dental restorations and implants*. Dent Clin N Am 2007;51:603-27.

armação e PPR e infraestrutura de próteses implantorretidas do tipo *overdenture* (Anusavice et al., 2005).

As vantagens das ligas de metais básicos são: menor densidade, menor módulo de elasticidade e menor custo, além de possuírem características comuns a outras ligas como: biocompatibilidade aos tecidos orais e fusibilidade, e quando associadas a outros elementos, resistência à corrosão e ao deslustre.

Em ligas de Co-Cr, Herö et al., 1984 e Craig, Powers, 2004, concordam que o componente chave para estas ligas é o Cr devido sua resistência ao manchamento e corrosão, no entanto quando a quantidade de Cr é igual ou superior a 30% do conteúdo total da liga, resulta em maior dificuldade de fundição da liga devido a formação da fase  $\sigma$ , que fragiliza a liga. O Co eleva o módulo de elasticidade e a resistência da liga em relação ao Ni. Já o W aumenta a resistência à corrosão da liga e diminui ou esgota a quantidade Cr nas áreas intermetálicas. O Mo atua diminuindo o coeficiente de expansão térmica e contribui aumentando a resistência à corrosão.

As ligas básicas de Ni-Cr podem provocar hipersensibilidade devido ao potencial alérgico do Ni e Be. A utilização de Ni e Be está prestes a ser eliminado devido a preocupações com o potencial antigênico destes elementos, sendo a liga de escolha Co-Cr (Mair, Padipatvuthikul, 2008). Estudos sugerem que pacientes não apresentaram reação de sensibilidade às ligas de Co-Cr (Wiltshire et al., 1996).

Em 2008, Jóias et al., avaliaram a resistência de união liga metálica/ cerâmica utilizando cinco ligas metálica sendo, uma áurica, para controle, e as outras ligas de Co-Cr (IPS d.SIGN 20, IPS d.SIGN 30, Remanium 2000, Heranium P, e Wirobond C). Os espécimes foram fundidos e jateados, a cerâmica foi aplicada e coccionada seguindo as

instruções do fabricante. Os espécimes foram submetidos ao ensaio de cisalhamento. Os autores puderam concluir que as ligas utilizadas não influenciaram a resistência de união à cerâmica.

Embora o uso de materiais fundidos tenha diminuído nos últimos anos, em virtude do aumento da procura por materiais mais estéticos do que duráveis, em PPFs unitárias as restaurações metálicas ou com a infraestrutura metálica apresentam maior longevidade clínica principalmente quando utilizadas em dentes posteriores (Anusavice et al., 2005). Atualmente ligas metálicas de Co-Cr, além das utilizações relatadas, são aplicadas na confecção de barras em próteses *overdentures* e infraestrutura de implantes unitários ou múltiplos.

## 2.2 Tratamento de Superfície

Após a fundição dos espécimes é necessário remover as peças metálicas do revestimento, este procedimento é complexo devido à alta dureza do revestimento que impede que este seja cortado ou quebrado. Em laboratórios de prótese, o procedimento adotado para remoção do revestimento é o jateamento, com alta pressão, entre 5,5 e 6 Bar [sic], procedimento que pode comprometer a superfície metálica, principalmente se realizado com  $Al_2O_3$ . Em geral, nesta fase, o jateamento pode ser realizado com esferas de vidro, um material inerte que confere um semi-brilho à superfície metálica (Anusavice et al., 2005).

Em 2001, Taga et al., avaliaram a influência do jateamento com diferentes tipos de partículas em espécimes metálicos para sua remoção do revestimento, após fundição. Os tipos de partículas

testadas foram:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , pó de carborundum e pó misto com esferas de vidro e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Foram avaliados: o tempo (segundos), dispendidos em cada procedimento; e a rugosidade superficial média (Ra) dos espécimes, após jateamento. Os autores concluíram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os tempos de jateamento com as diferentes partículas, no entanto, o pó de carborundum produziu a maior Ra, seguido por óxido de alumínio, e as esferas de vidro com óxido de alumínio produziram um padrão superficial mais regular; a análise em MEV demonstrou que o pó de carborundum em geral, produziu marcas significativas na superfície dos espécimes, seguido por óxido de alumínio e da mistura entre as esferas de vidro e óxido de alumínio, com as esferas de vidro produzindo uma superfície mais regular. Assim o jateamento com o pó misto resultou em diminuição do tempo de trabalho, incorrendo em uma superfície metálica clinicamente aceitável.

Após a remoção das peças do revestimento é necessário remover o conduto de alimentação, em geral com discos de carborundum, e posteriormente, preparar a superfície metálica para aplicação de cerâmica, resina composta ou resina acrílica. A preparação da superfície é iniciada com jateamento das peças, que elimina os resíduos e óxidos provenientes do processo de fundição, bem como, remove os sulcos e ranhuras oriundos do enceramento ou acabamento. Assim, no procedimento de jateamento, as peças além de limpas, têm seu padrão superficial alterado. A limpeza de peças fundidas pode ser realizada por outros métodos como: limpeza a vapor em aparelho de ultrassom e secagem a temperatura ambiente, ou, quinze minutos de banho em ultrassom a temperatura ambiente e banho em água fervente por uma hora. Segundo Kim et al.,2003, os diferentes procedimentos laboratoriais de limpeza não apresentam diferença estatisticamente significativa.

Já o procedimento de jateamento da superfície metálica confere maior energia de superfície ao metal, o que promove maior

molhamento para a aplicação do material estético, resina ou cerâmica, além do novo perfil possuir área de contato aumentada, que futuramente será responsável pelo embricamento mecânico entre os materiais (Jóias et al., 2005; Hofstede et al., 2002). Segundo, Ishii et al., 2009, o jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , à 6 Bar aumentou a retenção micromecânica entre ligas de titânio e ouro à resina acrílica.

Na literatura não há consenso sobre o protocolo de jateamento mais eficaz, alguns artigos negligenciam este procedimento, não o descrevendo de forma que seja possível sua reprodução. A seguir estão listados alguns trabalhos em que seus autores relatam o protocolo adotado, vale ressaltar que cada protocolo foi descrito da maneira que seus autores o relataram (Tabela 1).

Como ilustrado na figura 1, diferentes procedimentos de jateamento resultam em diferentes perfis topográficos, o que pode refletir diretamente na retenção micromecânica do material estético, aumentando a resistência de união do conjunto.

A literatura ressalta a utilização de jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sobre a superfície metálica, no entanto, Kojima et al., em 2009, destacam que o jateamento com partículas de sílica seguido de silanização, e jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  revestido por partículas de sílica geram maior resistência de união à resina do que o jateamento da superfície metálica com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Assim, a resistência de união entre liga metálica e material restaurador estético pode ser ainda melhor se os tratamentos de superfície forem compostos pela combinação entre os métodos físicos e químicos de condicionamento da superfície.

Tabela 1 - Protocolos de jateamento citados na literatura.

<b>Autor</b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (µm)</b>	<b>Pressão (Bar)</b>	<b>Distância (mm)</b>	<b>Tempo (s)</b>
May et al., 1993	110	4,14	10	120
Taira & Kamada, 2008	50	4	10	5
Rhadi et al, 2008	50	5	NR*	NR
Taira, Kamada & Atsuta, 2008	50	4	10	5
Joias et al., 2008	110	5,52	20	10
Almilhatti et al.,2009	50	5	5	15
	250	5	5	15
Ishii et al.,2009	NR	1	10	10
	NR	6	10	10
Kim S-S et al.,2009	250	4,41	5	5
Yilmaz et al.,2011	110	2,5	NR	30

\*NR = não relatado.

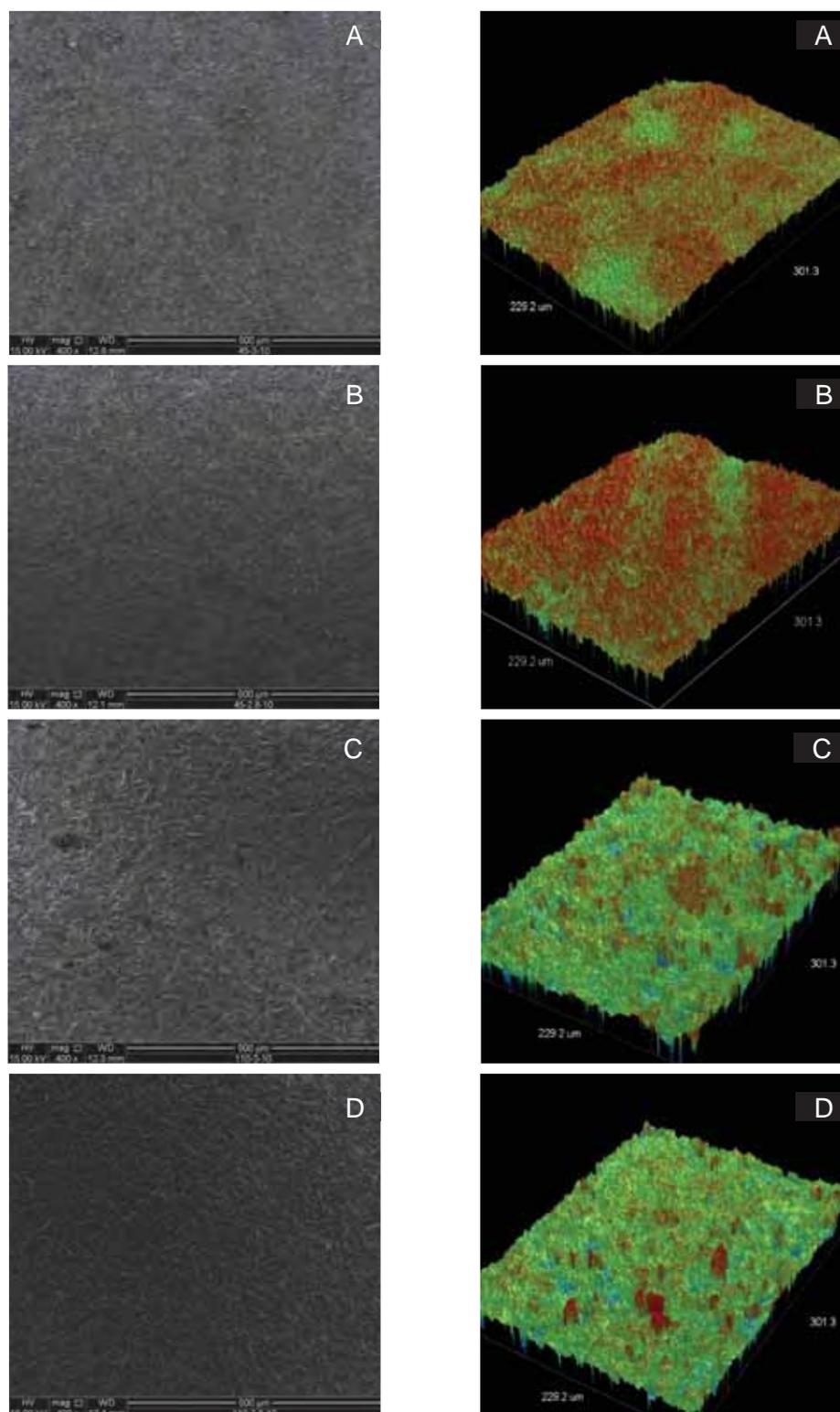


Figura 1 - Imagens obtidas em MEV e Perfilômetro de diferentes procedimentos de jateamento variando os fatores: partícula, pressão, e distância, angulação e tempo constantes. A) 45  $\mu\text{m}$ / 3 Bar; B) 45  $\mu\text{m}$ / 2,8 Bar; C) 110  $\mu\text{m}$ / 3 Bar; D) 110  $\mu\text{m}$ / 2,8 Bar. Martinelli et al., 2011.

Em muitos estudos os autores adotam a abordagem combinada, que consiste na utilização de métodos físicos e químicos para tratamento da superfície metálica. Suzuki et al., 2002, tentaram esclarecer o papel de um primer (A-Primer - contendo os monômeros VBATDT e M10P), na resistência de união metal/resina, em âmbito molecular. A análise em espectroscopia Raman (SERS) e infravermelho (IRA) revelou que o monômero VBATDT contido no primer sofreu sorção química, principalmente na superfície de Au, Ag e Cu, enquanto M10P é adsorvido apenas em Cr. Quando a utilização combinada de ambos os monômeros no primer houve adsorção competitiva. Em soluções concentradas e camadas mais espessas de A-Primer a adsorção foi diferente, sendo que apenas o monômero VBATDT foi adsorvido em camadas mais espessas. Os autores concluíram que a adesão entre a resina e os diferentes metais testados foi reforçada pelo A-Primer por meio de um processo que ocorre em duas etapas: sorção química dos monômeros via átomo de enxofre - Cu ocorre sorção de VBATDT e em Cr ocorre sorção de M10P; e, adsorção dos monômeros e copolimerização por meio de seus grupos carboxílicos aos monômeros da resina, formando uma rede de polímeros. É lícito concluir que a resistência à tração na interface Co-Cr/ resina (MMA/PMMA) é otimizada quando o primer utilizado contiver VBATDT e M10P.

Monômeros ácidos adesivos (MAA) são capazes de interagir quimicamente com a hidroxiapatita em tecidos dentais e óxidos metálicos na superfície de metais não preciosos. Como dito anteriormente, o uso de MAA e técnicas de modificação de topografia superficial tem resultado em melhorias consideráveis na resistência de união. No estudo de Ikemura et al., 2011, entre outros fatores foi avaliada a união de metais não preciosos (liga de Co-Cr) á resina acrílica (MMA-PMMA/ TBBO), com a utilização de primers com diferentes formulações. Foram testadas duas diferentes combinações: 10-MDDT e MAA (10-

MDDT – 5 wt%, e MAA, em 1 wt%); e monômeros ditio-octanoato (2-MEDT, 6-MHDT ou 12-MDDDT, em 5 wt%), e MAA (6-MHPA e MDP, em 1 wt%). Os resultados obtidos, após 2000 ciclos térmicos (4° - 60°/ 60 segundos cada), demonstraram que a resistência de união foi significativamente alta, variando entre 30,7 e 64,6 MPa, não apresentado diferença estatisticamente significantes entre as diversas formulações, com exceção da formulação sem MAA que apresentou falha pré-teste (0 MPa). Os autores concluíram que o 10-MDDT sem monômero ácido adesivo não é eficaz para utilização em liga de Co-Cr, sendo mais indicado primer com 10-MDDT e 6-MHPA, com acetona como solvente.

A utilização de primers para metal que contém enxofre é comum em metais e ligas de metais nobres, devido à facilidade de aplicação dos primers e aos resultados consideráveis de resistência de união. No entanto, em ligas e metais não preciosos a utilização de primers com enxofre não apresenta o mesmo resultado. A imagem esquemática (figura 2) a seguir, ilustra a união do primer a superfície da liga metálica (Ikemura et al., 2011).

A fim de mascarar a superfície metálica são utilizados opacificadores, em geral, cerâmicos, uma vez que, os resinosos, como outras resinas, apresentam baixa união à superfície metálica. Jóias et al., 2008, testaram a resistência de união em cinco ligas metálicas de Co-Cr (IPS d.SIGN 20, IPS d.SIGN 30, Remanium 2000, Heranium P, and Wirobond C). Após jateamentos dos espécimes ( $Al_2O_3$ , 110  $\mu m$ , à 20 mm, por 10 s, à 5,52 Bar), a cerâmica foi coccionada sobre a superfície metálica seguindo as recomendações do fabricante. Os resultados do teste de resistência ao cisalhamento e a análise de falhas permitiu aos autores concluir que não houve diferença estatisticamente significativa para nenhuma das ligas testadas, havendo predominância de falhas adesivas, que os autores pressupõem terem ocorrido entre a camada de óxidos e a cerâmica.

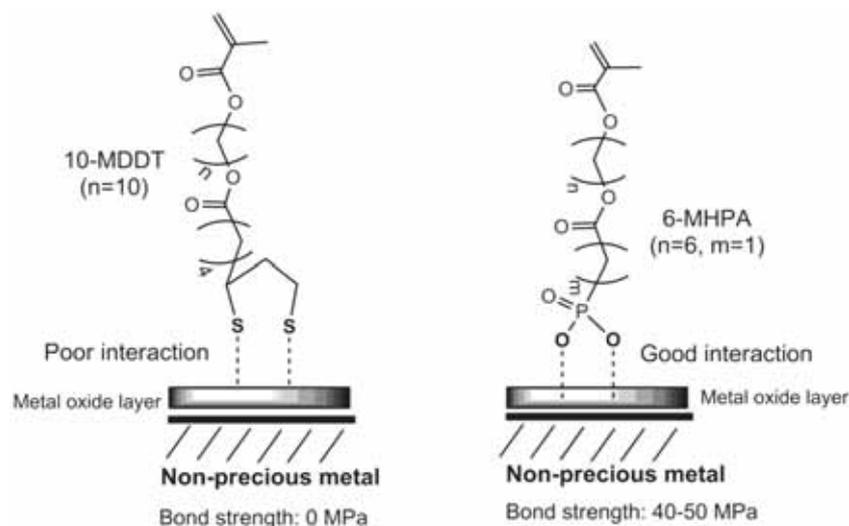


Figura 2 - Desenho esquemático da hipotética interação química entre 10-MDDT e 6-MHPA e a superfície de um metal não precioso.

Em outro estudo, Tango et al., 2006, em que foi avaliada a interface liga de Co-Cr/cerâmica, utilizando diferentes agentes de união. Os espécimes foram jateados ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 110  $\mu\text{m}$ , à 20 mm, por 10 s, à 5,52 Bar), e aplicados os agentes de união (Wash OpaqueVita Omega 900 – Vita; Pré Opaque Bond - CNG), os autores concluíram que os resultados obtidos foram semelhantes para ambos os agentes de união.

Kim S-S et al., 2009, avaliaram a resistência de união entre a superfície metálica (Ti CP e liga de Co-Cr) e resina acrílica para base próteses totais (RAAT). Após a fundição, os espécimes foram regularizados e jateados ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , à 4,5 Bar, à 5 mm, por 5 s). Foram utilizados dois primers para o condicionamento da superfície: Alloy Primer (Kuraray co., Ltd., Japan) e MR Bond (Tokuyama co., Ltd., Japan). Os espécimes foram incluídos em mufla e polimerizados segundo as orientações do fabricante. Os resultados obtidos foram submetidos os testes estatísticos Anova 2-fatores e teste de comparação múltipla Scheffe. Os resultados demonstraram maior resistência de união para a

liga de Co-Cr tratada com MR bond (17,8 MPa) e menor resistência de união para o grupo controle em Ti CP. A análise de Anova 2-fatores revelou interação entre a liga metálica e o primer utilizado, assim, para a liga de Co-Cr, não houve significância estatística para ambos os primers; já para o Ti, houve diferença estatística, os espécimes tratado com Alloy Primer apresentaram maior resistência de união do que os tratado com MR Bond. A análise do modo de falha mostrou que: o grupo em Ti CP sem tratamento químico obteve 100 % de falha adesiva; nas ligas tratadas com Alloy Primer e na liga de Co-Cr, tratada com MR Bond, houve predominância de falhas mistas; e nos demais, predominância de falha adesiva. Para os autores falha adesiva equivale à falha na interface metal/ resina, e falha mista equivale à falha adesiva e coesiva. Os autores acreditam que utilizando o primer adequado à liga a necessidade de retenções na subestrutura metálica diminua.

Em estudo semelhante, Bulbul, Kesim, 2010, avaliaram o efeito de primers para metal na resistência de união entre resina acrílica e três ligas metálicas. O delineamento dos grupos foi realizado segundo os fatores: liga metálica (liga de titânio, liga de cobalto-cromo, liga nobre – Au-Ag-Pt), resina acrílica (Meliodent – termoativada; Meliodente reparo rápido – quimicamente ativada; Acron MC – polimerizada por micro-ondas) e primer (Alloy Primer - Kuararay Co Ltda; Meta Fast - Sun Medical Co Ltda, Japão; Metal Primer - Ivoclar Vivadent Ag, Liechtenstein). Os primer selecionados continham em sua fórmula VBATDT e MDP; 4-META; e MDP. Os espécimes foram regularizados, e jateados com  $Al_2O_3$  (50  $\mu m$ , 6,08 Bar, à 5 mm, por 5 s, à 45° -para a liga nobre e 110  $\mu m$ , 6,08 Bar, à 5 mm, por 5 s, à 45° para as demais ligas). Os espécimes foram condicionados com o primer designado seguindo as instruções de cada fabricante. Os espécimes foram incluídos em mufla e polimerizados, segundo as instruções dos respectivos fabricantes. Após a desinclusão e resfriamento, todos os espécimes foram armazenados em

água destilada, a 37 °C por 24 h, posteriormente foram submetidos à termociclagem (5 – 55 °C/ 30 segundos cada – 5000 ciclos). Os resultados obtidos no de resistência de união, foram submetidos aos testes estatísticos variância - Anova 3-fatores - e teste de Tukey.( $\alpha = 0.05$ ). Os autores puderam concluir que os primers para metal aumentaram significativamente ( $p < 0,001$ ) a união entre as resinas acrílicas e as ligas metálicas, sendo que, dentre os primers testados Alloy Primer demonstrou maior valor de resistência de união e a liga básica os maiores valores. De acordo com Kim S-S et al., 2009, pra estes autores a escolha do primer para metal depende do tipo de liga a ser utilizada.

Kawaguchi et al., 2011, avaliaram a durabilidade de união entre uma resina acrílica termicamente ativada e ligas metálicas fundidas (Ti e Co-Cr). Os tratamentos de superfície utilizados associaram procedimentos físicos e químicos, em geral de maneira combinada: jateamento com  $Al_2O_3$  – 50  $\mu m$ , 15 s, 5 Bar, à 90°, a 10 mm – SAND; sistema triboquímico Rocatec – RO; jateamento seguido pela aplicação de Epricord Opaque Primer – EP; jateamento seguido por aplicação Super Bond C&B líquido – SB; jateamento seguido por aplicação de Alloy Primer – AL. os espécimes foram jateados e limpos com jato de ar seco. Após os tratamentos de superfície descritos a resina acrílica foi dispensada em um anel de teflon (h = 5 mm;  $\varnothing = 5$  mm) e polimerizada em banho de água, segundo as instruções do fabricante. Metade dos espécimes foi submetida à termociclagem (10000 ciclos: 5 e 55 °C, com intervalo de 1 min); a outra metade foi armazenada em água a 37 °C por 24 h. Foi realizado teste de resistência ao cisalhamento a 0,5 mm/ min, no artigo os autores não informam a célula de carga utilizada. Os resultados obtidos foram submetidos à análise estatística, análise de variância (ANOVA) e post hoc Newman-Keuls, com significância de 0,05. Adicionalmente os espécimes foram analisados quanto ao modo de falha em microscópio óptico com aumento de 30 x; as falhas foram

caracterizadas como coesiva, quando a falha ocorreu na resina, ou mista – adesiva/ coesiva, quando na interface adesiva. Adicionalmente a topografia dos espécimes foi observada em MEV. Para a análise das superfícies dos espécimes tratados com jateamento com  $Al_2O_3$  e sistema Rocatec (SR) foi utilizada a aceleração de 5 kV, para os espécimes jateados a magnitude de observação foi 1000 x e para os espécimes SR a magnitude foi de 10000 x. Com base nos dados obtidos os autores concluíram que os grupos SB e AL, não termociclados, apresentaram resistência de união significativamente maior que os demais grupos. Em AL, grupo no qual foi associado MDP e VBATDT, a adesão foi mais eficaz para ambas as ligas metálicas, do que em EP que continha apenas MDP. Após termociclagem o grupo AL obteve maior resultado de resistência de união para ambas às ligas metálicas.

### **2.3 Envelhecimento dos Espécimes**

Uma vez concluída a montagem, o corpo de prova pode ser envelhecido antes do teste de resistência. O envelhecimento *in vitro* corre em unção do tempo e do meio além de recursos adicionais, tais como ciclagem térmica ou mecânica. Para Mair, Padipatvuthikul, 2009, o tipo de pré-teste mais comum de envelhecimento é o armazenamento em água, a temperaturas que variam entre a temperatura ambiente e 100 °C, o que geralmente diminui a resistência de união, mas não a valores catastróficos.

Um pré-teste mais exigente é a ciclagem térmica, em alguns estudos a ciclagem térmica causa uma redução ligeiramente maior

na resistência de união que o armazenamento em água, mas em alguns estudos resulta em fracasso total, podendo levar ao descolamento espontâneo das amostras durante a ciclagem térmica. Assim parece sensato incluir a ciclagem térmica como método de envelhecimento de corpos de prova (Mair, Padipatvuthikul, 2009).

Claramente as restaurações são sujeitas a alterações térmicas em boca. Vários autores têm tentado determinar os extremos de temperaturas experimentadas em boca, por meio da utilização de termopares em restaurações protéticas (Palmer et al., 1992; Mair, 1989). Assim Mair, 1989, descobriu que a temperatura em boca varia entre 0°C, ao comer sorvetes e 60 - 65 °C, ao comer um sanduíche de queijo quente, sendo difícil ultrapassar estas temperaturas. As alterações térmicas em dentes também foram analisadas em FEA. Deve-se, no entanto, ter consciência de que na maioria das vezes, quando os pacientes não comem ou bebem, as restaurações só estão sujeitas a uma baixíssima variação de temperatura (Mair, Padipatvuthikul, 2009.). Vale ressaltar que a alteração de temperatura no meio bucal ocorre de forma lenta e gradual, já a ciclagem térmica causa um relativo choque térmico no corpo de prova, onde a camada mais superficial é mais afetada.

A ciclagem mecânica, classificada como teste de fadiga, anterior ao teste de resistência de união monotônico, apresenta significativa redução da resistência das amostras. Em muitos estudos os autores têm observado que a compressão cíclica é o estresse mais comum ativo em boca (Baran et al., 1998; Baran et al., 2001; Lohbauer et al., 2003; Loughran et al., 2005) mas a maioria dos estudos *in vitro* utiliza testes monotônicos como tração, compressão, cisalhamento ou resistência à flexão para estudar as propriedades de um material, ou para um *ranking* comparativo de materiais. Nestes testes aplica-se um aumento de carga único nos espécimes até sua ruptura. Portanto, sua

falha não ocorre por danos cumulativos (fadiga) como ocorrem em boca (Scherrer et al., 2003).

Os testes monotônicos fornecem duas informações valiosas, são elas: resistência, taxa de aplicação de carga, enquanto os pré-testes de fadiga fornecem: carga aplicada, número de ciclos e frequência de aplicação de carga (Mair, Padipatvuthikul, 2009).

## **2.4 Resistência ao Cisalhamento**

Segundo Della Bona, van Noort, 1995, os objetivos do teste de cisalhamento são: determinar a resistência das interfaces de união, a capacidade de aderência de substratos e quantificar o desempenho dos materiais em torção. Dificilmente será alcançada uma distribuição de tensão uniforme, mas se a tensão for concentrada principalmente no substrato causará uma falha prematura, anterior ao descolamento da interface. A tensão de tração produzida pela flexão do corpo no momento da aplicação da carga é responsável por dar início à fratura (Armstrong et al., 2009). Quanto mais longe da interface for aplicada a carga, maior será a componente de tração. Este fato é mais evidente em modelos de microcisalhamento (Plácido et al., 2007).

O teste de cisalhamento a força é aplicada na interface adesiva, perpendicular ao eixo longitudinal do espécime. Consiste na confecção de corpos de prova de formato cilíndrico com mais de 1 mm<sup>2</sup>. Há grande discussão na literatura sobre os dispositivos de carregamento. Passos et al., em 2010, realizaram um estudo que avaliou diferentes dispositivos de carregamento: pistão, cinzel reto e cinzel reto com entalhe.

Foram confeccionados espécimes em Ti CP, estes foram fundidos, jateados ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  110  $\mu\text{m}$ , à 2,9 Bar, por 20 s, a 45° e 30 mm de distância), limpos em banho ultrassônico com álcool isopropílico (10 min). A resina composta indireta foi aplicada sobre a superfície metálica, segundo a técnica incremental, em duas camadas e polimerizada em unidades polimerizadora laboratoriais. Os espécimes foram divididos por tipo de dispositivo de carregamento. Após análise estatística dos resultados os autores concluíram que os dispositivos para carregamento utilizados apresentaram desempenho semelhantes para união resina/liga metálica.

### **3 PROPOSIÇÃO**

A proposta deste estudo foi avaliar [1] o efeito de diferentes métodos de tratamento de superfície, após jateamento, na resistência de união da interface liga de Co-Cr/ RAAT e [2] a influência de diferentes métodos de envelhecimento na resistência de união na interface liga de Co-Cr/ RAAT.

### **HIPÓTESES**

H0<sub>1</sub>: métodos químicos não alteram a resistência de união;

H0<sub>2</sub>: métodos físico-químicos não alteram a resistência de união;

H0<sub>3</sub>: métodos de envelhecimento não alteram a resistência de união.

## 4 MATERIAL E MÉTODO

### 4.1 Material

Os materiais, características, composição e fabricantes dos mesmos, empregados neste estudo, estão descritos na tabela 2.

Tabela 2 - Materiais utilizados, nome comercial, características, composição e fabricantes

Material	Nome Comercial	Característica	Fabricante
Co-Cr	Degudent	Liga de CoCr: 64,8% Cobalto; 28,5% Cromo	Degudent - Dentsply
Óxido de Alumínio	Óxido de Alumínio	Partículas de 150µm	Polidental Ltda.
Primer para Metal	Alloy Primer	Condicionador químico, com MDP*	Kuraray Co Ltda.
Wash Opaque	Wash Opaque Vita VM <sup>®</sup> 13	Cerâmica feldspática a base de leucita	Wilcos
Opaco Cerâmico	Opaque Vita VM <sup>®</sup> 13	Cerâmica feldspática a base de leucita	Wilcos
RAAT	Lucitone 550	Metilmetacrilato	Dentsply

\*MDP – monômero ácido fosfatado

## 4.2 Método

Foram confeccionados 120 espécimes metaloplásticos em formato cilíndrico com dimensão final 9 mm de altura por 7 mm de diâmetro, em sua extremidade inferior base de 1 mm de altura e 9 mm de diâmetro. O cilindro com menor diâmetro dividido em duas partes com mesma dimensão (4 mm de altura e 7 mm de diâmetro), sendo a porção superior correspondente à resina acrílica termicamente ativada (RAAT) e a porção inferior à liga metálica. As dimensões finais dos espécimes podem ser visualizadas na figura 3.

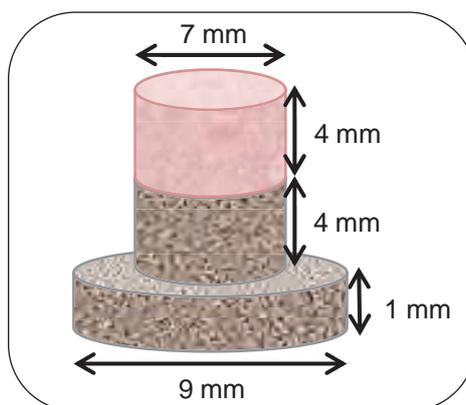


Figura 3 - Desenho esquemático dos espécimes e suas dimensões finais

Para facilitar a leitura, a confecção dos espécimes metaloplásticos foi dividida em três tópicos: estrutura metálica, tratamento de superfície e acrilização da RAAT sobre a superfície metálica.

#### 4.2.1 Estrutura metálica

As estruturas metálicas foram obtidas pelo método da cera perdida descrito por Anusavice, 2005. Para que os padrões apresentassem as mesmas dimensões finais foi confeccionado um dispositivo metálico para ceroplastia, composto por duas partes distintas, suas dimensões podem ser visualizadas na figura 4.

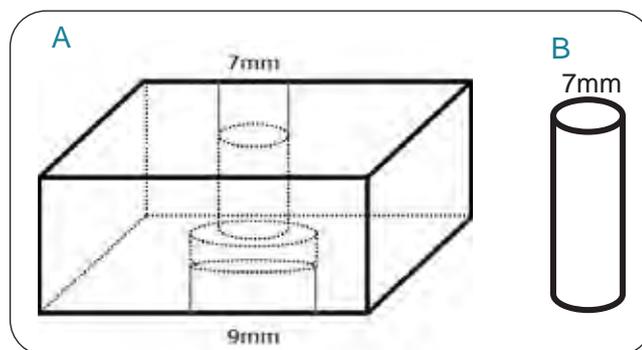


Figura 4 - Desenho esquemático do dispositivo de enceramento. Parte A, molde metálico. Parte B, êmbolo metálico

Foram obtidos cento e vinte padrões de cera (cera para fundição – Kota Import's, São Paulo, Brasil), de forma cilíndrica, com base de 9 mm de diâmetro e 2 mm de altura, e corpo de 7 mm e 4 mm de altura, seguindo a seguinte sequência (Figura 5):

- a) a porção central da parte A do dispositivo para ceroplastia foi isolada com uma fina camada de vaselina líquida (Rioquímica Indústria Farmacêutica – São José do Rio Preto, São Paulo, Brasil), a vaselina foi aplicada sobre o

- dispositivo com o auxílio de uma haste flexível de plástico com algodão e suas extremidades;
- b)** o dispositivo foi posicionado em uma placa de vidro;
  - c)** a cera liquefeita foi vertida em uma única vez preenchendo o espaço vazio no dispositivo A;
  - d)** após o esfriamento da cera o padrão foi removido do dispositivo A com o auxílio do dispositivo B, após este procedimento cada espécime tinha a superfície menor (7 mm Ø) verificada, caso não fosse uma cópia perfeita o padrão de cera era descartado;
  - e)** com o auxílio de uma espátula 24 a superfície maior (9 mm Ø) foi planificada e no centro foi fixado um *sprue* médio em cera (CNG – Soluções Protéticas – São Paulo, Brasil) de 3,1 mm de Ø, que serviu como conector para o conduto de alimentação. Em cada trave média (CNG Soluções Protéticas – São Paulo, Brasil) – com 5,7 mm Ø e 43,6 mm de comprimento – foram fixados quinze padrões em cera.

Os conjuntos foram pesados separadamente, para calcular-se a quantidade mínima de liga necessária para a fundição, foi utilizada a equação abaixo (Jóias, 2005):

$$\text{liga CoCr (gr)} = \text{peso da cera} \times \rho \text{ da liga}$$

Nesta equação, a quantidade de liga e o peso da cera devem ser empregados em gramas; o  $\rho$  pode ser obtido na bula da liga utilizada. Para a liga utilizada neste estudo o valor do coeficiente, segundo o fabricante é: 8,4 g/cm<sup>3</sup>.

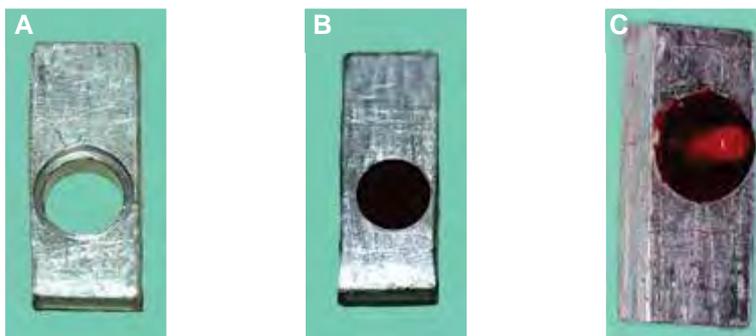


Figura 5 - A) Matriz metálica para enceramento; B) Enceramento do espécime.

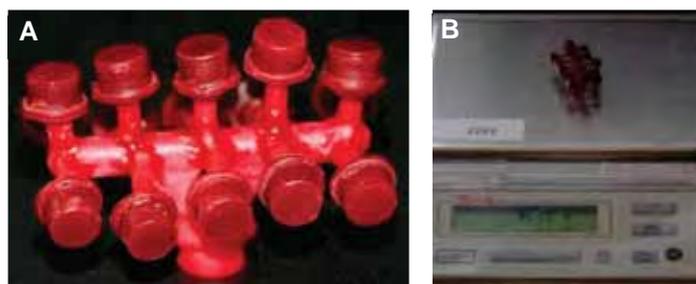


Figura 6 - A) Espécimes fixados ao conduto de alimentação; B) Pesagem, em balança de precisão, dos espécimes fixados no conduto de alimentação.

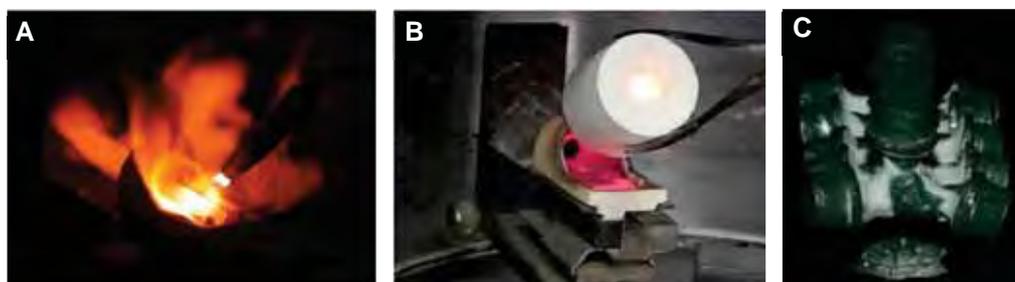


Figura 7 - Sequência de fundição dos espécimes: A) Fundição da liga com maçarico; B) Remoção do cilindro de revestimento; C) Espécimes fundidos

Sobre o conjunto foi aplicada uma solução redutora de tensão superficial, posteriormente o conjunto foi posicionado em um anel de silicone, como as traves utilizadas já vem com a base formadora de cadinho não foi necessário confeccioná-la. O conjunto foi incluído em revestimento fosfatado (Flash Rápido – CNG Indústria de Artigos e Equipamentos Odontológicos Ltda., São Paulo, Brasil), na proporção 25 ml de líquido para 100 g de pó, segundo as instruções do fabricante.

Seguindo a orientação do fabricante, vinte minutos após o término da inclusão, os cilindros de revestimento foram colocados no forno para fundição, já pré-aquecido, à temperatura de 750 °C, 15 min depois a temperatura foi elevada à 900 °C e mantida por 15 min. Foi realizado um intervalo de trinta minutos para proceder à fundição.

A fundição foi realizada com elevação da temperatura da liga ao seu ponto de fusão com maçarico, para injeção da liga foi utilizada uma centrífuga.

Após o esfriamento dos cilindros de revestimento, foi realizada desinclusão com alicate e jateamento do revestimento com esferas de vidro (CNG Indústria de Artigos e Equipamentos Odontológicos Ltda., São Paulo, Brasil) – malha de 70 a 140 Mash, pressão de 60 Lbs/pol<sup>2</sup>. Em geral, nesta etapa é realizado jateamento parcial dos espécimes metálicos, o jateamento é feito com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sobre grande pressão, neste estudo este procedimento não foi realizado devido ao risco de afetar a superfície dos espécimes a ser estudada.

Os espécimes metálicos foram separados do conduto de alimentação com discos de carborundum (Microdont – Micro Usinagem de Precisão Ltda., São Paulo, Brasil) e separados conforme a trave de fundição (n = 15), posteriormente foram distribuídos, sequencialmente, em doze grupos.

As superfícies maiores dos espécimes foram regularizadas com disco ultra cut - 38 mm/ 0,6mm - (Dhpro - Rhadtrade Comercial Ltda – São Paulo, Brasil), e pedras montadas de  $Al_2O_3$  em formato de pera, ambos em baixa rotação (até 4000 rpm). As superfícies menores, área de estudo, foram regularizadas com disco diamantado, disco de borracha para polimento na sequência azul, verde e rosa (TriHawk do Brasil – São Paulo, São Paulo, Brasil). Para garantir que a superfície ficasse plana, foi posicionada em um delineador, com o auxílio de uma presilha, uma peça reta.

Após a regularização e polimento da superfície menor dos espécimes, estes foram submetidos à análise em microscópio óptico digital (Mitutoyo Sul Americana, Suzano, São Paulo, Brasil) e em rugosímetro (Mitutoyo Sul Americana, Suzano, São Paulo, Brasil). No primeiro foi avaliada presença ou ausência de ranhuras superficiais; no segundo, foram avaliados os parâmetros de rugosidade:  $R_a$ ,  $R_z$  e  $R_q$ . Os espécimes que apresentaram ranhuras ou os seguintes valores:  $R_a < 0,5\mu m$ ;  $R_z < 20 \mu m$ ;  $R_q < 1 \mu m$ , foram novamente polidos e posteriormente analisados. Um espécime, escolhido aleatoriamente foi analisado em microscópio eletrônico de varredura (MEV), uma vez que todos os espécimes passaram pelo mesmo procedimento para polimento.

#### 4.2.2 Tratamento da superfície metálica

##### 4.2.2.1 Jateamento das Amostras

Para realização do jateamento das amostras, foi utilizado um microjateador (Microjato Standard, Bioart, Brasil; dimensões do

cilindro jateador =  $3.14 \times 15.31 \times 40.32 = 59.351,20 \text{ mm}^3$ ). Para que os fatores distância entre a superfície de menor diâmetro dos espécimes e a ponta do microjateador; e, o ângulo de incidência das partículas durante o jateamento fossem constantes, foi utilizado um dispositivo metálico, desenvolvido por Amaral et al. (2008), que permaneceu fixo durante toda a fase de jateamento (Figura 8).

O procedimento adotado para jateamento dos espécimes foi: partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Wilson de malha 100, que correspondem a  $150 \mu\text{m}$ , por 10 s, com pressão de 6 Bar, à 10 mm de distância e angulação de  $45^\circ$ .

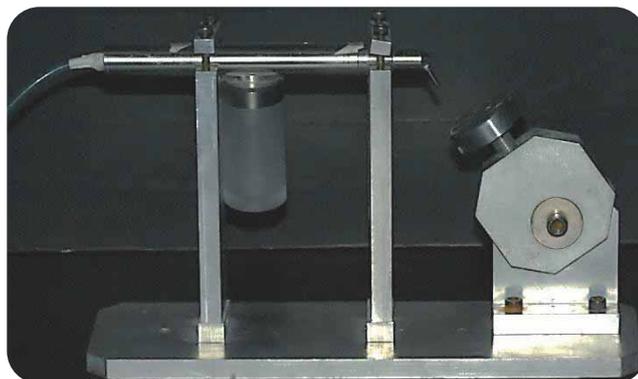


Figura 8 - Dispositivo para jateamento desenvolvido por Amaral et al., 2008, com o microjateador posicionado.

Os espécimes foram limpos em cuba de ultrassom modelo CD-4820 (Kondortech Equipamentos Odontológicos Ltda. – São Carlos, São Paulo, Brasil) com álcool isopropílico por 5 minutos, e secos sobre lenço absorvente até a completa volatilização do álcool.

Todos os espécimes foram analisados novamente em MO para avaliar possíveis irregularidades que pudessem comprometer a superfície de união.

Todos os espécimes foram novamente submetidos à análise em rugosímetro sendo avaliados os parâmetros Ra, Rz e Rq. Estes parâmetros são definidos como: rugosidade média (Ra), é a média aritmética dos valores absolutos das ordenadas dos afastamentos dos pontos do perfil de rugosidade, em relação à linha média, dentro do percurso de medição; rugosidade média (Rz), média aritmética dos cinco valores de rugosidade parcial em Zi (Zi = soma dos valores absolutos das ordenadas dos pontos de maiores afastamento, acima e abaixo da linha média) existente dentro do comprimento da amostragem, que neste estudo foi definido por 3 mm, ou seja graficamente, este valor representa a altura entre os pontos máximo e mínimo do perfil dentro do comprimento de amostragem; desvio médio quadrático (Rq) ou, em países de língua inglesa, RMS – *root mean square*, é uma parâmetro em que eleva-se ao quadrado o Ra obtido, pois o quadrado aumenta o efeito das irregularidades que se afastam da média.

Antes das aferições era verificada a calibragem do aparelho (Figura 9), os espécimes eram posicionados paralelamente ao solo e realizadas duas leituras, após a primeira leitura o espécime era rotacionado em 90° e realizada a segunda leitura. O padrão de leitura obtido será demonstrado na próxima sessão.

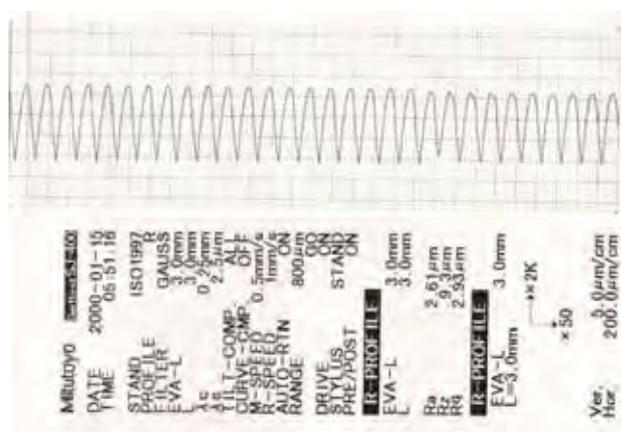


Figura 9 - Padrão de rugosidade, calibragem do aparelho.

#### 4.2.2.2 Tratamento químico da superfície metálica

Os espécimes foram distribuídos em grupos (n = 30) em sequência de fundição e submetidos aos seguintes tratamentos:

- a) **Controle** - sem nenhum tratamento adicional ao jateamento;
- b) **Primer** (*Alloy Primer, Kuraray*) – foi realizada aplicação ativa, com pincéis descartáveis do tipo *microbrush*, por 40 segundos. Este produto não continha especificações de uso do fabricante;
- c) **Opaco** (*Wash Opaque e Opaque Vita VM®13, Wilcos*) – foi aplicado *wash opaque* e posteriormente, o opaco. Os ciclos de cocção estão descritos no quadro 2 e 3. Ambos os produtos foram aplicados com pincel, foi padronizado a cobertura homogênea da superfície do espécime;
- d) **Primer + Opaco** – foram realizados os procedimentos descritos nos itens b e c.

Quadro 1 - Sequência de queima recomendada – Wash Opaque Vita VM®13.

	Temp. inicial °C	→ min.	↗ min.	↗ °C/min.	Temp. aprox. °C	→ min.	Vácuo min.
Pó	500	2.00	5.12	75	890	2.00	5.12

Quadro 2 - Sequência de queima recomendada – Opaque Vita VM®13.

	Temp. inicial °C	→ min.	↗ min.	↗ °C/min.	Temp. aprox. °C	→ min.	Vácuo min.
Pó	500	2.00	5.12	75	890	1.00	5.12

### 4.2.3 Acrilização sobre a superfície metálica

#### 4.2.3.1 Moldagem de padrões metálicos

*Molde em silicone - Padrões com as dimensões finais dos corpos de prova.*

Para esta fase foram confeccionados cinco padrões metálicos com as dimensões finais dos corpos de prova. Os espécimes foram colados em um anteparo e moldados com silicone de adição (Elite – Zhermack SpA – Badia Polesine, Itália), pelo método descrito por Anusavice, 2005, como dupla moldagem de passo único. O silicone fluido foi dispensado ao redor dos espécimes com o auxílio de pontas misturadoras, enquanto a massa densa foi depositada em uma pequena caixa. Após a presa final dos padrões metálicos os moldes eram avaliados, aqueles que apresentaram bolhas ou falhas foram descartados.

A técnica de dupla moldagem de passo único consiste em moldagem de padrões metálicos com as dimensões finais dos corpos de prova. Os padrões metálicos eram posicionados em uma base fixada a um delineador, ao redor dos padrões, com o auxílio de uma pistola, era dispensado o silicone fluido. Em uma matriz, com altura de 9 mm, era depositado o silicone denso, em sua superfície era dispensada uma pequena quantidade de silicone fluido. Após polimerização final do silicone, o molde era removido da matriz e a área correspondente ao menor diâmetro do padrão metálico era removida com uma lâmina para bisturi nº 15 (figura 10).

Os moldes continham dois ou três orifícios para posicionamento dos espécimes, estes valores foram fixados para que em cada mufla fossem incluídos dez espécimes. Nos moldes em silicone eram posicionados os espécimes metálicos, com o tratamento de superfície realizado e sobre os espécimes metálicos eram posicionadas pastilhas em RAAQ, sua confecção será descrita a seguir. Posteriormente os moldes com os espécimes e a pastilha foram incluídos em mufla, como será descrito a seguir.

Foi utilizada a técnica de dupla moldagem ao invés da técnica convencional de enceramento sobre os espécimes, pois em estudo anterior (Martinelli, 2009) foi observado que a inclusão em mufla foi o principal motivo para as falhas pré-teste; além do fato de que a cera pudesse funcionar como contaminante aos materiais utilizados sobre a superfície metálica. Em estudo piloto, foi observado que com a técnica de dupla moldagem, reduziu-se a falha pré-teste.

*Pastilhas em RAAQ - Padrões com dimensões referentes à porção em resina dos cps.*

Foram confeccionados padrões metálicos com dimensões finais: 4 mm de altura e 7 mm de diâmetro (figura 9). Estes padrões foram moldados com silicone de adição, como anteriormente descrito. No molde foi vertida resina acrílica quimicamente ativada incolor (Jet, Artigos Odontológicos Clássico – São Paulo, São Paulo, Brasil), na proporção indicada pelo fabricante. Após a presa final, as pastilhas que necessitaram tiveram suas bordas regularizadas com discos diamantados (referências: 7011, 7012 e 7015 – Kg Sorensen, Medical Burs Ind. e Com. de Pontas e Brocas Cirúrgicas Ltda – Cotia, São Paulo, Brasil).

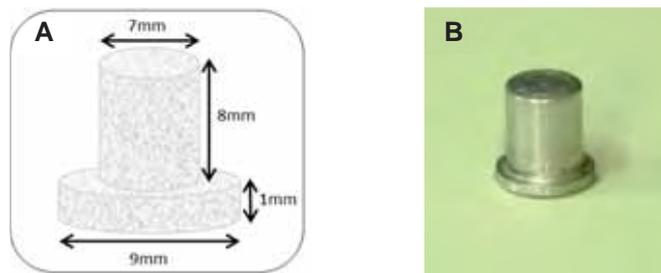


Figura 10 - A) Dimensões do padrão metálico; B) Dispositivo usinado.

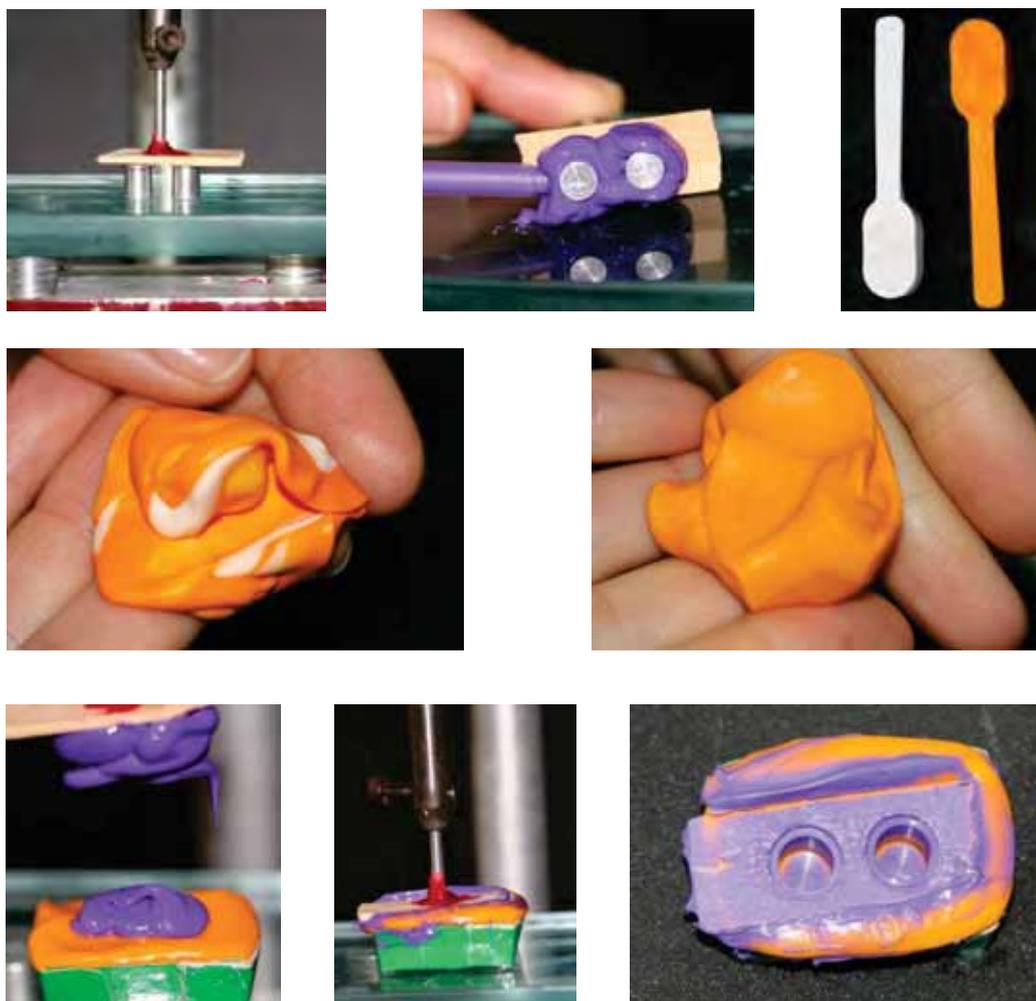


Figura 11 - Sequência de dupla moldagem de passo único, para confecção dos moldes para inclusão em mufla.

Após estes dois procedimentos os espécimes metálicos foram posicionados no interior dos moldes e sobre eles foram posicionadas as pastilhas em resina. A face superior de cada molde foi marcada com caneta permanente o número correspondente aos grupos.

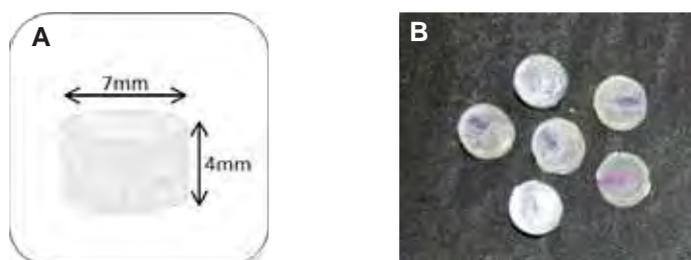


Figura 12 - A) Dimensões do padrão para confecção das pastilhas em resina;  
B) Pastilhas em RAAQ.

#### *Inclusão em mufla e acrilização*

Foram utilizadas doze muflas metálicas nº 5. As muflas foram isoladas com uma fina camada de vaselina sólida; primeiramente, a base das muflas foram preenchidas com gesso comum (Asfer Indústria Química Ltda, São Caetano do Sul, SP, Brasil) 200 g de pó pra 100 ml de água, os moldes com os espécimes metálicos e as pastilhas em resina foram posicionadas sobre o gesso, com a face metálica voltada para baixo. Após a presa do gesso toda sua superfície foi isolada com um isolante para gesso (Al-Cote - Dentsply Ind. Com. Ltda, Petrópolis, RJ, Brasil); a contra-mufla, isolada com vaselina sólida, foi posicionada sobre a base da mufla e preenchida com gesso comum, na proporção anteriormente indicada. Para o preenchimento completo da contra-mufla o gesso foi aplicado gradualmente com o auxílio de um vibrador. A mufla foi

então fechada e prensada em prensa hidráulica (Techno Máquinas Ltda – Campinas, São Paulo, Brasil) de maneira lenta e gradual, até que o escoamento de gesso cessasse. A pressão final de 1000 kgf foi mantida por 30 min.

As muflas foram abertas, removidas as pastilhas de resina acrílica, o gesso foi novamente isolado. Foi manipulada a resina termicamente ativada (Lucitone 550 – Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil), em um pote de vidro com tampa, na proporção polímero/monômero indicada pelo fabricante (21 g/ 10 ml). Com o auxílio de uma seringa luer descartável de 10 ml a resina foi acomodada nos moldes nos espaços deixados pelas pastilhas de resina acrílica.

As muflas foram fechadas e levadas novamente à prensa hidráulica (Techno Máquinas) para o escoamento do excesso de resina acrílica. A pressão foi aplicada lenta e gradualmente até a pressão final de 1000 kgf a pressão foi mantida por trinta minutos quando então, as muflas foram transferidas para prensas individuais e submetidas ao ciclo de polimerização curto 74 °C por 2 h, seguido por aumento da temperatura para 100 °C banho por 1 h, realizado em polimerizadora elétrica automática (Termotron P-100 – Termotron Equipamentos Ltda, Piracicaba, SP, Brasil). Após polimerização as muflas foram resfriadas em bancada, a temperatura ambiente, por 3 h, quando procedeu-se a demuflagem.

Os espécimes foram removidos dos moldes e quando necessário foi realizado acabamento com discos diamantados para resina (referências: 7011, 7012 e 7015 – Kg Sorensen, Medical Burs Ind. e Com. de Pontas e Brocas Cirúrgicas Ltda – Cotia, São Paulo, Brasil) na superfície superior dos corpos-de-prova.

#### 4.2.4 Armazenamento e envelhecimento dos espécimes

Os espécimes foram distribuídos conforme o organograma abaixo:

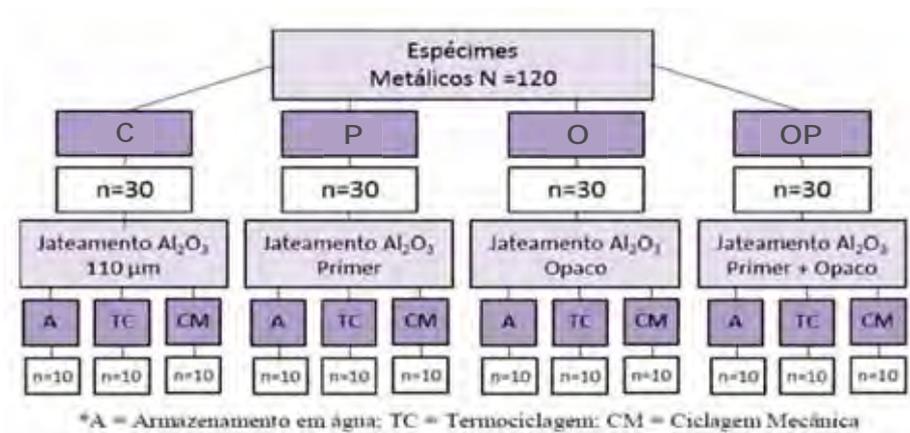


Figura 13 - Delineamento dos grupos.

##### 4.2.4.1 Armazenamento em água

Os cp de cada grupo (C, P, O e OP) foram armazenados, isoladamente, em recipiente lacrado. Os recipientes foram identificados (grupo e cp) e preenchidos com água destilada. Todos os cp foram armazenados em estufa a 37 °C, por 7 dias.

#### 4.2.4.2 Termociclagem

Os cp foram colocados em saquinhos de tecido, separadamente, este procedimento foi adotado para que os cp não ficassem se batendo durante ciclagem o que poderia resultar em falha pré-teste. Os saquinhos, identificados por grupo (C, P, O, OP), foram costurados na cesta da cicladora. Foram realizados 10000 ciclos (5 e 55 °C / 30 s).

#### 4.2.4.3 Ciclagem Mecânica

Para o posicionamento dos cp na máquina de ciclagem foi necessário construir uma base em RAAQ. Para que a superfície dos cp ficasse paralela ao solo e a base da máquina de ciclagem, foi utilizado um delineador o que garantiu o correto posicionamento dos cp.

Foram realizados 10000 ciclos a frequência de 3,6 Hz, com força 1-150 N.

#### 4.2.5 Ensaio Mecânico – Teste Cisalhamento

Foi realizado o ensaio de resistência ao cisalhamento que consistiu na aplicação de carga compressiva aplicada a 90°, na interface de união do cp. O dispositivo de carregamento utilizado foi um cinzel reto. O teste foi realizado em uma máquina de ensaio universal (Emic – São José dos Pinhais, Paraná, Brasil), com célula de carga de 100 kgf, a velocidade de 0,5 mm/ min.

Para execução do ensaio foi necessário embutir todos os cp (dos grupos de armazenamento e termociclagem) em RAAQ, para encaixe no dispositivo de cisalhamento.

Os resultados obtidos foram submetidos á análise estatística: estatística descritiva, alteração percentual e Kruskal Wallis.

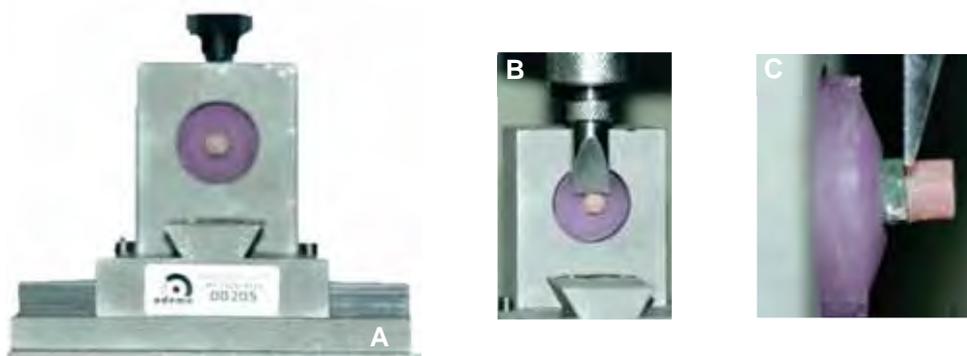


Figura 14 - A) Dispositivo de cisalhamento; B) Ensaio mecânico vistas lateral e frontal.

## 5 RESULTADOS

Os resultados deste estudo foram divididos em tópicos, para facilitar a compreensão.

### 5.1 Rugosidade

#### 5.1.1 Análise em Microscópio Eletrônico de Varredura

Com relação à presença de óxidos superficiais após fundição foi possível observar que foram eliminados no processo de acabamento e polimento.

As Imagens a seguir foram obtidas em MEV (Inspect S50 – FEI Worldwide Coporate Headquarters, Oregon, EUA).A análise de EDS da concentração da composição de óxidos presentes na superfície metálica foi a seguinte:  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  (49,27%),  $\text{MgO}$  (25,93%),  $\text{P}_2\text{O}_5$  (9,27%),  $\text{MnO}$  (3,10%),  $\text{SiO}_2$  (5,72%),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (4,46%).

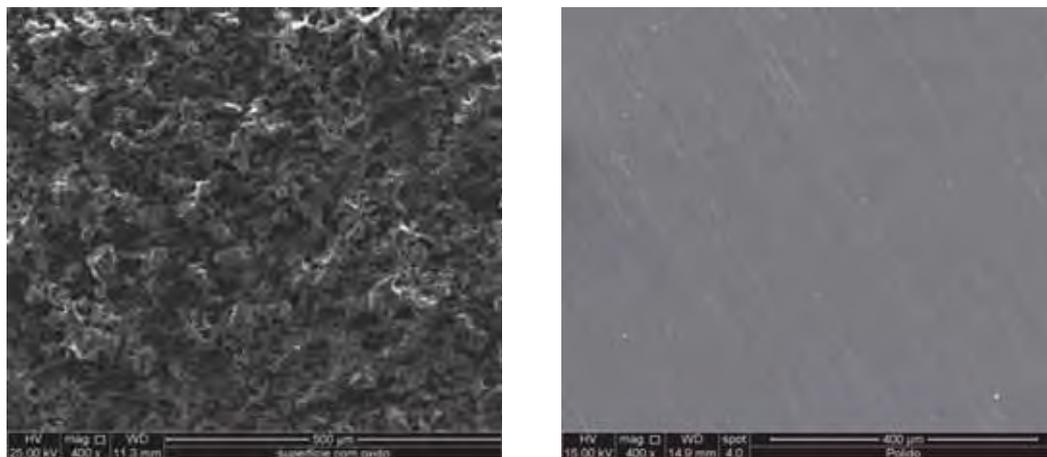


Figura 15 - Micrografia da superfície metálica: à esquerda, pós fundição; à direita após polimento.

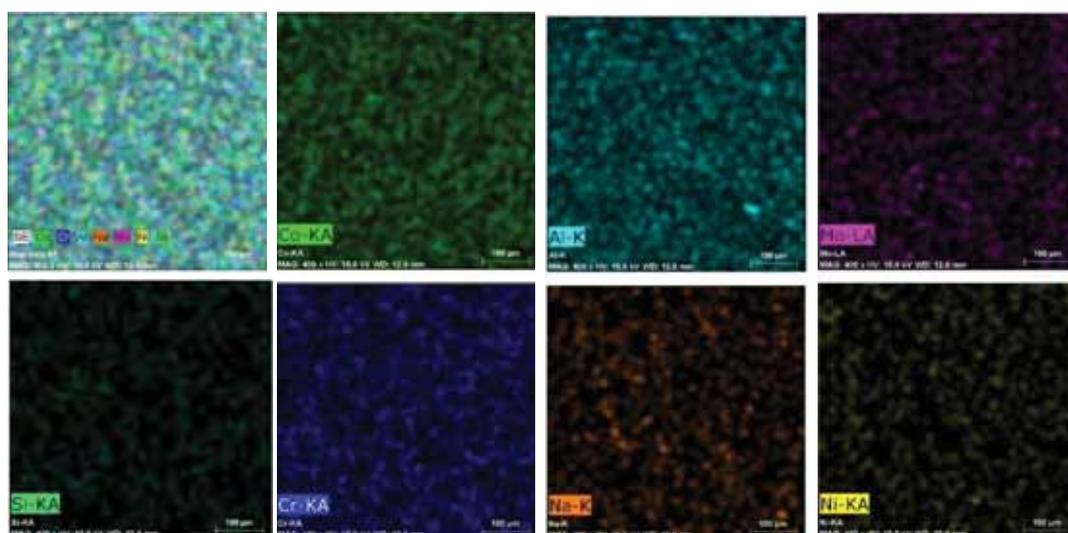


Figura 16 - Mapeamento de microanálise por EDS da superfície do espécime após fundição.

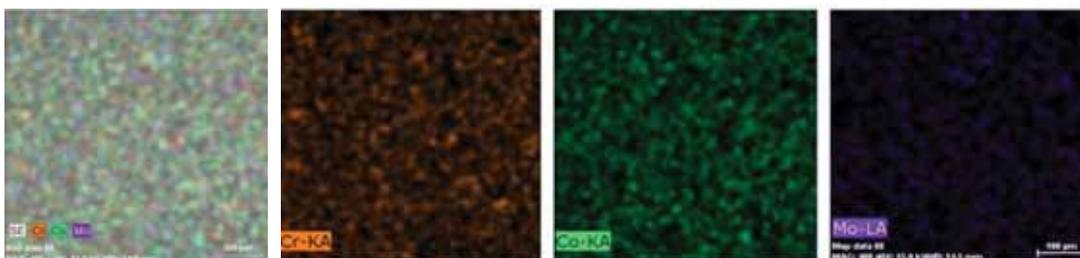


Figura 17 - – Mapeamento de microanálise por EDS da superfície do espécime após polimento.

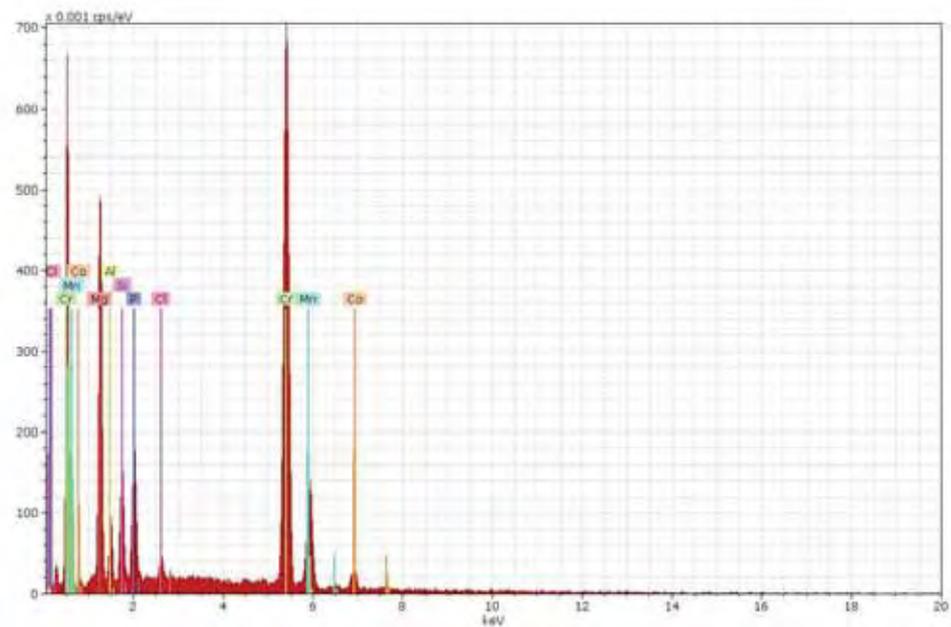


Figura 18 - Espectro de microanálise por EDS da superfície de espécime após fundição.

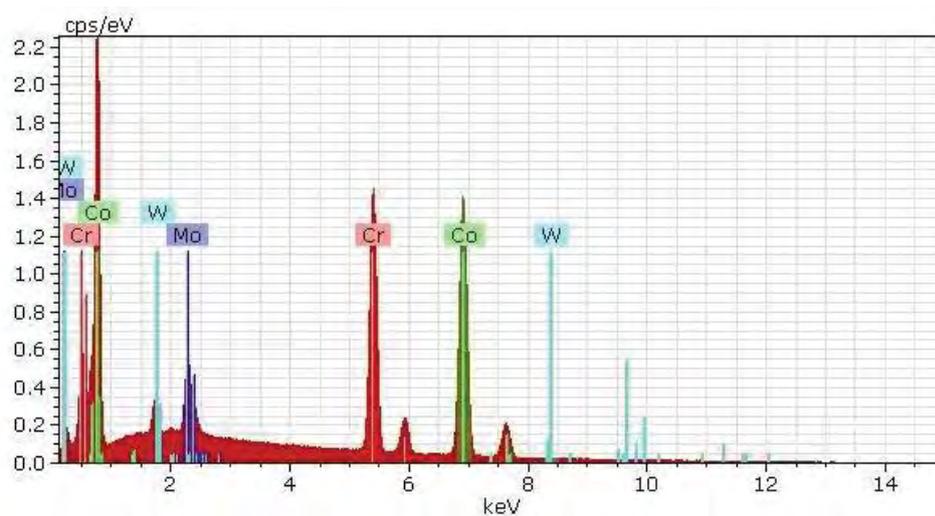


Figura 19 - Espectro de microanálise por EDS da superfície de espécime após polimento.

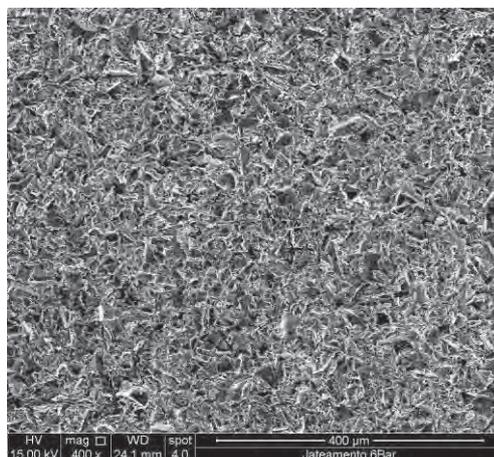


Figura 20 - Micrografia do espécime após jateamento.



Figura 21 - Mapeamento de microanálise por EDS da superfície do espécime após jateamento.

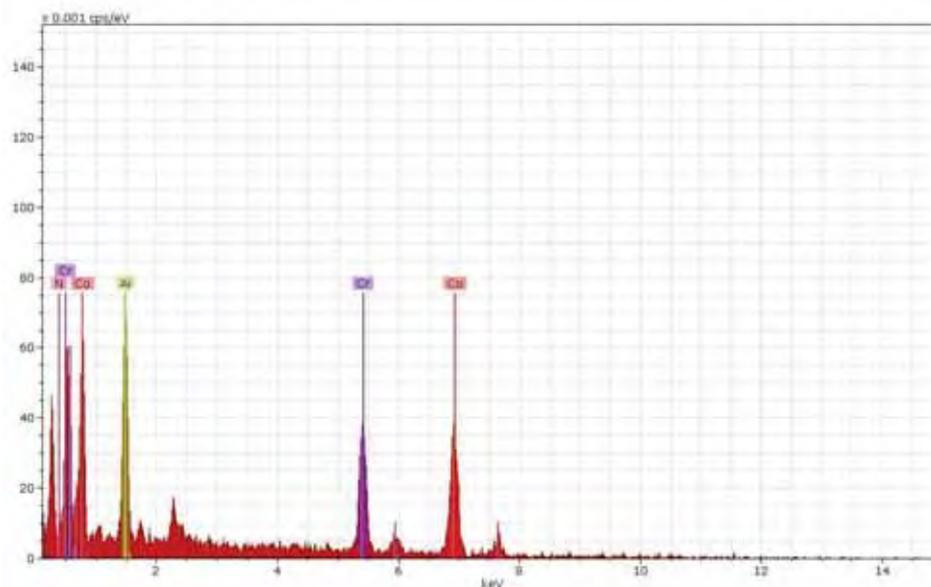


Figura 22 - Espectro de microanálise por EDS da superfície de espécime após polimento.

### 5.1.2 Padrões obtidos em rugosímetro

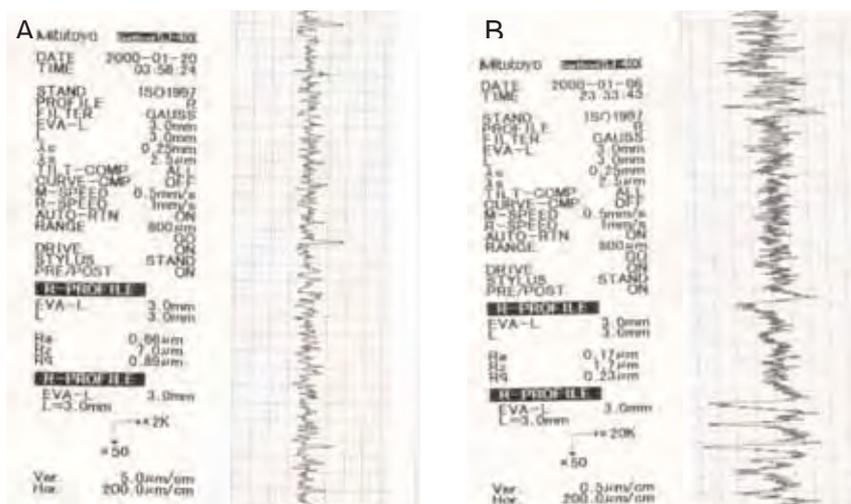


Figura 23 - Análise em rugosímetro de espécimes: A) Polido; B) Após jateamento.

### 5.1.3 Análise de alteração percentual

A média e o desvio padrão (dp) da alteração percentual dos valores de rugosidade dos espécimes metálicos antes e após jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , avaliados neste estudo estão presentes na tabela 3.

Tabela 3 - Valores médios percentuais de rugosidade (Ra, Rz e Rq), dos materiais estudados

Variável	Média $\pm$ dp
<b>Ra</b>	394,2 $\pm$ 192,6
<b>Rz</b>	368,9 $\pm$ 211,8
<b>Rq</b>	384,8 $\pm$ 197,0

\* Valores em porcentagem.

Os parâmetros de rugosidade avaliados apresentaram distribuição normal espécimes apresentaram normalidade.

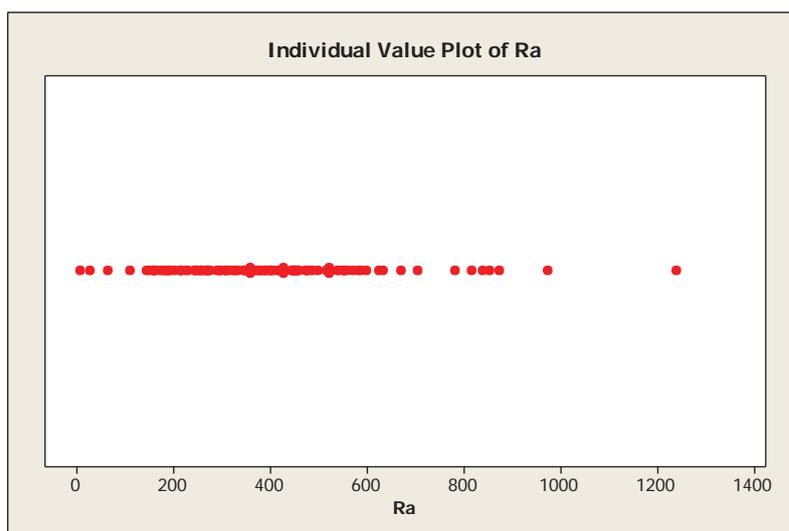


Figura 24 - Dispersão de normalidade do parâmetro Ra.

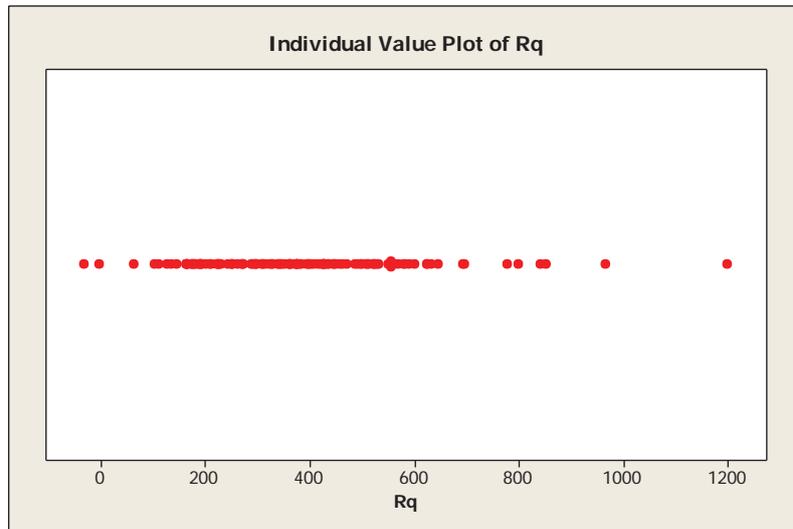


Figura 25 - Dispersão de normalidade do parâmetro Rq.

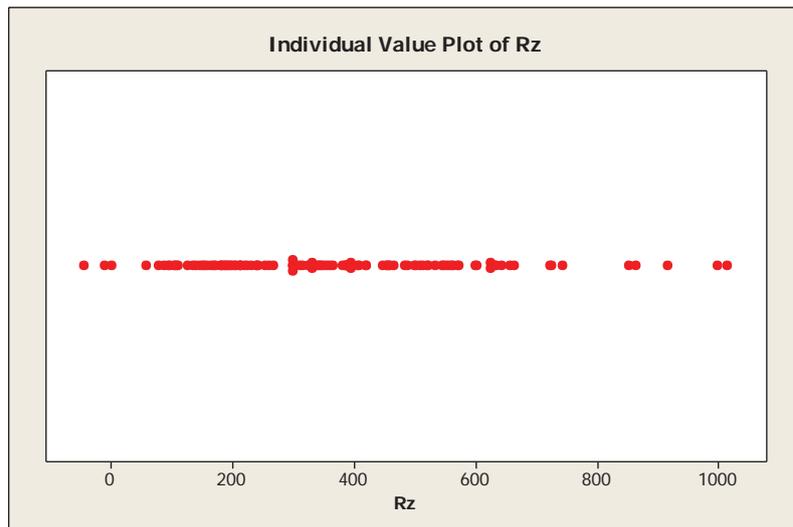


Figura 26 - Dispersão de normalidade do parâmetro Rz.

## 5.2 Resistência de União

Para análise dos resultados obtidos no ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento, inicialmente os dados coletados em kgf foram convertidos em valores de MPa. Após a conversão foram calculadas as médias e desvios padrões da resistência de união da interface liga metálica/ RAAT, através de uma estatística descritiva.

Tabela 4 - Média e D.P. - Tratamento de Superfície – grupo Controle

Variável	A	N	Média	D P	C V (%)
RU	A	10	1.623	± 1.166	71.84
	CM	10	0.000	0.000	-
	CT	10	0.000	0.000	-

\*RU= resistência de união.

Tabela 5 - Média e D.P. - Tratamento de Superfície: grupo Opaco

Variável	A	N	Média	D P	C V (%)
RU	A	10	3.321	1.194	35.94
	CM	10	3.987	2.538	63.64
	CT	10	3.841	1.415	36.85

Tabela 6 - Média e D.P. - Tratamento de Superfície: grupo Primer

Variável	A	N	Média	D P	C V (%)
RU	A	10	6.091	1.895	31.11
	CM	10	0.496	0.845	170.39
	CT	10	5.811	1.976	34.01

Tabela 7 - Média e D.P. - Tratamento de Superfície: grupo Primer e Opaco

Variável	A	N	Média	D P	C V (%)
RU	A	10	4.259	0.855	20.07
	CM	10	3.848	1.604	41.67
	CT	10	1.648	1.366	82.91

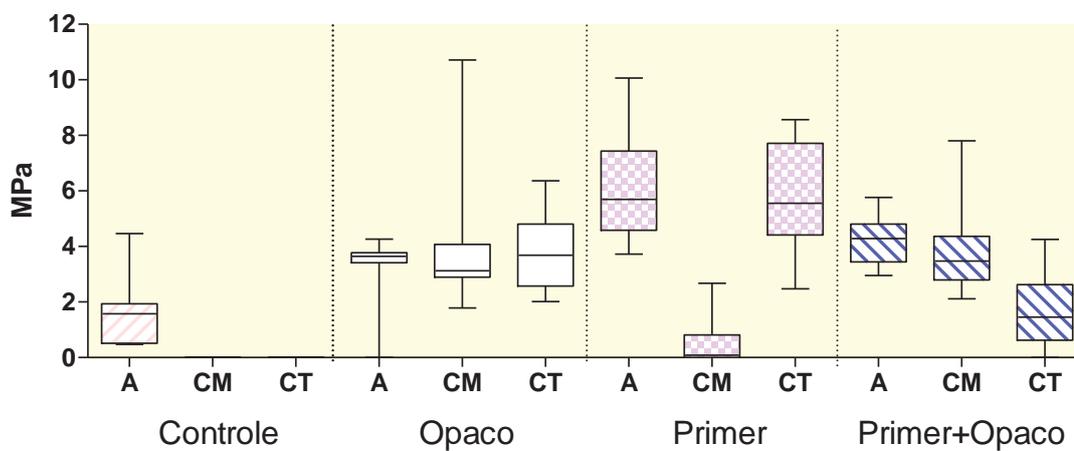


Figura 27 - Gráfico de médias e desvio padrão.

Na tabela 4 é possível observar que os subgrupos do grupo controle, ciclados mecânica e termicamente (C-CM; C-CT), apresentaram resistência zero (0 MPa). O valor zero foi atribuído, pois os dois grupos apresentaram falha pré-teste. Nas tabelas 5, 6, 7 e 8 foram apresentadas as médias, desvio padrão e coeficiente de variação (%). No gráfico anterior (Figura 24) é possível notar a não homogeneidade dos grupos. No gráfico a seguir colocq em evidência a metade principal da distribuição de valores, na parte central (faixa inter-quartil: 25% a 75%) onde encontram-se os dados mais importantes. É possível ainda, verificar a presença de *outliers* (Figura 28).



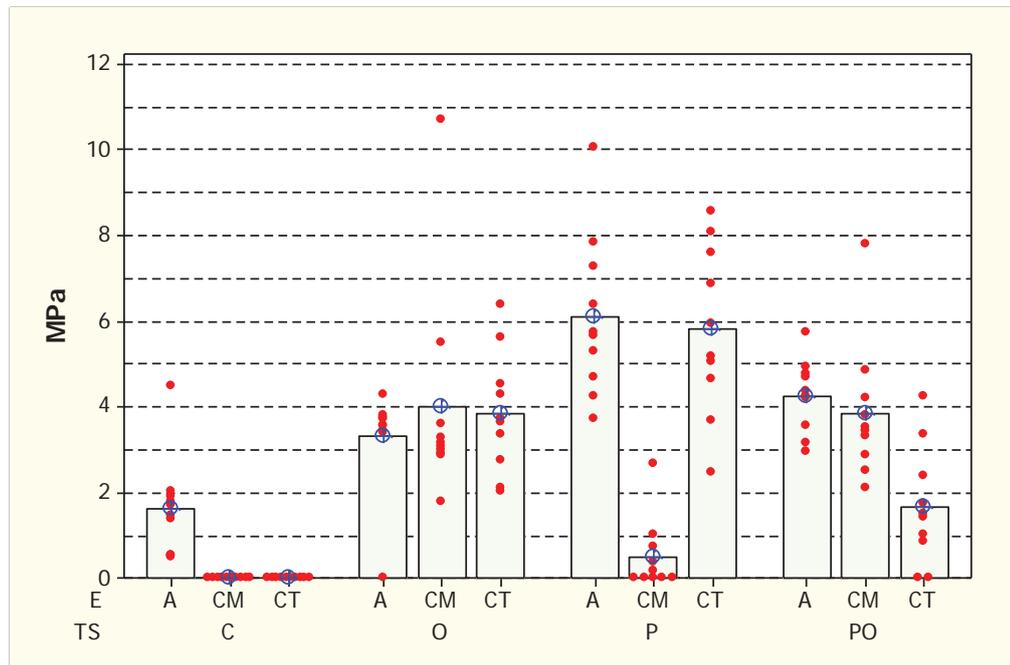


Figura 30 - Gráfico de pontos ao redor da média.

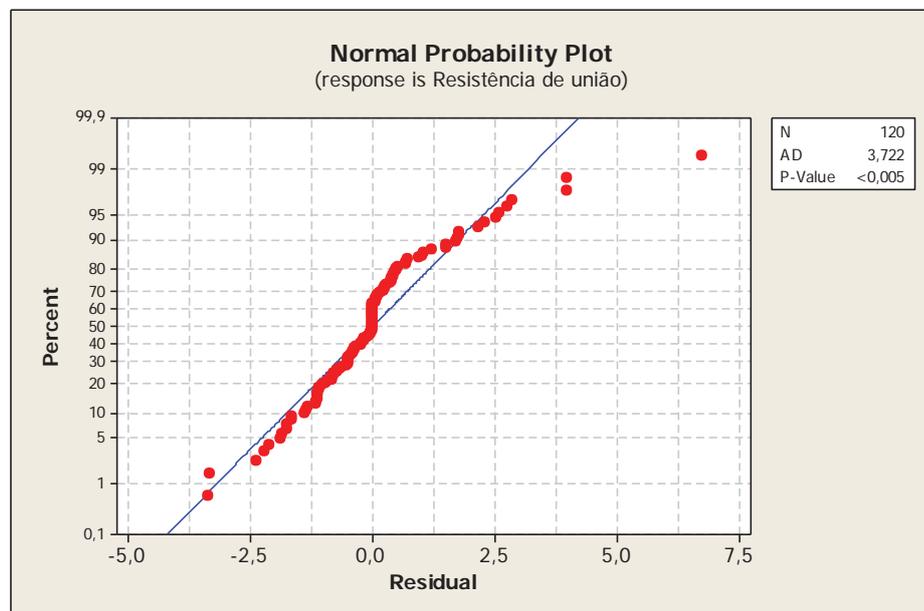


Figura 31 - Gráfico de normalidade de distribuição das médias de resistência de união.

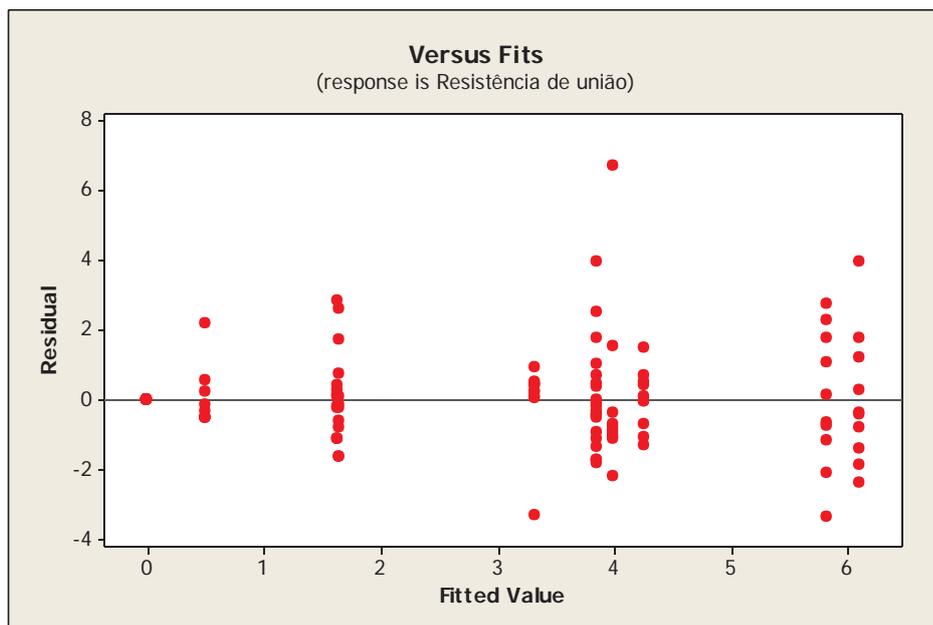


Figura 32 - Gráfico de resíduos.

Após análise de normalidade dos valores obtidos, foi realizada estatística descritiva em função da mediana dos grupos para os três métodos de armazenamento.

Tabela 8 - Estatística descritiva

Variável	Armazenamento	N	Mínimo	Mediana	Máximo	Variação	IQR*
C	A	10	0.480	1.575	4.470	3.990	1.422
	CM	10	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	CT	10	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
O	A	10	0.000	3.645	4.270	4.270	0.365
	CM	10	1.790	3.125	10.710	8.920	1.178
	CT	10	2.020	3.685	6.370	4.350	2.225
P	A	10	3.720	5.700	10.060	6.340	2.852
	CM	10	0.000	0.085	2.670	2.670	0.813
	CT	10	2.470	5.560	8.570	6.100	3.305
PO	A	10	2.950	4.290	5.760	2.810	1.357
	CM	10	2.120	3.470	7.810	5.690	1.575
	CT	10	0.000	1.455	4.250	4.250	2.002

\* IQR – Relação inter quartis.

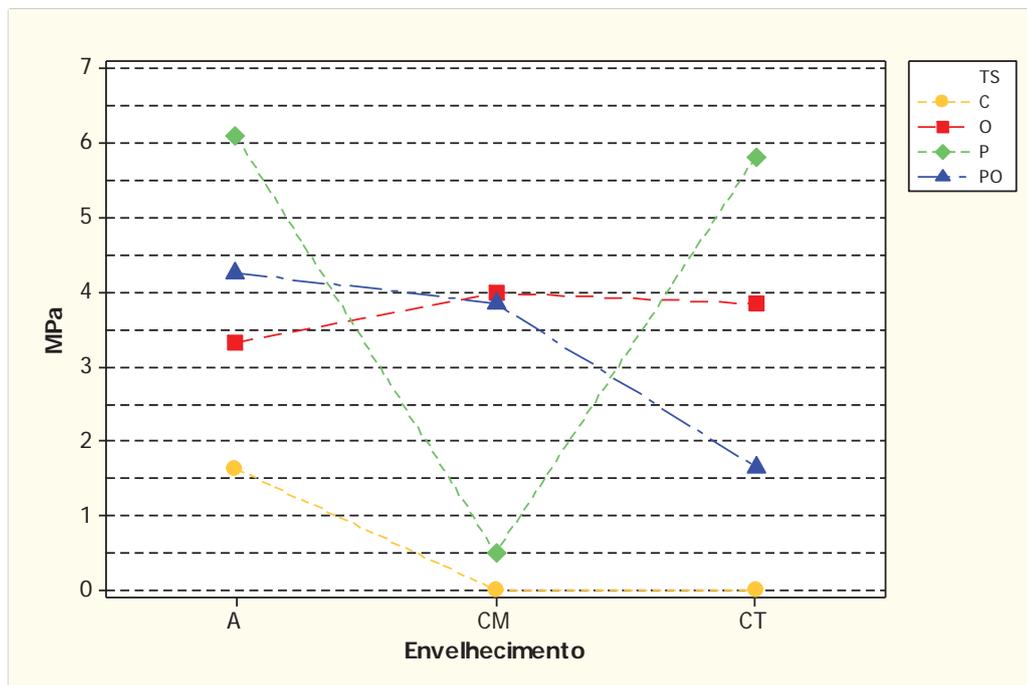


Figura 33 - Gráfico de interação da armazenagem com o tratamento de superfície.

Por este gráfico observa-se que a ciclagem mecânica teve efeito significativo sobre os grupos P e C, sendo que o grupo P obteve os melhores resultados para a armazenagem e ciclagem térmica. A resistência média dos grupos O e PO foi semelhante para ciclagem mecânica e inversa para armazenagem e ciclagem térmica.

O gráfico a seguir evidencia o efeito do método de armazenamento, em relação aos grupos testados. Para os grupos C, P e PO a armazenagem em água gerou maior média de resistência de união, sendo que em o grupo P, armazenado em água obteve a média mais alta semelhante ao mesmo grupo ciclado termicamente. O grupo O obteve médias semelhantes para ambos os métodos de envelhecimento. O grupo controle, independente do método de armazenamento, obteve as menores médias de resistência de união.

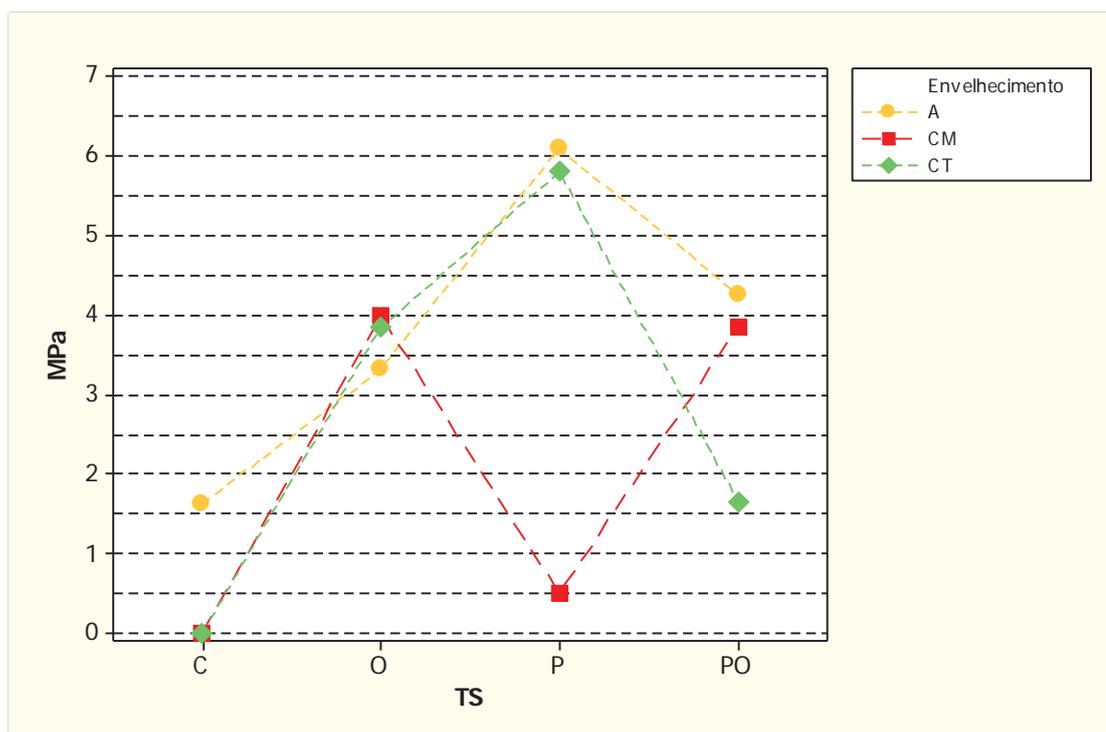


Figura 34 - Gráfico de interação do tratamento de superfície com a armazenagem.

Após análise estatística descritiva, devido a não normalidade dos resultados foi realizado teste não paramétrico Kruskal-Wallis.(p-valor 90.274), utilizando score aproximado (0,00001). Abaixo serão apresentados os gráficos comparativos.

Tabela 9 - Teste não paramétrico Kruskal- Wallis

<b>Variável</b>	<b>Posto médio</b>	<b>Homogeneidade dos Grupos</b>
PA	103.75	A
PT	99.700	A
POA	86.150	A B
OA	71.250	A B C
OCT	77.500	A B C
POCM	74.850	A B C
OCM	70.550	A B C
CA	44.700	B C D
POCT	42.950	B C D
PCM	25.600	C D
CCT	14.500	D
CCM	14.500	D

A fim de verificar se o tratamento de superfície influencia a resistência de união foi realizada a comparação entre os tipos de envelhecimento ( $p < 0,05$ ). Os grupo O ( $p=0,4668$ ) a distribuição de valores não difere. Os valores diferiram para os grupos P e PO como evidenciado nas tabelas a seguir (tabelas 16 e 17).

Tabela 10 - Comparação dos tipos de envelhecimento para o fator Primer

<b>Variável</b>	<b>Posto médio</b>	<b>Conjuntos homogêneos</b>
A	20.800	A
CT	20.100	A
CM	5.600	B

Tabela 11 - Comparação dos tipos de envelhecimento para o fator Primer e Opaco

<b>Variável</b>	<b>Posto médio</b>	<b>Conjuntos homogêneos</b>
A	21.800	A
CT	17.200	A
CM	7.500	B

A fim de comparar os tratamentos de superfície foi considerado o método de envelhecimento ( $p < 0,05$ ). Todos os métodos de envelhecimento diferiram ( $p = 0,00001$ ).

Tabela 12 - Comparação dos tratamentos de superfície para o fator armazenagem

<b>Variável</b>	<b>Posto médio</b>	<b>Conjuntos homogêneos</b>
P	32.900	A
PO	24.100	A B
O	16.800	B C
C	8.200	C

Tabela 13 - Comparação dos tratamentos de superfície para o fator ciclagem mecânica

<b>Variável</b>	<b>Posto médio</b>	<b>Conjuntos homogêneos</b>
PCM	31.100	A
OCM	29.600	A
POCM	13.300	B
CCM	8.000	B

Tabela 14 - Comparação dos tratamentos de superfície para o fator ciclagem térmica

<b>Variável</b>	<b>Posto médio</b>	<b>Conjuntos homogêneos</b>
PCT	33.200	A
OCT	26.400	A B
POCT	15.900	B C
CCT	6.500	C

## 6 DISCUSSÃO

Para que o sucesso clínico de próteses parciais removíveis e próteses *overdenture* seja alcançado é primordial uma união estável na interface liga metálica/resina. A união destes materiais deve ser suficiente para resistir às forças mastigatórias, uma vez que, a falta de adesão entre estes materiais resulta em inconvenientes estéticos e funcionais ao paciente. O descolamento ou fissuras podem influenciar negativamente o desempenho de próteses, a microinfiltração pode causar falha prematura do conjunto, assim, ainda que não ocorra falha catastrófica, as falhas na interface adesiva são críticas por ser porta para colonização bacteriana. (Yoshida et al., 1997; Barclay et al., 2007; Yilmaz et al., 2011).

Neste trabalho avaliou-se a interface de união entre uma liga de Co-Cr e uma resina, variando-se o tratamento da superfície metálica. A liga de Co-Cr foi estudada porque há uma tendência mundial em substituir as ligas de Ni-Be-Cr por Co-Cr, devidos a questões biológicas relacionadas ao Ni e Be (Jóias, 2005). Outro fator importante e vantajoso é a baixa densidade das ligas de Co-Cr ( $8,9 \text{ g/cm}^3$ ), que permite a obtenção de estruturas mais leves e confortáveis. Ainda como vantagens da liga de Co-Cr, fundida por indução/centrifugação, Rodrigues, 2005, observou melhor desempenho da mesma quando comparada com o titânio em relação à presença de porosidades e a microdureza Vickers.

As estruturas metálicas das amostras foram obtidas pela técnica da cera perdida, ao invés do torneamento mecânica de barras fundidas, como o preconizado na metodologia dos trabalhos de Itinoche et al., 1999, Mello et al., 2005. A opção por esta técnica foi devido ao fato

dela estar mais próxima do que é realizado comercialmente em laboratórios de prótese dentária.

Para obter os padrões em cera, foi utilizado o dispositivo idealizado por Jórias et al., 2004. Tomou-se o cuidado de logo após a obtenção dos padrões de cera, incluí-los em revestimento, para evitar distorção da cera. A distorção é provavelmente o problema mais sério que pode ocorrer durante a confecção ou remoção do padrão de cera da boca ou do troquel. Ela é o resultado das alterações térmicas e da liberação de tensões, que se originam da contração durante o esfriamento, do aprisionamento de gases, da alteração de forma durante a modelagem, quando da remoção, e do período e temperatura de armazenagem, Anusavice, 2005. De acordo com Craig et al., 2002 e Craig, Powers, 2004, o tempo decorrido entre o acabamento e a inclusão do padrão de cera deve ser menor do que trinta minutos, porque longos períodos de armazenamento disponibilizam tempo para que as tensões residuais da cera sejam liberadas, incorrendo alterações dimensionais.

Para inclusão dos padrões de cera foram utilizados anéis de silicone e revestimento fosfatado. O revestimento foi manipulado mecanicamente em manipulador à vácuo por um minuto. Aguardou-se a presa do mesmo por vinte minutos para retirar o anel e levá-lo ao forno para eliminação da cera, a uma temperatura de 800 °C.

Segundo Anusavice, 2005, as temperaturas de eliminação de cera e resina para revestimentos aglutinados por fosfato variam de 750 °C a 1030 °C. Estas altas temperaturas descartam a possibilidade de utilizarmos revestimentos aglutinados por gesso, pois acima de 700 °C rachariam produzindo falhas na fundição, além do risco de contaminação da liga.

A liga foi fundida por maçarico/ glp e injetada nos anéis de revestimento por centrifugação. Para Rodrigues, 2005, o sistema de

centrifugação cria uma aceleração vinte vezes maior que a gravidade, resultando em fundições mais precisas, para Anusavice, 2005, existe apenas uma pequena diferença nas propriedades ou na precisão das fundições feitas em qualquer tipo de máquina de fundição, sendo a escolha uma questão de acesso e preferência pessoal.

Após a fundição os espécimes foram removidos do conduto de alimentação, um espécime foi analisado em EDS para quantificação de óxidos presentes na superfície do espécime. Posteriormente os espécimes tiveram a superfície de menor diâmetro regularizada, com disco diamantado e polida com discos para acabamento, resultando em superfícies lisas, brilhantes e polidas. O espécime anteriormente analisado em EDS foi analisado, sendo possível verificar a presença de óxidos provenientes da fundição, bem como, foi possível avaliar em MEV a presença de irregularidades superficiais.

A rugosidade superficial inicial foi mensurada em perfilômetro (Mitutoyo Sul Americana, Suzano, São Paulo, Brasil) a fim de comparar-se a alteração percentual do padrão superficial dos espécimes após o jateamento com  $Al_2O_3$ .

O protocolo de jateamento adotado (150  $\mu m$ / 6 Bar/ 10 s/ 10 mm/ 45°) foi selecionado dentre os muitos protocolos adotados na literatura, sendo este o qual resultaria em maior alteração do padrão superficial do espécime. Tal fato pode ser confirmado no trabalho apresentado por Martinelli et al., 2011, no estudo os autores adotaram diversos protocolos de jateamento observando significativa alteração percentual entre os protocolos adotados. Neste estudo o teste de alteração percentual demonstrou que a rugosidade média ( $R_a$ ) apresentou alteração superficial média (%)  $394,2 \pm 192,6$ . Segundo alguns autores como Marshall et al., 2011, superfícies mais rugosas apresentam superfície de contato maior, assume-se que desta forma

existirá maior embricamento mecânico com o substrato pois o ângulo de contato será maior e o molhamento será melhorado (Barclay et al., 2007), no entanto, dependendo da rugosidade superficial, pode haver dificuldade de preenchimento total das microrretenções, devido à formação de bolhas de ar na interface, prejudicando a união ao substrato (Jóias, 2005).

Alguns autores atribuem ao jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  das superfícies metálicas melhores valores de resistência de união (Almilhatti, 2005; Tango et al., 2006). Tal fato pode ser explicado pelo fato do jateamento aumentar a energia da superfície metálica permitindo um maior molhamento da mesma (Mukay et al., 1995; Anusavice et al., 2005). A utilização de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  com menor grau de pureza pode contaminar a superfície metálica, afetando a zona de aderência do metal ao material restaurador (Anusavice et al., 2005).

Após o jateamento com óxido de alumínio, os espécimes metálicos foram submetidos à limpeza em ultra-som, com álcool isopropílico, para remoção de resíduos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e para desengordurar totalmente as estruturas, evitando assim, contaminação da superfície metálica, o que poderia comprometer a união à superfície metálica, a partir deste momento, as estruturas metálicas foram manipuladas somente com auxílio de pinças, para evitar que a gordura dos dedos as contaminasse.

Posteriormente procederam-se os tratamentos de superfície, de acordo com o delineamento proposto. Em sua revisão Marshall et al., 2010, abordam a ciência adesiva. Os autores classificam os tipos de adesão como: a união física, química e mecânica, sendo que em geral, a união mecânica é o modo mais efetivo para criar fortes ligações. A união química é forte, no entanto, difícil de ser reproduzida ao longo de uma interface, na interface metal/polímero são limitadas à ligações covalentes e iônicas e apresentam resultados muito inferiores de

resistência quando utilizadas como únicas formas de união. Assim, quando estas formas de união são utilizadas em uma abordagem combinada obtém-se uma união mais efetiva ao longo da interface.

Para Mair et al., 2010, a abordagem física tem a finalidade de criar uma superfície rugosa para adesão à resina, esta união ocorre graças as retenções micromecânicas que se une. A técnica de retenção é preferível, uma vez que, os metais nobres não são susceptíveis ao ataque eletrolítico, devido a sua estrutura homogênea, assim ainda que os protocolos de jateamento resultem em algum grau de perda de superfície, o jateamento é técnica de remoção de óxidos e retenção micromecânica mais utilizada para preparação da superfície metálica.

Para este estudo, para o grupo controle foi delineado de acordo com o estudo de Marshall et al., 2010, sendo selecionado o tratamento de superfície mais efetivo, a união micromecânica. De acordo com o esperado no grupo CA ( $1,623 \pm 1,166$  MPa) observou-se o pior menor resultado de resistência de união. Nos grupos com diferentes métodos de envelhecimento, CCT e CCM, observou-se falha pré - teste de todos os espécimes destes grupos. Admite-se que estes grupos tenham sido expostos aos piores cenários: ciclagem térmica e ciclagem mecânica, o que reforça o exposto por Marshall et al., 2010, e Yilmaz et al., 2011, que a união micromecânica gera melhores resultados de união, no entanto, esta deve ser preterida à uma abordagem combinada que gera uma união mais estável e efetiva, principalmente quando para a união química são utilizados agentes de união com MDP.

Em 1987, Kojima et al., desenvolveram um *primer* (VBATDT) que seria uma alternativa ao sistema silano, usado em conjunto com MMA-TBB, que em geral aumenta a união da interface. Nas técnicas de abordagem combinada, após o jateamento da superfície com  $Al_2O_3$  revestido por sílica há necessidade de utilizar um agente silano para

facilitar a união de resinas compostas à superfície tratada (Mair et al., 2010). Nas últimas décadas os *primers* foram aprimorados e hoje são utilizados para aumentar o molhamento da superfície metálica viabilizando maior embricamento na interface metal/resina.

No estudo de Ikemura et al., 2011, concluiu-se que a utilização de *primers* que contém monômero ácido a união da superfície metálica à resina torna-se mais efetiva, uma vez que, MAA são capazes de interagir com os óxidos metálicos na superfície de metálica, ampliando sua capacidade adesiva. Tal fato pode ser comprovado pelos resultados obtidos pelos grupos armazenados em água (CA =  $1,623 \pm 1,166$  MPa; OA =  $3,321 \pm 1,194$  MPa; PA =  $6,091 \pm 1,895$  MPa; POA =  $4,259 \pm 0,855$  MPa), os grupos PA e POA, POA e OA, OA e CA foram semelhantes entre si. A hipótese nula ( $H_0$ ) foi rejeitada.

Estes grupos não foram submetidos à fadiga, pois objetivou-se o relaxamento das tensões induzidas no ato da confecção das amostras. Com base nos resultados obtidos, ainda que haja semelhança estatística entre os grupos citados o grupo POA apresentou menor taxa de variação e menor desvio padrão, sendo o grupo mais estável para a condição de armazenagem. Estudos, como de Kawaguchi et al., 2011, sugerem que *primer* com MDP é mais efetivo no condicionamento de monômeros carboxílicos, como 4-Meta, utilizado neste estudo, este fato corrobora com os resultados obtidos pelos grupos PA e POA que apresentaram semelhança estatística e maiores valores de resistência de união.

Para Oyafuso et al., 2003 e Minami et al., 2008, os efeitos da termociclagem podem ser notados a partir de 5000 ciclos. Os valores mínimo e máximo de temperatura foram estipulados por Mair et al., 1989, que descobriu que a temperatura em boca varia de 0 °C, ao tomarmos sorvete, à 60 – 65 °C ao comermos um sanduíche de queijo quente. Para

alguns autores a ciclagem térmica é pouco significativa, uma vez que, em boca é um evento pouco comum, no entanto é um evento possível como, por exemplo, ao comer um bolo quente com sorvete. A crítica a este método de envelhecimento é devido ao fato de que em um curto período de tempo a temperatura variar acentuadamente, resultando em choque térmico na camada mais externa do espécime, o que exerce pouco efeito na massa interna do espécime, enquanto em boca a variação de temperatura ocorre de maneira menos severa, de forma lenta e gradual (Mair et al., 2010). A ciclagem térmica não tem necessariamente um efeito significativo, mas pode levar a descolagem espontânea espécimes (Matinlinna et al., 2006; Kern et al., 2009; Wolfart et al., 2007, Kawaguchi et al., 2011) este fato pôde ser observado nos grupos CCT e POCT, sendo que em CCT todos os espécimes apresentaram falha pré-teste.

Neste estudo foram realizados 10000 ciclos térmicos (5 – 55 °C / 30 s). Os resultados obtidos pelo grupo PO demonstram que a ciclagem térmica reduz significativamente a resistência de união, uma vez que, o grupo POCT apresentou diferença estatística significativa ( $p < 0,05$ ) quando comparado ao grupo POA. No grupo O não houve diferença entre os métodos de envelhecimento e no grupo P a ciclagem térmica (PCT) foi estatisticamente semelhante ao grupo armazenado em água (PA). Para Kern, Thompson (1995) em alguns casos o armazenamento em água e ciclagem térmica resultaram aumento da resistência de união em quando em períodos menores 30 dias e 7500 ciclos, respectivamente, no entanto, em períodos maiores, 150 dias e 37500 ciclos, a resistência de união foi diminuída, já para Kawaguchi et al., 2011, no grupo jateado a resistência de união foi menor antes da termociclagem (10000 ciclos: 5 – 55 °C/ 60 s). Assim a hipótese H0<sub>3</sub> foi rejeitada.

A ciclagem mecânica visa simular a condição mais comum ativa em boca que é a compressão cíclica. A maioria dos estudos *in vitro* utilizam testes monotônicos como tração, compressão,

cisalhamento, entre outros, para estudar e determinar as propriedades de materiais ou para um *ranking* comparativo entre os materiais. Como os testes monotônicos aplicam um aumento de carga único nos espécimes até sua ruptura, não há falha por danos cumulativos como ocorre em boca (Scherrer et al., 2003).

Para este estudo foi determinado um número de ciclos, preconizado pela literatura para RAAQ, e que se correlacionasse à quantidade de ciclos térmicos, desta forma foram determinados 10000 ciclos, 1 - 150 N e 3,8 Hz. Diferentemente das outras condições de armazenamento para a condição de ciclagem mecânica os grupos POCM e OCM foram estatisticamente semelhantes e superiores aos grupos PCM e CCM que foram também estatisticamente semelhantes entre si.

Devido ao limitado número de estudos da interface metal/RAAQ não há uma discussão sobre o melhor método para determinação da resistência de união, ainda que estes estudos adotem a resistência ao cisalhamento. Já para estudos da interface metal/cerâmica diversos métodos têm sido propostos para quantificação da união, no entanto nenhum é completamente isento de erros, devido à complexidade da interface metal/cerâmica, e nenhum deles estabeleceu um protocolo final para os testes (Hofstede et al., 2002; Özcan, 2003; Anusavice et al., 2005). Haveria uma condição mais adequada, se a interface metal/cerâmica apresentasse coeficientes de contração semelhantes de modo que a porcelana adjacente à interface fosse totalmente livre de tensões. No entanto esta é uma situação praticamente impossível de se obter, pois o metal exibe um comportamento de contração linear, em função da temperatura, e a porcelana, um comportamento não linear de contração (Anusavice et al., 2005). Desta forma, os testes mais indicados seriam aqueles em variáveis experimentais mínimas, e com a menor quantidade de tensões residuais na interface metal/cerâmica. A crítica a muitos destes testes, como por exemplo, nos ensaios de resistência à

flexão, em que se avaliam diferentes ligas metálicas, uma vez que, a ruptura da cerâmica depende do módulo de elasticidade do metal testado. Uma liga com maior módulo de elasticidade pode resistir à flexão por mais tempo, produzindo maior tensão de ruptura. O que torna os resultados dependentes destes fatores podendo haver confusão no objeto de estudo, ou seja, pode haver confusão quanto ao que se está testando, se é a resistência adesiva ou o módulo de elasticidade do metal que está sendo testado (Hammad, Talic, 1995; Jóias, 2005).

Analisando-se as propriedades da interface metal/ resina, observa-se que a resistência ao cisalhamento e à tração são relativamente baixas, em relação à sua resistência à compressão, portanto, falhas prematuras sob forças intraorais de tração ou cisalhamento, que se somam, podem ser a causa primária de falhas (Anusavice et al., 2005). Os autores consideraram o teste de resistência ao cisalhamento como um dos métodos mais confiáveis na avaliação da união, pois concentra a força aplicada no ponto de união entre os dois materiais, nas condições estudadas. A resistência ao cisalhamento consiste em opor-se a forças de deslizamento de uma porção de um corpo sobre o outro, calculada pela divisão da força pela área paralela ao direcionamento da força (Anusavice et al., 2005). Para possibilitar a realização do ensaio de cisalhamento os corpos de prova foram embutidos em RAAQ para formar a base que permitiu o uso do dispositivo (figura 14). Para verificar a interferência do material nos resultados foi simulado por meio da Análise de Elementos Finitos, no software ANSYS Workbench (Ansys Inc. - Canonsburg, Pensilvânia, EUA) uma comparação de comportamento, tendo como referência um material de alta rigidez, o aço, e verificou-se que a dissipação das tensões na interface apresentou comportamento muito semelhante. Esta metodologia foi escolhida por já ter sido utilizada por outros autores (Kawaguchi et al., 2011; Yilmaz et al., 2011), com bons resultados.

Considerando o teste monotônico utilizado, os métodos de envelhecimento e os resultados obtidos forneceram dados relevantes para interpretação da interface em estudo, bem como da utilização de agentes de união, no entanto é sensato afirmar que mais estudos que explorem a interface metal/resina contribuirão de forma relevante para que a união seja mais dependente da afinidade dos materiais, que do formato da infraestrutura metálica.

## 7 CONCLUSÃO

Com base nos dados obtidos neste estudo é possível concluir que: a abordagem combinada para tratamento da superfície metálica foi mais efetiva, implicando em resistência de união superior quando comparada a retenção mecânica (grupo C). Os métodos de envelhecimento negativamente a resistência de união dos grupos C, P,PO.

## 8 REFERÊNCIA\*

Anusavice KJ, Ringle RD, Fairhurst CW. Bonding mechanism evidence in a ceramic nonprecious alloy system. *J Biomed Mater Res.* 1977; 11(5): 701-9.

Anusavice KJ et al. *Phillips Science of dental materials.* 11ªed. Philadelphia WB Saunders Company; 2005.

Almilhatti HJ, Giampaolo ET, Beloti EAG, Neppelenbroek KH. Resistência ao cisalhamento da união entre revestimentos estéticos e NiCr utilizando dois condicionadores de metal. *Cesumar.* 2005;7(2):127-32.

Almilhatti HJ, Giampaolo ET, Vergani CE, Machado AL, Pavarina AC, Betiol EA. Adhesive bonding of resin composite to various Ni-Cr alloy surfaces using different metal conditioners and a surface modification system. *J Prosthodont.* 2009;18(8):663-9.

Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater.* 2010;26(2):50-62.

Baran G, McCool J, Paul D, Boberick K, Wunder S. *Weibull Models of Fracture Strengths and Fatigue Behaviour of Dental Resins in Flexure and Shear.* *J Biomed Mater Res.* 1998;43(3):226-33.

Baran G, Boberick K, McCool J. Fatigue of restorative materials. *Crit Rev Oral Biol Med.* 2001;12(4):350-60.

---

\* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [homepage na Internet Bethesda: US NLM; c2003 [disponibilidade em 2008 ago; citado em 25 ago.] Disponível em [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

Barclay CW, Spence D, Laird WR, Marquis PM, Blunt L. Micromechanical versus chemical bonding between CoCr alloys and methacrylate resins. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2007;81(2):351-7.

Bulbul M, Kesim B. The effect of primers on shear bond strength of acrylic resins to different types of metals. *J Prosthet Dent* 2010; 103(5):303-8.

Craig RG, Powers JM, Wataha JC. *Materiais Dentários: Propriedades e Manipulações.* 7 ed. São Paulo: Ed Santos, 2002.

Craig RG, Powers JM. *Materiais Dentários Restauradores.* 11<sup>a</sup> ed. São Paulo: Editora Santos, 2004;

Daftary F, Donovan T. Effect of four pretreatment techniques on porcelain-to-metal bond strength. *J Prosthet Dent.* 1986;56(5):535-9.

Della Bona A, van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res.* 1995;74(9):1591-6.

Fujishima A, Fujimori S, Tamaki Y, Miyazaki T, Fujishima Y, Shiba A. A basic study on the fabrication of titanium veneered crown with resin composites. (Part 2). Effect of surface treatments on bonding of resin composites with titanium. *J J Dent Mater* 1995;14(*special issue*):78.

Graham JD, Johnson A, Wildgoose DG, Shareef MY, Cannavina G. The effect of surface treatments on the bond strength of a nonprecious alloy-ceramic interface. *Int J Prosthodont.* 1999;12(4):330-4.

Herö H, Syverud M, Gjonnes J. Ductility and structure of some cobalto - base dental casting alloys. *Biomaterials.* 1984;5(4):201-8.

Hofstede TM, Ercoli C, Graser GN, Tallents RH, Moss ME, Zero DT. Influence of metal finishing on porcelain porosity and beam failure loads at the metal interface. *J Prosthet Dent.* 2002;84(3):309-17.

Ibrahim RM. Scanning and electron microprobe analysis of metalporcelain interface. *Egypt Dent J.* 1995;41(4):1469-78.

Ikemura K, Fujii T, Negoro N, Endo T, Kadoma Y. Design of a metal primer containing a dithiooctanoate monomer and a phosphonic acid monomer for bonding of prosthetic light-curing resin composite to gold, dental precious and non-precious metal alloys. 2011;30(3):300–7.

Ishii T, Koizumi H, Tanoue N, Naito K, Yamashita M, Matsumura H. Effect of alumina air-abrasion on mechanical bonding between an acrylic resin and casting alloys. *J Oral Sci.* 2009;51(2):161-6.

Itinoche MK, Kimpara ET, Bottino MA, Neiser MP, Oyafuso DK. Study of the shear bond strength between metal alloys and composite materials for aesthetic veneer: ceromer and polyglass. *Braz Dent Sci.* 1999;2(2):70-8.

Jóias RM. Avaliação da resistência de união entre cerâmica e ligas de Co-Cr por meio de teste de cisalhamento [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos: Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP; 2005.

Jóias RM, Tango RN, Araújo JEJ, Araújo MAJ, Saavedra, GSFA; Paes-Junior TJA; Kimpara ET. Shear bond strength of a ceramic to Co-Cr Alloys. *J Prosthet Dent.* 2008;99(1):54-9.

Kawaguchi T, Shimizu H, Lassila L V J, Vallittu P K, Takahashi Y. Effect of surface preparation on the bond strength of heat-polymerized denture base resin to commercially pure titanium and cobalt-chromium alloy. *Dent Mater J* 2011;30(2):143–50.

Kern M, Thompson VP. Durability of resin bonds to a cobalt-chromium alloy. *J Dent.* 1995;23(1):47-54.

Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res.* 2009;88(9):817-22.

Kim S-S, Vang M-S, Yang H-S, Park S-W, Lim H-P. Effect of adhesive primers bonding strength of heat cure denture base resin to cast titanium and cobalt-chromium alloy. *J Adv Prosthodont.* 2009;1(1):41-6.

Kim JT, Cho SA. The effects of laser etching on shear bond strength at the titanium ceramic interface. *J Prosthet Dent.* 2009;101(2):101-6.

Kim JY, Pfeiffer P, Niedermeier W. *Effect of laboratory procedures and thermocycling on the shear bond strength of resin-metal bonding systems.* *J Prosthet Dent.* 2003;90(2):184-9.

Kojima AN, et al. Efeito do tratamento de superfície do titânio comercialmente puro na resistência de união ao cisalhamento. *Pesq Bras Odontoped Clin Integr.* 2009;9(1):113-17.

Krejci I, Lutz F. Marginal adaptation of Class V restorations using different restorative techniques. *J Dent.* 1991;19(1):24-32.

Lohbauer U, von der Horst T, Frankenberger R, Krämer N, Petchelt A. Flexural fatigue behavior of resin composite dental restoratives. *Dent Mater.* 2003;19(5):435-40.

Loughran G, Versluis A, Douglas WH. Evaluation of sub-critical fatigue crack propagation in a restorative composite. *Dent Mater.* 2005;21(3):252-61.

Mair LH. Surface permeability and degradation of dental composites resulting from oral temperature changes. *Dent Mater.* 1989; 5(4): 247-55.

Mair LH, Padipatvuthikul P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. *Dent Mater* 2010;26(2):17-23.

Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dent Mater.* 2010;26(2);11-6.

Martinelli CSM, Macedo VC, Marinho CC, Tango RN, Kimpara, ET. CoCr alloy: Different protocols of air blasting with aluminum oxide [abstract]. *Academy of Dental Materials Annual Meeting.* *Dent Mater* 2011.

Matinlinna JP, Heikkinen T, Özcan M, Lassila LVJ, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater.* 2006;22(9):824-31.

May KB, Russell MM, Razzoog ME, Lang BR. The shear strength of polymethyl methacrylate bonded to titanium partial denture framework material. *J Prosthet Dent.* 1993;70(5):410-3.

Melo RM, Travassos AC, Neisser MP. Shear bond strengths of a ceramic system to alternative metal alloys. *J Prosthet Dent.* 2005;93(1):64-9.

Minami H, Suzuki S, Minesaki Y, Kurashige H, Tanaka T. In vitro evaluation of the effect of the thermal and mechanical fatigues on the bonding of an autopolymerizing soft denture liner to denture base materials using different primers. *J Prosthodont.* 2008;17(5):392-400.

Moharamzadeh K, Hooshmand T, Keshvad A, Van Noort R. Fracture toughness of a ceramic-resin interface. *Dent Mater.* 2008;24(2):172-7.

Oyafuso DK, Bottino MA, Itinoche MK, Nasraui AP, Costa EMV. Influência do agente de união na resistência ao cisalhamento da interface titânio/polímero de vidro. *J Appl Oral Sci.* 2003;11(3):203-8.

Özcan, M. Fracture reasons in ceramic-fused-to-metal restorations. *J Oral Rehabil.* 2003;30(3):265-9.

Palmer DS, Barco MT, Billy EJ. Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *J Prosthet Dent.* 1992;67(3):325-7.

Passos SP, Zogheib LV, Souza ROA, Abreu CW, Kimpara ET. Influência de diferentes dispositivos de ensaio utilizados no teste de resistência de união ao cisalhamento do titânio (Ti CP) a uma resina indireta. *Rev Bras Cienc Saúde.* 2010;14(1):93-98.

Placido E, Meira JBC, Lima RG, Muench A, Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: A finite element stress analysis. *Dent Mater.* 2007;23(9):1086-92.

Radhi A, Juszczak AS, Curtis RV, Sherriff M, Radford DR, Clark RKF. Effect of GC MetalPrimer II on bond strength of heat-cured acrylic resin to titanium alloy (Ti-6Al-4V) with two different surface treatments. *Eur J Prosth Rest Dent*. 2008;16(3):132-37.

Roach M. Base metal alloys used for dental restorations and implants. *Dent Clin N Am* 2007;51(3):603-27.

Saraçoğlu A, Cura C, Cötert HS. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic samples. *J Oral Rehabil*. 2004;31(8):790-7.

Sarafianou A, Seimenis I, Papadopoulos T. Effectiveness of different adhesive primers on the bond strength between an indirect composite resin and a base metal alloy. *J Prosthet Dent*. 2008;99(5):377-87.

Scherrer SS, Wiskott AH, Coto-Hunziker V, Belser UC. Monotonic flexure and fatigue strength of composites for provisional and definitive restorations. *J Prosthet Dent*. 2003;89(6):579-88.

Suzuki M, Yamamoto M, Fujishima A, Miyazaki T, Hisamitsu H, Kojima K, Kadoma Y. Raman and IR studies on adsorption behavior of adhesive monomers in a metal primer for Au, Ag, Cu, and Cr surfaces. *J Biomed Mater Res*. 2002, 62(1):37-45.

Taira Y, Kamada K. Effects of primers containing sulfur and phosphate monomers on bonding type IV gold alloy. *J Dent*. 2008;36(8):595-99.

Taira Y, Kamada K, Atsuta M. Effect of primers containing thiouracil and phosphate monomers on bonding of resin to Ag-Pd-Au alloy. *Dent Mater J*. 2008;27(1):69-74.

Taga Y, Kawai K, Nokubi T. New method for divesting cobalt-chromium alloy castings: Sandblasting with a mixed abrasive powder. *J Prosthet Dent*. 2001; 85(4):357-62.

Tango RN, Jóias RM, Saavedra GSFA, Nishioka R. Avaliação da resistência da união metal-cerâmica utilizando diferentes agentes de união. *Cienc Odontol Bras* 2006;9(1):17-23.

Tanoue N, Matsumura H, Atsuta M. Curing depth of four composite veneering materials polymerized with different laboratory photo-curing units. *J Oral Rehabil*. 1998;25(5):348-52.

Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Do dental composites always shrink toward the light? *J Dent Res* 1998;77(6):1435-45.

Wagner WC, Asgar K. Effect of interfacial variables on metal-porcelain bonding. *J Biomed Mater Res*. 1993;27(4):531-7.

Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater*. 2007;23(1):45-50.

Wu Y, Moser JB, Jameson LM, Malone WFP. The effect of oxidation heat treatment on porcelain bond strength in selected base metal alloys. *J Prosthet Dent*. 1991;66(4):439-44.

Yamauchi M, Sakai M, Kawano J. Clinical application of pure titanium for cast plate dentures. *Dent Mater J*. 1988;7(1):39-47.

Yilmaz A, Akyil MS, Hologlu B. The effect of metal primer application and Nd: YAG laser irradiation on the shear-bond strength between polymethyl methacrylate and cobalt-chromium alloy. *Photomed Laser Surg*. 2011;29(1):39-45.

Yoshida K, Kamada K, Taira Y, Atsuta M. Effect of three adhesive primers on the bond strengths of four light-activated opaque resins to noble alloy. *J Oral Rehabil*. 2001;28(2):168-73.

**ANEXO A - Resultados do teste de resistência de união**

CA	CCM	CCT	OA	OCM	OCT	PA	PCM	PCT	POA	POCM	POCT
1.78	0.00	0.00	4.27	3.08	6.37	5.29	0.00	5.16	4.68	3.33	1.03
1.45	0.00	0.00	0.00	3.27	2.11	7.30	2.67	8.10	3.54	4.87	0.00
4.47	0.00	0.00	3.57	2.98	3.37	7.84	0.74	3.70	4.23	3.44	2.38
0.48	0.00	0.00	3.76	1.79	5.61	5.73	0.00	5.04	3.17	3.82	3.36
1.70	0.00	0.00	3.82	2.87	3.64	3.72	0.00	2.47	4.76	7.81	1.42
0.52	0.00	0.00	3.54	3.59	2.02	6.37	0.00	4.65	4.35	2.12	0.00
1.38	0.00	0.00	3.42	2.90	4.30	5.67	0.17	8.57	4.21	2.89	1.72
2.03	0.00	0.00	3.73	5.51	2.73	4.70	0.35	5.96	4.94	2.50	0.83
0.51	0.00	0.00	3.72	3.17	3.73	4.23	1.03	7.59	5.76	4.20	1.49
1.91	0.00	0.00	3.38	10.71	4.53	10.06	0.00	6.87	2.95	3.50	4.25

**ANEXO B: Modelos- análise em elementos finitos.**

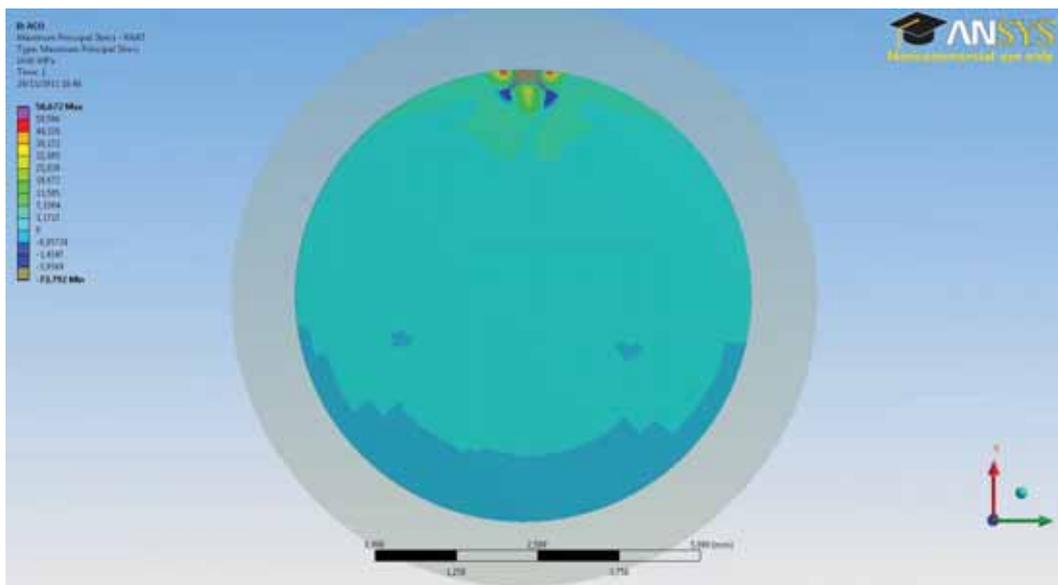


Figura 35 - Simulação do espécime em suporte metálico.

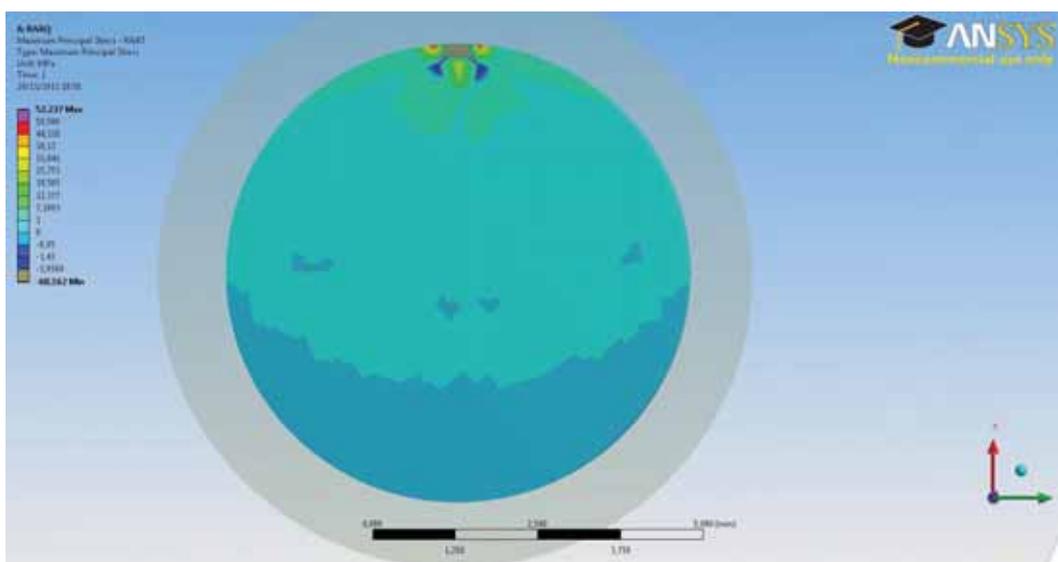


Figura 36 - Simulação do espécime em suporte de RAAQ.