Universidade de São Paulo
Faculdade de Odontologia

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE O TITÂNIO
FUNDIDO E CIMENTOS RESINOSOS, COMPARADA
COM A DE UMA LIGA DE NÍQUEL-CROMO**

RODRIGO DE OLIVEIRA FRANÇA

Tese apresentada à Faculdade de
Odontologia da Universidade de São
Paulo, para concorrer ao título de
Doutor, pelo Curso de Pós-Graduação
em Odontologia,

Área de Concentração: Materiais
Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Antonio Muench

São Paulo

2000

A minha família que contribuiu
decisivamente para esta vitória e
a memória de meu irmão Francisco
em cuja sombra de sua perda
este trabalho foi elaborado.

Ao Orientador

Prof. Dr Antonio Muench

“Todo animal deixa marcas do que ele foi,
só o homem deixa marcas do que ele criou...

Ele não é uma figura na paisagem,
mas sim o seu modelador”.

Jacob Bronowski (1873)

As palavras não são suficientes para
externar a felicidade por tê-lo
como orientador e amigo.

Muito obrigado

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. José Fortunato Ferreira dos Santos, digníssimo diretor da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, pela amizade e incentivo durante o curso e na formulação deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Antonio Muench, Titular do Departamento de Materiais Dentários da FOUSP, pela ajuda na análise estatística dos resultados além da orientação segura recebida durante todo o curso.

Aos Prof. Dr. Joel Bianchi e Prof. Dr. Leonardo Eloy Rodrigues Filho, pelos alegres momentos de convivência e pelos incentivos nas horas de adversidade.

Ao Prof Dr. Paulo Eduardo Capel Cardoso pela amizade e incentivo na carreira docente.

Aos demais professores do Departamento de Materiais Dentários: Prof^a Dr^a Rosa Helena , Prof. Dr. Rafael Balester, Prof. Dr. Walter Gomes e Prof. Dr. Roberto Braga.

Ao amigo Prof. Dr. Pedro Bignelli, pelos momentos felizes.

Aos colegas que comigo lecionam, Carlos Francci, Milton Lázaro, Paulo César, Paulo Sérgio, pela torcida para que este trabalho se concretizasse.

Ao laboratório Vaiazzi que gentilmente permitiu a confecção dos corpos-de-prova em suas instalações e equipamentos.

A Heraus Kulzer, especialmente na pessoa de seu diretor José Floriano, pela atenção na execução na parte laboratorial do experimento .

Aos técnicos José Ailton e Antônio Lascalla e a secretária Rosa Cristina, pela ajuda na execução deste trabalho.

A todos muito obrigado.

“Como o ferro com o ferro se aguça,
assim o homem ao seu amigo”.

(Prov.27:17)

SUMÁRIO

p.

RESUMO

1. INTRODUÇÃO	01
2. REVISÃO DA LITERATURA	04
3. PROPOSIÇÃO	45
4. MATERIAL E MÉTODOS	46
5. RESULTADOS	61
6. DISCUSSÃO	66
7. CONCLUSÕES	74
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	75

SUMMARY

APÊNDICE

LISTA DE TABELAS

p.

TABELA 5.1 - Análise de variância da resistência de união63

TABELA 5.2 - Médias de resistência de união (MPa), por ensaio de tração, dos fatores principais (cimento, conjugação liga/revestimento, tratamento superficial e desgaste) e valores críticos para contrastes64

TABELA 5.3 - Médias de resistência de união (MPa), por ensaio de tração, correspondentes à interação cimento x tratamento de superfície, e valor crítico para contrastes64

TABELA 5.4 - Médias de resistência de união (MPa), por ensaio de tração, correspondentes à interação cimento x conjugação liga/revestimento x tratamento superficial x desgaste65

RESUMO

RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE O TITÂNIO FUNDIDO E CIMENTOS RESINOSOS, COMPARADA COM A DE UMA LIGA DE NÍQUEL-CROMO

O objetivo da pesquisa foi avaliar a resistência de união entre o titânio fundido e cimentos resinosos, comparada com a de uma liga de níquel-cromo. Os fatores estudados foram: *cimentos* (Enforce, Cimento de resina 3M, Cement-it); *conjugação liga/ revestimento* (titânio obtido com revestimento com α case e sem α case e liga de níquel-cromo, com fosfatado); *tratamento superficial* (jateamento com óxido de alumínio e sistema Siloc); *desgaste* (cimentação antes do desgaste e depois). Para os espécimes foram obtidos discos por fundição, que foram jateados com óxido de alumínio. A metade foi cimentada depois desse tratamento e outra após a aplicação do Siloc. A armazenagem foi por 5 dias fazendo-se termociclagem (1.000 ciclos). Após o rompimento dos espécimes, por ensaio de tração, as superfícies cimentadas foram desgastadas com lixa nº 200 e novamente cimentadas.

As conclusões foram: houve grande diferença entre cimentos; o titânio e o níquel-cromo nas devidas condições apresentaram retentividades semelhantes; o Siloc aumentou muito a retenção; o desgaste só influiu um pouco no titânio α case.

1. INTRODUÇÃO

A Odontologia moderna se preocupa em atingir todas as possibilidades de obter adesão entre os materiais e a estrutura dental. Sem dúvida isto tem sido um fator importante na execução de preparos cavitários mais conservativos e na diminuição do índice de microinfiltração e conseqüente recidiva de cárie.

Muito embora a exigência estética atual limite o uso de restaurações metálicas fundidas, a indicação de ligas metálicas ainda se torna necessária quer seja pelo seu custo, por sua técnica de confecção ou pelo ótimo conjunto de propriedades mecânicas desejáveis.

Neste contexto estudar os mecanismos de adesão ao metal se torna importante. Pois uma união forte e duradoura entre dente e liga metálica aumentará significativamente a segurança do profissional, diminuindo assim a necessidade de desgaste da estrutura dental sadia, com finalidade de criar retenções mecânico-retentivas.

Muitos trabalhos tem mostrado que é possível atingir uma boa resistência de união entre ligas clássicas (sistemas Au-Cu, Au-Pd, Pd-Ag) e ligas de metais básicos (Ni-Cr e Co-Cr). Porém na última década um novo metal , o titânio, tem sido introduzido na prática restauradora. Alicerçado em

propriedades como resistência mecânica alta, baixa densidade e principalmente excelente biocompatibilidade comprovada pela implantodontia, este metal e suas ligas tem prometido bons resultados na clinica restauradora.

Segundo McAuliffe & Bricklebank (1994), o titânio foi descoberto em 1791 pelo clérigo inglês William Gregor, que investigava uma terra negra de Cornwall. Em 1795, foi encontrado no rutilo pelo químico alemão Martin Klaproth, pensando tratar-se de um novo elemento, chamou-o pelo nome que tem hoje.

O titânio é um metal de transição, de baixa densidade (peso específico 4,51), de número atômico 22 e massa atômica 47,90. Branco (cinza prateado), lustroso. Tem excelente resistência à corrosão, já foi inclusive imerso por três anos na água do mar sem que nada sofresse. Na Terra é o segundo elemento de transição mais comum (0,63% da crosta terrestre) atrás apenas do ferro, contudo não existe em estado livre. Apresenta-se na perovskita (CaTiO_3) , na titanita ou esfeno (CaTiSiO_3), no dióxido de titânio (TiO_2), principalmente no rutilo (TiO_2 tetragonal) e na ilmenita (FeTiO_3) dos quais no Brasil as maiores reservas estão nos estados de Minas Gerais , Bahia e Ceará.

A produção industrial de titânio metálico só se tornou possível (segundo McAuliffe & Bricklebank) depois que Kroll ,em 1936, inventou um processo de redução a magnésio: $\text{TiCl}_4 + 2\text{Mg} \rightarrow 2\text{MgCl}_2 + \text{Ti}$. É usado na fabricação de geradores elétricos, pigmentos (por serem excelentes refletores de infravermelho) e principalmente na industria aeroespacial.

Na Odontologia restauradora tem se usado o titânio puro ou grau 1 (99,5%), porém o seu uso ainda está limitado devido ao seu complexo processo de fundição. Dentre outros problemas, o titânio pode reduzir óxidos que são utilizados na fabricação dos cadinhos e dos revestimentos de inclusão do padrão formando uma camada superficial de silicato de titânio, óxido de titânio e soluções sólidas de titânio denominada *alfa case* (*a case*).

O comportamento desta camada superficial na resistência de união adesiva com materiais cimentantes resinosos ainda é pouco conhecida, por isso será feita uma consulta na literatura.

2. REVISÃO DA LITERATURA

Em 1984, Musil descreveu o uso de uma técnica ao qual denominou Silicoater. Consistia em depositar sobre a superfície do metal, previamente jateado, uma camada de óxido de sílica ($\text{SiO}_x\text{-C}$). O autor realizou vários testes comparativos com diferentes métodos de retenção e ligas empregadas (NiCr, AgPd, CoCr e seis ligas áuricas). Pelos testes, o autor verificou um aumento substancial na resistência de união por ensaios de tração e cisalhamento. Entre os fatores que possibilitaram estes resultados, o autor destacou: a possível união química entre o silano e a resina adesiva e a baixa tensão superficial da superfície tratada, o que provoca um ângulo de contato pequeno. O autor recomendou o uso do Silicoater para todas as técnicas onde é necessário a união resina/metal.

Thompson *et al.* , em 1985, compararam a resistência de união de 3 resinas: Super-Bond C&B (4-meta metil-metacrilato), Chemiace (4 meta com Bis-GMA) e Panavia Ex (Bis-GMA com um radical éster fosfórico) que têm a capacidade de se aderirem quimicamente ao metal. Foram confeccionados corpos-de-prova com 6 mm de diâmetro e 2 mm de espessura e fundidos com as ligas Rexillum III, Now Chrom II, Cobond e Microbond. Previamente à fixação os corpos-de-prova foram submetidos a 4

aquecimentos a 940 °C, simulando a cocção da porcelana e, logo após a fixação, foram armazenados a 37 °C e submetidos à ciclagem térmica entre 5 e 55 °C, por 2.500, 6.000 e 10.000 vezes. Após os testes, os corpos de prova separados foram examinados por meio de um microscópio para avaliar a característica das superfícies fraturadas. Os autores concluíram que: (1) a resina Panavia Ex apresentou fraturas do tipo coesiva; (2) a ciclagem térmica não teve influência na resistência de união da resina Panavia Ex com as várias ligas utilizadas; (3) a resistência de união entre as ligas e as resinas Super-Bond e Chemicore foi acentuadamente reduzida com a ciclagem térmica; (4) a resistência de união da resina Panavia Ex, entre a superfície metálica tratada com jatos de óxido de alumínio e o esmalte condicionado pelo ácido, foi comparável aos corpos de prova com ataque eletrolítico fixados ao esmalte com resina Comspan; (5) a grande capacidade adesiva da resina Panavia Ex, após extensivos testes de ciclagem térmica, garante sua utilização clínica.

Em 1985, Jenkins & Aboush avaliaram a resistência de união entre discos fundidos de uma liga de Ni-Cr (Wiron 88), cimentados com a resina Panavia Ex ou por meio desta e o esmalte dental. Discos com 10 mm de diâmetro e 1,0 de espessura foram submetidos a um ciclo de simulação de cocção da porcelana e, em seguida, preparados para fixação passando por três procedimentos: (1) abrasão com lixa de granulação 600; (2) jateamento com óxido de alumínio; (3) ataque eletrolítico em solução fornecida pelo fabricante da liga, a 250 mA/cm² por 5 minutos e limpos com HCl 18% por 5 minutos. Os espécimes de esmalte lingual de pré-molares

humanos foram lixados com lixas de granulação 600 e condicionados por ácido por 1 minuto. A resistência de união foi determinada após 24 horas de armazenamento em água a 37°C, onde os seguintes valores foram observados em (MPa) : (1) $41,72 \pm 4,03$; (2) $43,29 \pm 4,29$; (3) $39,42 \pm 4,37$. A resistência de união ao esmalte foi, nas mesmas unidades, de $16,18 \pm 3,37$ que está de acordo com os resultados desse teste para as resinas compostas do tipo Bis-GMA. O tipo de fratura da união com a liga foi sempre coesiva, para o esmalte ocorreu no próprio esmalte ou de modo adesivo-coesivo.

Em 1986, Zardiackas *et al.* compararam a resistência de união de duas resinas (Comspan e ESPE “E”) em duas ligas de Ni-Cr (Biobond Plus e Cobond). Foram confeccionados discos de 6 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento e submetidos ao ciclo de cocção de porcelana, a jatos de óxido de alumínio e ataque eletrolítico. Os corpos-de-prova assim tratados, receberam uma camada de agente de união e outra de resina e foram fixados entre si, ficando armazenados por 7 dias em uma solução de Ringers a 37°C, quando então foram realizados os testes de tração à velocidade de 0,25 mm/minuto. Os autores também realizaram a fixação de corpos-de-prova em esmalte bovino atacado com ácido que da mesma maneira foram armazenados em solução de Ringers a 37°C e submetidos aos testes descritos anteriormente. Os resultados obtidos foram de 356,63 a 262,47 kgf/cm² (MPa: 34,97 e 25,74) para a liga Biobond e 172,27 e 128,75 kgf/cm² (MPa: 16,89 e 12,63) para a liga Cobond cimentadas com Comspan e ESPE “E”, respectivamente. Para a liga Biobond Plus, quando fixada ao

esmalte bovino apresentou resultados de 170,58 e 100,15 kgf/cm² (MPa: 16,73 e 9,87) para Comspan e ESPE “E”, respectivamente. A combinação Comspan/Biobond Plus alcançou os melhores resultados dentre os materiais.

Pegoraro & Barrack , em 1987, compararam a resistência de união de restaurações metálicas usando retenções mecânicas e químicas, variando os desenhos das infra-estruturas e efetividade de dois agentes de união. Para o trabalho foram utilizados 90 molares recém-extraídos, onde após serem fixados em blocos de resina, receberam 4 tipos de preparo (só em esmalte) para prótese adesiva: preparo 1 - desgastes lingual e proximais com um nicho oclusal; preparo 2 - desgastes lingual e proximais com dois nichos oclusais; preparo 3 - desgastes lingual e proximais com caixa ocluso-proximal e preparo 4 - para coroa total. As infra-estruturas foram fundidas de uma liga de Ni-Cr-Be (Litecast B) e as restaurações atacadas eletroliticamente foram fixadas com Conclude, usando 2 agentes de união no esmalte (Scotchbond e Concise) e as tratadas somente com jatos de óxido de alumínio foram fixadas com Panavia Ex. Após a fixação, as restaurações foram removidas por tração em uma máquina de ensaios universal a uma velocidade de 0,5 mm/minuto. Com base nos resultados, os autores concluíram que: (1) as restaurações fixadas com a combinação Scotchbond/Conclude não apresentaram diferenças estatisticamente significantes com aquelas fixadas apenas com Conclude; (2) comparando os 4 tipos de preparos entre si, verificaram que aqueles fixados com Conclude no preparo nº 4 apresentaram os melhores resultados, seguidos os preparos

números 2, 1 e 3; (3) com Panavia Ex, o preparo número 4 apresentou os melhores resultados seguidos pelos preparos números 3, 1 e 2; (4) em geral a resina Panavia Ex mostrou maior resistência ao deslocamento que as restaurações fixadas com a combinação Scotchbond/Conclude; (5) os resultados sugeriram que as restaurações fixadas com Conclude ou Panavia Ex podem ser usadas com sucesso para próteses fixas adesivas em dentes posteriores.

Em 1987, Aboush & Jenkins avaliaram a resistência de união da interface metal/resina/esmalte de 4 resinas utilizadas para a fixação de próteses fixas adesivas. Grupos de 10 cilindros de uma liga de Ni-Cr receberam tratamento de acordo com o tipo de resina a ser empregada: jatos de óxido de alumínio com partículas de 50 μm para a Panavia Ex, oxidação com o permanganato de potássio para Super-Bond, ataque eletrolítico para Conclude e aplicação do líquido *metal clearing* para a resina ABC. Para os testes de tração, os cilindros foram fixados ao esmalte, condicionado da superfície lingual de terceiros molares humanos e os resultados obtidos foram em kgf/cm^2 (MPa) 289,58 (28,40) para Panavia Ex, 271,23 (26,60) para Super-Bond, 225,34 (22,10) para Conclude e 148,87 (14,60) para ABC. A análise de variância revelou diferenças significantes entre as 4 resinas. A análise dos corpos-de-prova mostrou que fraturaram em nível do esmalte, com ABC as falhas ocorreram na interface esmalte/resina e com Super-Bond e Conclude as falhas foram do tipo adesiva/coesiva.

Atta *et al.*, em 1987, compararam as resistências de união por ensaio de tração e cisalhamento de 2 resinas de adesão química Panavia Ex e ABC, em superfícies metálicas tratadas com jatos de óxido de alumínio, em relação à resina Comspan utilizada em superfícies metálicas atacadas eletroliticamente, com pérolas e com cristais de sal, como meios de retenção. Foram confeccionados 10 pares de discos fundidos de Ni-Cr com 7,0 mm de diâmetro que, depois de fixados, foram armazenados em água por 1 semana. Os testes de tração e cisalhamento foram realizados em uma máquina de ensaios universal e as observações realizadas em microscópio de luz e varredura. Os autores concluíram que os adesivos químicos (Panavia Ex e ABC) mostraram valores mais altos de resistência à tração, sendo que o Panavia Ex apresentou a maior média de resistência ao cisalhamento.

Em 1988, Watanabe *et al.* objetivaram determinar a resistência de união de 3 cimentos adesivos (Panavia Ex, ABC e Super-Bond C&B) e dois convencionais (Conclude e Kerr) em duas ligas metálicas: uma de Ni-Cr-Be (Rexillum III) e uma de ouro tipo IV. Cada liga recebeu dois tipos de tratamentos: jateamento com óxido de alumínio e ataque eletrolítico para a liga de Ni-Cr-Be e jateamento com óxido de alumínio e eletrodeposição de estanho para a liga de ouro tipo IV. Após a fixação, os corpos de prova foram armazenados em água destilada a 37 °C por 24 horas e a 70 °C por 30 dias, sendo então submetidas ao teste de tração à velocidade de 0,5 mm/minuto. Para ambos os períodos de armazenamento, a liga de Ni-Cr-Be atacada eletroliticamente e fixada com os cimentos adesivos apresentaram

os valores mais altos de resistência à tração (201 e 184 kgf/cm² - 19,7 e 18,0 MPa para a resina ABC; 223 e 254 kgf/cm² - 21,9 e 24,9 MPa para a Panavia Ex; 280 e 281 kgf/cm² - 27,5 e 27,6 MPa para Super-Bond C&B respectivamente para 24 horas e 30 dias) comparativamente ao jateamento com óxido de alumínio (258 e 76 kgf/cm² - 25,3 e 7,5 MPa para a resina ABC; 202 e 104 kgf/cm² - 19,8 e 10,2 MPa para a Panavia Ex; 245 e 254 kgf/cm² - 24,0 e 24,9 MPa para Super-Bond respectivamente para 24 horas e 30 dias). Estes resultados foram também superiores aos alcançados com as resinas compostas convencionais. As resinas adesivas apresentaram melhor união à liga de Ni-Cr-Be jateada com óxido de alumínio do que ao ouro tipo IV recoberto com estanho, indicando que os componentes adesivos têm uma afinidade maior aos óxidos presentes na superfície da liga de Ni-Cr-Be que ao óxido de estanho.

Taira *et al.*, em 1989, examinaram o efeito de elementos de liga com o titânio fundido. A estrutura metalúrgica, as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão *in vitro* foram estudadas para quatro ligas de titânio fundidas com Ti-6Al-4V, Ti-15V, Ti-20Cu, e Ti-30Pd. Uma "máquina de fundição Castmatic" dental foi utilizada. A fundição envolveu arco voltaico argônio e subsequente vácuo/argônio pressurizado. As fotomicrografias revelaram grãos bastante grandes nas estruturas fundidas. As análises de difração por RX, em metais de Ti fundidos, mostraram a presença da fase de quase-equilíbrio. A resistência mecânica do Ti fundido podia ser significativamente aumentada pela formação de ligas. Medidas de microdurezas das ligas de Ti fundidas mostraram distribuição de dureza,

diminuindo a partir da superfície para o interior, devido à reação da superfície do molde. Todas as ligas de Ti fundido examinadas mostraram uma forte tendência de passividade ao teste de corrosão. Os presentes resultados sugerem que aquelas ligas de Ti fundidas tem características promissoras para futuro uso odontológico.

Hehner & Heidemann, em 1989, ao estudar a tolerância biológica de espécimes de titânio puro, bem polidos, e os de ligas de titânio Ti-6Al-4V, como também Ti-5Al-2,5Fe, não observaram nenhum efeito no comportamento do crescimento e ou alteração morfológica em células gengivais humanas, células epiteliais e culturas de fibroblastos. O crescimento das células em contato com todos os três materiais foi desinibido. Também ao SEM foi mostrado o crescimento de fibroblastos nas superfícies dos espécimes. Nenhuma diferença pôde ser achada entre biocompatibilidade de ligas de titânio e do titânio puro. Os autores consideraram como decisiva a camada estável de óxido na superfície dos espécimes, o que garantiu a resistência à corrosão.

Também em 1989, Mueller analisou materiais de revestimento para fundição de Ti, utilizando microscópio eletrônico de varredura (SEM) e microanálises radiográficas de energia dispersa (EDS). Dois materiais de revestimento comercial, Ohara e Castmatic, e um material experimental, zircônia, foram analisados. Os componentes microestruturais foram dispersados e outras estruturas foram incluídas. Partículas refratárias grandes e partículas pequenas da matriz de cada material foram observadas. A observação de alumínio, sílica, magnésio, zircônio e oxigênio,

forneceu uma base para a razão da presença de alumina (Al_2O_3), sílica (SiO_2), magnésia (MgO), e zircônia (ZrO_2). Conseqüentemente, o Ohara continha quartzo e um alumino-silicato, Castmatic continha magnésia e quartzo, e Zircônia experimental continha zirconia e um alumino-silicato, usado como agente de união entre os componentes, que promove expansão dos refratários. Para o Castmatic, a resistência fria se deveu ao cloreto de cálcio e silicato de cálcio e a resistência após a queima foi devido ao $2\text{MgO}.\text{SiO}_2$. Também surgiu a presença de cálcio e cloro na matriz de zircônia experimental, cloreto de cálcio como aglutinante. Extensas microrrachaduras ocorreram ao redor das partículas refratárias e na matriz de zircônia experimental que provavelmente foram resultado da inversão do agente de união em 1400°C , da grade monoclinica para a tetragonal.

Schaffer & Dumfahrt, em 1989, estudaram por microscopia eletrônica de varredura (SEM) a morfologia da superfície das fundições de Ti puro após ataque químico, onde se procurou criar microrretenções. O ataque ácido falhou em produzir estruturas retentivas melhores que as obtidas por microabrasão com Al_2O_3 de 50 μm . Os valores da resistência de adesão, da superfície tratada por Silicoater e Wiron 88 (agente de adesão do Comspan), em testes de cisalhamento eram consideravelmente mais altos que com microjateamento e ataque ácido (os agentes adesivos foram: Comspan, ABC-Zement, Superbond). Os autores concluíram dizendo que o uso clínico do procedimento de Silicoater em restaurações parece fornecer um mecanismo retentivo satisfatório para armações de titânio.

Hamanaka *et al*, em 1989, estudaram o desenvolvimento de uma nova máquina de fundição para titânio e Ligas de Ni-Ti. Foram estudadas as propriedades de fundição do titânio puro e ligas de Ni-Ti por testes de tração. Todo o gás do molde foi removido quando este foi aquecido num ambiente de alto vácuo, diminuindo a reação entre o metal líquido e o molde. O novo sistema de controle e os dois tipos de cadinhos desenvolvidos provaram ser muito úteis para prevenção de macro defeitos internos nas fundições e para melhoria da fundibilidade. As propriedades mecânicas e fundibilidade do titânio puro foram melhoradas. As ligas de Ni-Ti puderam ser fundidas sem perda de seu efeito de memória de forma ou características de superelasticidade. A nova máquina de fundição parece promissora para a fundição de titânio e Ligas de Ni-Ti. Além disso, pode-se fundir estas ligas, usando técnicas e revestimentos convencionais.

Miyakawa *et al.*, em 1989, estudaram o Ti comercial quando fundido em um molde que era feito de um revestimento fosfatado de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$. Análises elementares da zona interfacial da fundição foram feitos com uma sonda de elétrons micro-analizadora. A zona interfacial era composta de quatro camadas: a reagente ou camada externa de fundição, a segunda camada que continha O- e Al- denominados alfa estabilizadores dando o nome a esta camada de *alfa case*, a terceira camada em que Si, P, O, e C era heterogeneamente concentrada, e a quarta camada que consistia em cristais como placas. Foi observado que quanto maior o volume fundido, quanto mais alta a temperatura do molde, mais espessas se tornaram as camadas e a mais era a dos grãos como placas. Provavelmente a estrutura

em camadas foi formada através de decomposição de espécie redutível do revestimento e difusão dos elementos resultantes para dentro da fundição.

Flood *et al.*, em 1989, compararam a resistência adesiva entre as ligas Rexillum III (com berílio) e NP2 (sem berílio) e 3 grupos de resinas (compostas convencionais: Concise e Silar; resinas para fixação de próteses adesivas: Comspam, Conclude; resinas adesivas: Panavia Ex e Super-Bond C&B). As estruturas metálicas receberam ataque eletrolítico e foram unidas, permanecendo imersas em água por 7 dias a 23°C. Os ensaios de ruptura foram por tração, a uma velocidade de 1mm/min. Os resultados mostraram que não houve diferenças significantes entre os 2 primeiros grupos de resina. As resinas Panavia Ex e Super Bond C&B conduziram a resistências de união significantemente superiores às dos outros 2 grupos.

Atta *et al.*, em 1990, compararam a resistência de união das resinas Panavia Ex, Super-Bond C&B e ABC, com uma liga de Ni-Cr (Microbond NP₂), tratada com jatos de óxido de alumínio. A avaliação da resistência de união foi realizada após a imersão em água e ciclagens térmicas entre 5 e 60°C (500 ciclos) por 6 meses. A resina Panavia Ex apresentou os melhores resultados mesmo com os testes de ciclagem térmica. Para as resinas ABC e Super Bond C&B, a resistência de união não foi significantemente alterada com a ciclagem térmica, entretanto, a imersão em água por 6 meses causou diminuição significativa na resistência de união com a resina ABC.

Hibino *et al.* num estudo, feito em 1990, compararam a resistência dos cimentos dentais para as fundições de titânio com liga de ouro (Tipo IV),

liga de 12% Au-Ag-Pd e liga de Ni-Cr usada na prática odontológica. Nesta condição experimental, o cimento de fosfato de zinco não aderiu em qualquer liga testada. A resistência à tração da junta adesiva do cimento de policarboxilato e fundições de titânio foi 96 kg/cm^2 (9,4 MPa), mais ou menos duas vezes tão altos quanto aquela da liga de ouro (Tipo IV). A resistência de adesão do cimento de ionômero de vidro em fundições de titânio foi 32 kg/cm^2 , (3,1 MPa) mais ou menos duas vezes tão altas quanto aquelas de ligas preciosas dentais. A resistência de adesão do cimento resinoso em fundições de titânio foi 220 kg/cm^2 (21,6 MPa), cerca de três vezes como aquelas de ligas preciosas dentais.

Kuroiwa *et al.*, em 1990, disseram que as ligas de titânio e titânio puros têm excelente biocompatibilidade, excelente resistência à mancha de corrosão, um quarto do peso específico das ligas de ouro e propriedades mecânicas satisfatórias para uso clínico. Porém, o titânio tem algumas características indesejáveis. Por exemplo, tem uma alta temperatura de fusão e grande reatividade química em temperaturas altas. A influência da temperatura do molde na fundibilidade e as propriedades mecânicas das fundições de titânio foram estudadas. A fundibilidade foi avaliada como boa em várias temperaturas de molde, mas nas mais altas durante a fundição, maior adesão entre a superfície de titânio e do revestimento foi encontrada. Observou-se também que uma camada de superfície rica em Si tinha sua espessura aumentada consideravelmente com o aumento da temperatura. A dureza também aumentava de forma diretamente proporcional ao aumento da temperatura do molde na hora da fundição. Os autores concluíram que há

uma relação entre o valor de dureza Vickers e a espessura da camada rica em Si. No teste de resistência à tração das fundições de titânio, houve a diminuição dos valores de alongamento e da resistência, em decorrência do aumento da temperatura do molde.

Hansson , em 1990, estudou a resistência de adesão de um cimento de resina com diferentes jatos de areia ou Silicoater aplicados aos metais, quando avaliados antes e depois da termociclagem. O efeito de diferentes tempos de armazenamento e diferentes camadas de proteção na resistência de adesão também foi testado. Finalmente, a influência da contaminação com saliva também foi investigada. A aplicação do Silicoater aumentou a resistência de união significativamente. As resistências de adesão mais altas corresponderam ao sistema de Wirobond Silicoated e titânio, que não foram suscetível à ciclagem térmica; as retenções dos metais microjateados com areia foram os menos resistentes, e também foram sensíveis à termociclagem. A influência na resistência de adesão em ligas de ouro tratadas com Silicoater, protegidas com uma camada de resina composta não polimerizada, armazenadas em sacolas plásticas fechadas hermeticamente até 7 dias, eram desprezíveis. A contaminação com saliva não influenciou a resistência de adesão. Preferentemente, Wirobond com Silicoater e titânio devem ser usados para próteses adesivas.

Em um novo estudo em 1990, Hibino testou a influência do tipo de liga e do tratamento superficial na resistência de união dos cimentos. Também, a influência da espessura do filme de cimentos na retenção de diferentes ligas de fundição foi examinada. Quatro diferentes cimentos

(fosfato de zinco, policarboxilato, ionomero de vidro e cimentos resinosos) e quatro ligas de fundição dental diferentes (sendo 2 de Au-Ag-Cu, Ag-Pd endurecido, e Ni-Cr) foram usadas. Ao cimentar os corpos de prova para os ensaios de tração, foram determinados, através de um dispositivo, as variações de espessura de película do cimento.. A espessura de filme do cimento foi ajustada para 20, 30, 50, 75 ou 100 μ m. A resistência de adesão de cada cimento e ligas de fundição diferentes, em cada espessura era determinada um dia depois das barras terem sido cimentadas. A retentividade do cimento de fosfato de zinco não pôde ser determinada neste estudo devido à separação dos corpos de prova na água, antes do teste de ruptura por tração. A resistência de união do cimento resinoso para algumas ligas mostrou-se maior; porém, o cimento ionômero de vidro, para qualquer liga, conduziu à adesão mais baixa. A liga de Ni-Cr apresentou retentividade mais alta com qualquer cimento, comparado a outras ligas. As retentividades diminuíram significativamente com o aumento da espessura do filme da camada de cimento. O cimento resinoso apresentou a maior resistência de união e o cimento ionômero de vidro foi o mais baixo em retentividade, em qualquer espessura. O tratamento de oxidação aumentou significativamente a união adesiva do cimento resinoso para ambas as ligas Au-Ag-Cu e ligas de Ag-Pd. A resistência de adesão do cimento resinoso foi a mais dependente da espessura do filme, e o cimento de policarboxilato foi o menos dependente entre os cimentos examinados. O tratamento de oxidação para as ligas preciosas pode ser um fator que contribui para o aumento da resistência de adesão do cimento resinoso.

Walter & Boning , em 1991 , afirmaram que, por causa da excelente biocompatibilidade, o titânio pode ser considerado um material ideal para reconstruções protéticas. Especialmente para ligas de metal básico, o titânio é uma excelente alternativa devido ao baixo custo, porém sua confecção é ainda problemática. Neste contexto um sistema de fundição de pressão/vácuo e uma combinação de usinagem e eletroerosão são descritas e investigadas. Ambas as técnicas foram satisfatórias para fabricar restaurações protéticas com uma alta precisão de ajuste. Os problemas em fundições dentais decorrem de uma reação superficial de cerca de 40-100 μ m de espessura. Nenhuma conclusão final relativa às combinações metalocerâmicas pode ser feita no momento por falta de resultados em diferentes testes mecânicos de adesão. Devido ao restante das dificuldades, a importância futura do titânio em Odontologia protética não pôde ainda ser prognosticada.

Klinger *et al.*, em 1991 , examinaram o sistema de fundição de titânio Cyclarc (Morita) por sua conveniência na obtenção de restaurações. O material de revestimento Titavest CB não exibiu nenhuma expansão de presa. A expansão térmica, observada foi altamente dependente da relação líquido/pó e a temperatura durante o preaquecimento. A fundibilidade de titânio puro é completamente aceitável para a fabricação de restaurações protéticas. As coroas unitárias mostraram uma alta precisão de ajuste, quando usada uma relação líquido/pó adequada para o revestimento.

Em 1991, Watanabe *et al.* desenvolveram um novo método (TEM, rastreamento de elemento líquido) que fornece a visualização do fluxo de

titânio na cavidade de molde. O método foi aplicado para investigar o fluxo em uma malha padrão. Quando uma máquina de fundição por pressão foi usada, a maioria das barras da malha eram compostas de muitas camadas de solidificação, que indicaram que o fluxo era lamelar e quase estacionário. Quando uma máquina de fundição por centrifugação foi usada, o fluxo era quase irregular e uma pilha de camadas de solidificação era observada em alguns segmentos. Estes resultados indicaram que o fluxo era turbilhonar. A conclusão foi que numa cavidade complexa, como um padrão de malha, pressão em lugar de centrífugação fornece uma condição de fundição mais favorável.

Ishijima *et al.*, em 1992, estudaram as resistências de união de uma resina composta com várias ligas de fundição, empregando três sistemas adesivos - Silicoater, Panavia, e Superbond C&B. As superfícies de metal foram somente tratadas com jatos de óxido de alumínio antes da aplicação do adesivo. Os autores concluíram que a ciclagem térmica, causou uma redução na resistência de adesão para todas as combinações dos sistemas e ligas adesivas, mas o sistema de Silicoater registrou a maior retentividade. O sistema Superbond C&B (4 Meta) foi equivalente ao sistema Panavia, em resistência de adesão, para a maioria dos metais, e exibiu resistência maior com outros.

Imbery *et al.*, em 1992, ensaiaram a resistência de união entre ligas e cimentos, por ensaios de tração. As ligas foram Ni-Cr-Be (Rexillum III) e AuPd (Olympia), condicionadas com Silicoater e microjateamento com óxido de alumínio (50 μm). Os cimentos empregados foram: Comspan; Panavia

Ex; C&B Metabond. Os corpos-de-prova de AuPd microjateados, em que seria utilizado o Panavia Ex, foram estanhados superficialmente. Após a cimentação todos os corpos-de-prova foram submetidos à ciclagem térmica. Os melhores resultados foram obtidos com a liga AuPd, microjateada e estanhada e cimentada com Panavia Ex ($168,2 \text{ kgf/cm}^2$ – $16,5 \text{ MPa}$). A liga Rexillum III, tratada com Silicoater e cimentada com C&B Metabond, alcançou $147,9 \text{ kgf/cm}^2$ ($14,5 \text{ MPa}$). Com a liga Rexillum III microjateada e cimentada com C&B Metabond obtiveram apenas $131,5 \text{ kgf/cm}^2$ ($12,9 \text{ MPa}$).

Cooley *et al.*, em 1992, avaliaram dois adesivos, Super Bond e Panavia em testes de adesão por cisalhamento com a dentina. Vinte dentes humanos foram usados para cada adesivo. As resistências de adesão eram determinadas com uma máquina de testes Instron após 24 horas. O Super Bond desenvolveu a adesão mais resistente, de $21,59 \pm 3,91 \text{ MPa}$. Panavia conduziu uma resistência de adesão mais baixa, de $2,68 \pm 1,45 \text{ MPa}$. Os mesmos dois adesivos foram aplicados em espécimes de Ni-Cr e comparado a Comspan. Vinte espécimes de Rexillum III foram usados para cada adesivo após 24 horas e 20 para termociclagem. Os espécimes de metal foram microjateados com óxido de alumínio de $50 \mu\text{m}$. Os adesivos foram aplicados na superfície do metal, conforme as instruções dos fabricantes. Um grupo foi testado após 24 horas, enquanto o segundo grupo foi testado depois da termociclagem (2.500 ciclos a 60°C e 6°C). Após 24 horas, Super Bond teve uma adesão significativamente maior que os outros materiais. Quando comparado em 24 horas de termociclagem, o Comspan

teve um aumento significativo na retenção, já o Panavia não teve nenhuma mudança significativa e o Super Bond teve uma significativa diminuição na resistência de adesão. Depois de 2.500 termociclagens, Comspan, Panavia, e Super bond não apresentaram diferenças significativamente em adesão.

Mori, em 1993, referiu-se a um revestimento convencional de sílica (SiO_2) para a fundição de titânio puro quando esta se faz na máquina especificamente desenvolvida para este metal. O titânio, altamente reativo quando líquido, reduz SiO_2 e titânio é por sua vez oxidado. As alternativas possíveis para SiO_2 foram estudadas na última década e MgO e Al_2O_3 são os componentes mais comuns nos atuais revestimentos comerciais lançados para fundição de titânio. A superfície, das fundições de titânio, apresenta uma estrutura disposta em camadas e sua avaliação em relação ao desempenho clínico exige estudo adicional. O autor terminou dizendo que tem se tornado urgente o conhecimento dos fenômenos de presa e o comportamento térmico dos revestimentos recentemente desenvolvidos para que se consiga sucesso na compensação da contração do metal.

Hansson & Moberg , em 1993, estudaram três métodos diferentes de aumentar a resistência de adesão da resina ao metal. Foram testados: a técnica de Silicoater original, a técnica de Silicoater MD, e o Sistema Rocatec. Os metais usados foram o ouro, liga de cromo de cobalto (Co-Cr), e titânio. A técnica de Silicoater original produziu as resistências de adesão mais altas, especialmente quando usado com a liga de Co-Cr e titânio. A técnica de Silicoater MD mostrou as resistências mais baixas para todos os metais em teste. O armazenamento por 7 dias, com filme protetor na

superfície com Silicoater, a adesão não foi afetada, quando comparada com de outros espécimes, logo depois de coladas. A retenção da resina para os espécimes de ouro (sistema de Rocatec) diminuiu depois da termociclagem, mas a retenção para liga de Co-Cr e titânio não foi afetada. Vários cimentos de resina foram testados e mostraram a mesma retenção com a exceção de Microfill Pontic, que apresentou uma resistência a adesão menor. Usando microscopia eletrônica (SEM) e análise de Raio X de energia dispersa (EDAX) nos espécimes antes e depois das medidas, os autores não obtiveram nenhuma explicação clara das diferenças nas resistências de adesão entre os metais de teste. Porém, concluiu-se que aplicando Silicoater nas superfícies do metal contribuiu-se para a retenção da resina por ação química.

Também em 1993b, Takahashi *et al.* estudaram a fundibilidade do titânio puro. Dois tipos de padrões foram testados para fundibilidade: 1) padrão de malha de poliéster (20mm x 22mm com 100 perfurações) e 2) e de cera (20mm x 20mm e 1,0 e 1,5 mm em espessura). Estes materiais foram incluídos usando um revestimento comercial aglutinado por fosfato, para titânio. Três tipos diferentes de máquinas para fundição foram selecionadas: 1) uma máquina com uma câmara para a fusão da liga e outra para injeção; 2) uma máquina de fundição com uma câmara com injeção por pressão e 3) uma máquina de fundição de tipo centrifugação com 3000 rpm. Titânio puro (> 99.5%) foi fundido em moldes, em uma temperatura de molde de 100⁰ C. A fundibilidade do padrão de malha era avaliada em termos do número de segmentos de fundidos, e a placa fundida foi avaliada usando

imagens transparentes de Raio X por uma técnica de processamento de imagens digital. O método de fundição por centrifugação mostrou a melhor fundibilidade entre estes três métodos de fundição.

Em outro estudo em 1993a, Takahashi *et al.* investigaram o efeito, no titânio puro fundido, de 12 diferentes composições experimentais de revestimentos aglutinados por fosfato e SiO_2 . A temperatura do molde era 600 °C e a fundição foi feita com um arco de argônio e máquina de pressão. A fundibilidade foi avaliada pelo volume de porosidade da fundição, que era calculada pelo volume do padrão de cera (15 mm x 15 mm x 1,5 mm), o peso da placa fundida e a densidade específica do titânio puro. A existência de porosidades de fundição internas foi confirmada por um Raio X, instrumento de inspeção não destrutivo. As placas fundidas, feitas em moldes com cristobalita, tiveram significativamente mais baixa fundibilidade e dureza superficial mais alta que aquelas em moldes com quartzo como material refratário. Placas fundidas em moldes (mistura quartzo-cristobalite) com 20% de aglutinante, tiveram dureza superficial mais baixa e menos porosidades de fundição que aquelas em moldes com 10% de aglutinante.

Gates *et al.*, em 1993, pesquisaram a resistência de união, por ensaios de tração, de ligas não nobres, semi-nobres e nobres, unidas com o cimento Panavia Op. As amostras obtidas foram jateadas com óxido de alumínio (125µm). Metade das ligas que continham ouro em sua composição foram estanhadas. Os corpos-de-prova foram termociclados e armazenados em água destilada a 37°C por 27 dias. As ligas não nobres e semi-nobres jateadas e a liga nobre estanhada apresentaram resistência de união em

torno de 39,2 MPa. A liga áurica não estanhada apresentou o menor valor, em torno de 24,5 a 25,5 MPa. Esses valores foram considerados ainda superiores aos encontrados entre as uniões Panavia/esmalte e resina/esmalte.

Em 1994, Hosseini apresentou o resultado de 90 próteses adesivas fixadas há 10 anos em pacientes de ambos os sexos, com faixa etária entre 20 e 60 anos. Foi avaliada a condição do tecido periodontal, a satisfação do paciente e a ocorrência de deslocamento das próteses. Verificou-se que a necessidade de refixação foi independente da arcada, do sexo e da faixa etária. Observou, também, que a técnica de refixação, se bem realizada, não apresenta resultados inferiores em relação à fixação original.

Takahashi *et al.*, em 1994, afirmaram que um revestimento a base de cálcio tem estabilidade alta, até com titânio líquido, podendo então produzir uma excelente fundição de titânio. Neste estudo, o pó de titânio foi misturado a um revestimento a base de cálcio como agente de expansão, e a temperatura do molde era controlada em 800⁰ C. O revestimento básico de cálcio, com 6,1% (peso) de titânio em pó expandiu 1,7% durante 2 h de aquecimento a 800⁰ C. A discrepância marginal entre o troquel e a coroa de titânio era melhorada pela adição do pó de titânio no revestimento. A espessura média da camada de cimento entre o troquel e a coroa, usando 6,1% (peso) conteúdo do pó de titânio foi de 40-80 µm.

Strutz *et al.*, em 1994, partiram da premissa que a espessura de filme é crítica para o sucesso clínico de fundições cimentadas. Investigaram o efeito do adesivo, as interações físico-químicas da superfície em função da

película. Os agentes de cimentação do grupo controle foram colocados entre duas placas de vidro, como descrito pelas especificações da Associação Dental Americana 8, 61, e 66, e no grupo de teste os agentes cimentantes foram posicionados entre placas de vidro e metal. Os materiais selecionados foram: cimento de fosfato de zinco, cimento de policarboxilato, cimento de ionômero de vidro, cimento composto por ionômero de vidro + resina híbrida e um cimento resinoso. As ligas foram: liga de ouro tipo III, uma liga nobre e uma básica, ambas para metalo-cerâmica. Uma análise de variância de dois fatores e testes de acompanhamento foram feitos. O tipo de superfície de metal e tipo de cimento afetaram a espessura de filme e a interação estatística foi significativa ($p < 0,0001$). O tipo de cimento afetou mais a espessura do filme que o tipo de metal. Um cimento de ionômero de vidro produziu espessuras de filme mais baixo que outros tipos de cimento, e a liga metalo-cerâmica nobre criou espessuras de filme globais mais baixas que outros tipos de metal.

King *et al.*, em 1994, compararam a dureza do Ti obtido pela usinagem e fundição, com a dureza superficial de uma liga de ouro-paládio e uma de níquel-cromo. Para cada grupo, 15 espécimes em forma de discos, de 10 mm em diâmetro e 5 mm de espessura, foram obtidos por usinagem ou fundição. Cinco espécimes de cada grupo sofreram um dos três tratamentos: (1) nenhum tratamento térmico; (2) um tratamento térmico normal; ou (3) um tratamento térmico aumentado. Os valores de dureza Knoop foram determinados. Os resultados indicaram que a dureza Knoop de titânio fundido, sem nenhum tratamento térmico era menor que aquele do

padrão de titânio fundido com tratamento térmico normal, que era menor que a dureza Knoop do titânio fundido com tratamento térmico estendido. A dureza Knoop de titânio usinado era menor que a do titânio usinado com tratamento térmico normal e titânio usinado e com tratamento térmico estendido. Quanto à dureza superficial, o titânio fundido mostrou valores decrescentes, conforme a distância, a partir da superfície para o interior. Tal tendência não era identificada para os outros grupos testados .

Num estudo em 1994, Kern & Thompson avaliaram os efeitos da aplicação de jatos de areia na perda do volume, nas mudanças de morfologia superficial e na composição do titânio puro. O jateamento é pré-requisito ao uso das técnicas Silicoater MD e Rocatec. A perda de volume do titânio foi semelhante a valores reportados para ligas básicas e não parece ser crítico para o ajuste clínico de restaurações. Partículas de alumina foram achadas embebidas no titânio depois de aplicar jato de areia e o conteúdo de alumina atingia valores bem altos. Após aplicação de sílica uma pequena camada permanecia na superfície. A limpeza com ultra-som removeu a alumina solta ou partículas de sílica da superfície, resultando em diminuições só leves no conteúdo de alumina ou sílica, sugerindo uma alta retenção, da maioria da alumina e sílica à superfície de titânio. Conteúdo de Sílica após o tratamento térmico da camada de sílica (Silicoater MD) aumentou só 1,4 %,em peso. A camada de sílica empregada por estes métodos difere extensamente em morfologia e espessura. Estes resultados fornecem uma base para explicação de falhas adesivas em testes de resistência de adesão. Clinicamente, uma limpeza com aparelho ultra-som,

após aplicação do jato de areia e tratamento químico com sílica, o titânio deve melhorar a adesão da resina, sem mudanças relevantes na composição.

Dixon *et al*, em 1994, investigaram o uso de metais nobres para a fabricação de próteses adesivas por causa de preocupações sobre perigos à saúde, causados por níquel e berílio em ligas de metal básico. A estanhagem tinha sido defendida para melhorar a adesão de agentes cimentantes de resina para ligas de metal nobre. Neste estudo foram usados: liga de metal básico (Rexillum III) e, liga de metal nobre (Olympia), dentes humanos extraídos e dois agentes de cimentação resinosos (F21 e Panavia OP). Um terço do grupo de espécimes de metal nobre foi submetido à estanhagem, outro foi oxidado, e um terceiro foi oxidado e jateado com areia. Todos os espécimes colados foram termociclados e submetidos ao ensaio de ruptura por cisalhamento. O grupo de metal básico com o agente cimentante Panavia OP exibiu as maiores resistências de adesão. A estanhagem aumentou significativamente as resistências de adesão dos espécimes de metal nobre (Olympia).

Em 1995, Burmann avaliou a resistência de união entre as ligas Degudent (Au-Pd), Pors-On 4 (Ag-Pd) e Co-Span 13.5 (Ni-Cr-Be) e os cimentos Panavia Ex , C&B Lutting Composite e Ketac Cem. As amostras sofreram 3 tipos de tratamento superficial antes da cimentação: polimento clínico, microjateamento com óxido de alumínio e este associado à oxidação. Os tempos de armazenagem foram por 2 , 90 e 180 dias em solução fisiológica, à temperatura de 37°C. Todos os corpos-de-prova foram

termociclados (700 ciclos). Os ensaios foram por tração. O autor concluiu que: a liga Co-Span apresentou a maior resistência em relação às demais, que apresentaram resistências semelhantes; quanto aos tratamentos da superfície do metal, a maior resistência foi correspondente à superfície jateada com óxido de alumínio associado à oxidação, seguida da jateada apenas e clinicamente polida; o cimento Panavia Ex apresentou superioridade em relação ao Ketac Cem; o grupo com armazenagem de 2 dias conduziu a retentividades maiores que os de 90 e 180 dias, que não diferiram entre si.

Taira & Imai, em 1995, examinaram o efeito na resistência de união de resina e superfície do metal modificado por *primers*. Estes *primers* consistiam em metacrilatos tiofosfóricos e/ou metacrilatos fosfóricos e peróxido e benzoila. Foram usadas as seguintes ligas: prata paládio (Ag-Pd), ouro prata (Au-Ag), cromo cobalto (Co-Cr), e titânio (Ti). Todos os grupos tiveram suas superfícies tratadas com vários *primers*, depois foram coladas com uma resina cimentante (polimetil metacrilato). As amostras coladas foram termocicladas por 2.000 ciclos e as resistências de adesão foram submetidas à análise de variância e teste de Duncan ($p < 0,05$). Pelos resultados foi observado que usando só *primer* de metacrilatos tiofosforicos ou metacrilatos fosforicos, as resistências de adesão de Ag-Pd diminuíam significativamente ($p < 0,05$) depois da termociclagem. A longevidade foi significativamente melhorada ($p < 0,05$) quando metacrilatos tiofosfóricos e ou metacrilatos fosfóricos foram usados em combinação com monômeros fosfatados. O uso adicional de peróxido de benzoila e tratamento térmico

resultou em um aumento significativo ($p < 0,05$) na durabilidade de dois grupos; as resistências de adesão média foram mais de 20 MPa, e os valores mais baixos, permaneciam inalterados até depois de 2.000 termociclagens. Como conclusão os autores disseram que o nível mais alto de resistência de adesão e durabilidade para metais nobres foi alcançado usando uma mistura de metacrilatos tiofosfóricos e metacrilatos fosfóricos com peróxido de benzoila e que os resultados de resistência adesiva são comparáveis para valores obtidos com ligas de metais básicos.

Em 1995, Effah *et al.* afirmaram que a passividade superficial de óxidos no titânio é um dos elementos considerados na explicação da resposta biológica favorável deste metal em implantes aplicativos. No presente estudo, um microscópio eletrônico de transmissão foi usado para identificar a estrutura do cristal e a morfologia do filme de óxido em espécimes de titânio comercialmente puro, antes e depois de imersão em fluidos fisiológicos simulados. Os resultados mostraram que a camada de óxido é composta de formas tetragonais em estrutura. Os fluidos fisiológicos simulados não induziram uma mudança apreciável na estrutura do cristal, para os tempos de imersão investigada.

Em 1995, MAY *et al.* sugeriram pré-tratamentos superficiais para aumentar a retenção de resinas nas superfícies de titânio fundido. Para tanto testaram o sistema Rocatec na resistência de adesão entre titânio e resinas a base de metil metacrilatos. Vinte espécimes em forma de cilindro de titânio grau 2 (7,6 x 0,3 cm em diâmetro) foram divididos em dois grupos de 10 amostras. O grupo A não recebeu pré-tratamento e o grupo B foi pre-tratado

com abrasivo de alumina de 110 μm e o material Rocatec. – Uma resina termoativada de base de dentadura foi colocada ao redor de cada amostra de titânio em forma cilíndrica de aproximadamente 0,9 x 1,5 cm. O teste de cisalhamento tipo Shell-Nielsen foi executado em uma máquina de ensaios universal a em uma velocidade de 0,5 mm/minuto para determinar a resistência de adesão. Os espécimes do grupo B (23,8 $\pm$ 1,78 MPa) obtiveram uma resistência de cisalhamento 68% maior ($p < 0,0001$) que o grupo A (16,1 $\pm$ 1,61 MPa). Os resultados do microjateamento mais material Rocatec aumentaram significativamente a união entre o poli(metil metacrilato) e o titânio grau 2.

Kobayashi *et al.*, em 1995, afirmaram que as propriedades mecânicas de ligas binárias de zircônio e titânio foram investigadas para seu uso em novos materiais biomédicos. Foram feitos os seguintes testes: dureza; ruptura por tração; e microscopia óptica. A dureza da liga contendo 50% zircônio foi aproximadamente 2,5 vezes maior que a dureza do titânio puro e zircônio puro. Os testes de ruptura por tração mostraram uma propensão semelhante. Nenhuma alteração entre a dureza dos espécimes fundidos e dos espécimes homogeneizados foi observada, nem mudanças microestruturais. A comparação entre a liga Ti-6Al-4V e a liga Ti-Zr-6Al-4V indicaram que uma liga de titânio-zircônio podia fornecer um material básico para uma nova liga biomédica. Destes resultados pôde-se concluir, que novas ligas para materiais biomédicos deviam ser projetadas em base de titânio-zircônio.

MUKAI *et al.*, em 1995, investigaram o efeito da aplicação do jato de areia na resistência de adesão liga/resina composta com a técnica Silicoater. As ligas de Ag-Pd e Ni-Cr foram preparadas para fundição. Os espécimes então, foram submetidos a jateamento com partículas de Al_2O_3 (37 μm) ou (250 μm) sob as seguintes condições de pressão: 3 kg/cm^2 por 30 segundos; 5 kg/cm^2 para 10 segundos, 30 segundos, e 45 segundos; e 7 kg/cm^2 por 30 segundos. Depois de cada tratamento com aplicação de jato de areia, as superfícies das ligas foram examinadas com microscópio eletrônico e o molhamento das superfícies da liga era medido. Depois de jatear com areia a superfície da liga, foi aplicado o Silicoater e foi colada a resina composta fotopolimerizável à liga. Os espécimes foram divididos e armazenados em ar seco por 1 semana, e termociclados de 4 até 60°C por 10.000 ciclos. A resistência de adesão foi medida aplicando carga de cisalhamento. Foi achado que a aplicação do jato proporcionou um menor ângulo de contato e um molhamento maior. A resistência adesiva de resinas compostas com as ligas foi influenciada pela aplicação do jateamento.

Yoshida *et al.*, em 1995, avaliaram as resistências de união por ensaio de cisalhamento de quatro cimentos de resina e uma liga de cromo-cobalto (Co-Cr) usando dois *primers* adesivos. Os agentes cimentantes foram o Imperva Dual (ID), Panavia 21 (P21), Super bond C&B (SB) e Resina Cimentante de Bistite (BR), e os *primers* adesivos Metal Primer (MP) e Cesead Opaco Primer (COP) foram usados. Dois discos com diâmetros diferentes de liga fundida foram cimentados entre si, sem o uso de *primer* ou com *primer* com cada agente cimentante. Os espécimes foram

armazenados em água a 37°C por 1 dia, e então submersos alternadamente em banhos de água a 4°C e 60°C por 1 minuto em cada por até 100.000 ciclos. Após a termociclagem os corpos-de-prova foram submetidos ao cisalhamento transversal com uma velocidade de 0,5 mm/min. A aplicação de COP foi efetiva por melhorar as resistências de adesão por cisalhamento de ID, SB ou BR para liga Co-Cr, comparados com espécimes sem *primers* e aqueles com *primer* com MP. Porém não houve nenhuma diferença significativa em resistência de adesão entre os três grupos termociclados.

Em outro estudo já em 1996, YOSHIDA *et al.* compararam a longevidade das resistências de adesão ao cisalhamento das combinações de três *primers* adesivos e três cimentos de resina para ligas de prata-paládio-cobre-ouro (Ag-Pd-Cu-Au) e cromo-cobalto (Co-Cr). Os cimentos adesivos foram: Imperva Dual, Panavia 21, e Super Bond C&B. Foram usados os seguintes *primers* para metal: V-Primer e Cesead Opaque primer. A aplicação de *primer* ao metal foi efetiva para melhorar as retenções ao cisalhamento entre os três cimentos de resina e a liga de Ag-Pd-Cu-Au, comparada com os espécimes sem *primer*. Na liga de Co-Cr, onde foi aplicado o Primer Opaques Cesead, seguido por cimentação com Imperva Dual ou O Super-Bond C&B obtiveram-se as resistências de adesão ao cisalhamento mais altas depois de 50.000 termociclos. O cimento Panavia 21 não revelou qualquer diferença significativa em retenções entre espécimes com *primer* e aqueles sem *primer* entre todos os termociclados.

Matsumura *et al.*, em 1996, examinaram o efeito da instrumentação ultra-sônica na resistência de união de três tipos de materiais de cimentação

unidos a uma liga de níquel cromo. Os espécimes em forma de disco foram cimentados com fosfato de zinco, ionômero de vidro, e cimentos de resina adesiva. Os espécimes cimentados foram imersos em água submetida a vibração na unidade ultra-sônica por 0 a 5 minutos. A resistência de adesão por cisalhamento no Grupo 0 ou não vibrado, foi de 50,1 MPa para resina adesiva, 18,4 MPa para ionômero de vidro, e 4,7 MPa para cimento de fosfato de zinco. A vibração por um período de 5 minutos, diminuiu significativamente a retentividade da resina adesiva e do ionomero de vidro considerando que a resistência de adesão do cimento de fosfato de zinco era afetada depois de apenas 1 minuto.

Miyakawa *et al.* , em 1996, investigaram a contaminação de superfícies abrasionadas de Ti. Usando uma politriz, os espécimes foram abrasionados com tiras de SiC sob refrigeração. As superfícies abrasionadas foram examinadas usando análise de elementos, difração Raio X, e testes de dureza. A deposição de contaminantes com dimensões alcançando mais ou menos 30 μm foi observada ao longo da superfície. Nestes depósitos, Ti era aparentemente reduzido por mais ou menos 10% e substituído por Si e O. Na adesão química o estado do Si era semelhante a aquele de SiC ou silicato de titânio. O oxigênio ligado ao Ti aumentou a dureza de superfície. Os depósitos de contaminantes eram amorfos e pouco espessos. Os autores afirmaram ainda que a contaminação do Ti, resultante da reação com o abrasivo, está relacionada à dureza.

Watanabe *et al*, em 1996, estudaram a possibilidade da segregação do titânio durante o processo de solidificação, empregando uma máquina de

fundição por centrifugação. A investigação se deu usando uma sonda de microanálise eletrônica com mapa de distribuição elementar, análise de linha e análise quantitativa. Quando uma quantidade muito pequena de platina foi adicionada ao titânio, durante o processo de fundição, foi observada a segregação macroscópica sob condições de diferença de densidade de $0,1 \text{ g/cm}^3$ no máximo, confirmando que a força centrífuga da máquina de fundição é extremamente alta. Quando uma liga Ti-6Al-4V era fundida, nenhuma segregação macroscópica era observada. A força centrífuga da máquina de fundição examinado no presente estudo dificilmente resulta na segregação desta liga de titânio.

Van der Vyver & de Wet, em 1996, apresentaram uma investigação *in vitro* sobre a união de resina adesiva a ligas dentárias e dentina, empregando ensaios de cisalhamento. Uma liga de ouro tipo II foi jateada, estanhada ou empregada com *primer* para metal, unida a uma liga de Ni-Cr. A liga de ouro na condição de jateada também foi unida à dentina. Empregaram 2 tipos de cimentos adesivos: C&B-Metabond ou Imperva Dual. As uniões foram levadas à ruptura e os resultados mostraram que o cimento C&B-metabond, comparado com o Imperva Dual, alcançou em certas condições a maior resistência de união, (em MPa , respectivamente com o 1º e 2º cimento: jateado 18,9 e 17,79; estanhada 24,30 e 19,93; primer para metal 16,20 e 17,95). As resistências de união à dentina foram: C&B-Metabond, 17,98 MPa e Imperva Dual, 15,09 MPa.

Lynde *et al.*, em 1996, apresentaram os estudos da resistência adesiva de um cimento resinoso (BIS-GMA) a uma variedade de tratamentos

superficiais de uma liga de paládio e cobre, com alto conteúdo do primeiro elemento. Os tratamentos foram: estanhagem; oxidação em forno de de porcelana; jateamento; simples acabamento. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37⁰C por 24h, e termociclados por 1.000 ciclos e, novamente armazenados no mesmo meio e temperatura por 30 dias. Em sequência os corpos-de-prova foram levados à ruptura. As resistências de união em MPa (média +/- desvio padrão) foram: estanhado 30±15,7; oxidação em forno de aplicação de porcelana, 23±8,6; jateamento, 8±8,1; acabamento simples, 8±4,5. Os 2 primeiros tratamentos não apresentaram diferenças significantes entre si, no entanto o primeiro apresentou superioridade em relação aos 2 últimos.

Yoshida & Atsuda, em 1997, avaliaram a influência de *primers* adesivos para metais nobres na resistência de união, por ensaio de cisalhamento. Empregaram ligas nobres (Ag-Pd e Au-Cu). Os agentes de cimentação foram o Imperva Dual, Panavia 21 e Super Bond C&B e o *primer* foi o V-Primer, que foi utilizado ou não. Verificaram que o emprego do *primer* era efetivo. Concluíram que a utilização do *primer* para metal é clinicamente útil, por aumentar a resistência de união dos metais nobres.

Em 1997, May *et al.*, investigaram a resistência de união entre o 4-meta polimetil metacrilato e titânio. A resina acrílica era processada em volta de cilindros de titânio, que para testes de cisalhamento eram deslocados, avaliando a resistência entre o cilindro e a resina, com base na área lateral deste. Os tratamentos superficiais dos cilindros foram: sem pré-tratamento (controle); pré-tratamento com jateamento com partículas de alumina

(110 μ m). O grupo controle apresentou uma resistência de 12,2 MPa enquanto que o experimental conduziu a 45,1 MPa.

Taira *et al.*, em 1997, investigaram a adesão ao titânio, com o uso de cinco *primers* e dois agentes cimentantes. Todos os *primers* contiveram monômeros metacrilatos ácidos para promoção da adesão ao metal. Os espécimes de metal de titânio foram colados com sete combinações de cinco *primers* e dois agentes cimentantes. A durabilidade da adesão foi avaliada após a termociclagem. Os cinco *primers* tiveram aumento na retenção para o titânio, três dos *primers* (Líquido de Super Bond, Metal Primer e Bond de Tokuso Rebase Sr.) apresentaram maior durabilidade que outros dois (Acrylbond e All Bond 2 Primer B). Os agentes cimentantes com o iniciador tri-n-butilborano (TBB) exibiram melhor adesão quando comparados à resina composta convencional. Tanto o MDP como o 4-META foram efetivos na cimentação de titânio.

Imai & Ikeda ,em 1997, examinaram o efeito da adição de um dimetacrilato em cimentos de resina na resistência de adesão entre titânio e resina depois de termociclagem. Discos de titânio, polidos e tratados com um monômero fosfatado, foram colados em barras acrílicas, usando dois tipos de cimento de resina experimental. Os cimentos eram compostos de metil metacrilato (MMA) contendo um tributilborano como iniciador e 0-10 % de etileno glicol dimetacrilato (EGDMA) e dois tipos de polímeros componentes de poly duro (MMA); ou suave fluoropolímero (2-6F). Os espécimes colados foram submetidos a testes de termociclagem na água e então à resistência a tração. A adição de 5% ou mais, de monômero de

dimetacrilato para os dois cimentos de resina baseada em MMA, causou uma diminuição drástica na resistência de adesão com o metal depois do teste de termociclagem. A resina preparada com 2-6F, como um polímero componente, era significativamente mais durável que a resina de tipo rígido baseada em PMMA. Porém, até 1% da adição de EGDMA para o 2-6F resultou em uma diminuição significativa em durabilidade da resina.

Imai & Chweh em 1997 examinaram o efeito de ligações cruzadas dos cimentos de resina na durabilidade de adesão, entre titânio e resina, após termociclagem. Discos de titânio, polidos e tratados com um monômero fosfatado, foram colados com resinas compostas de poli (metil metacrilato), o metil metacrilato contendo agente de ligação cruzada, e um sistema iniciador de peróxido de benzoila/amina. Os espécimes colados foram sujeitos à termociclagem na água e então sujeitos aos testes de resistência. A adição de 5% de agente de ligação cruzada, após 500 termociclagens, resultou numa significativa diminuição da resistência adesiva. Nenhuma diferença significativa em durabilidade foi revelada entre os cinco agentes de ligação cruzada estudados.

Kourtis, em 1997, disse que para se reter a resina ao metal, necessita-se de retenção mecânica, pois não existe nenhuma adesão química. Porém, a retenção mecânica não se restringe à criação de um orifício marginal na interface de metal de resina, pois pode causar descoloração e a separação do material resinoso. O desenvolvimento de uma substância química para adesão resina-metal poderia solucionar este problema e reduzir também a necessidade de pérolas de retenção mecânica

em armações de metal. O autor se propôs a avaliar seis métodos atuais com o uso de várias condições de armazenamento para predizer a eficácia clínica. Os seis sistemas testados foram: Silicoater, Silicoater MD, Rocatec, OVS, Sebond, e Spectra-Link. Todos os espécimes foram examinados em testes depois de 24 horas de armazenamento a seco (categoria A), depois de 24 horas de armazenamento em água e termociclagem (categoria B), e depois de 2 meses de armazenamento da água e termociclagem (categoria C). Testes de tracionamento foram executados para todos os sistemas depois do armazenamento, e foi realizado exame microscópico (óptico e SEM) em todos os espécimes. Os resultados indicaram que aqueles sistemas podem fornecer adesão estável entre resina e metal, apesar do armazenamento em meio molhado prolongado e termociclagem intensiva. Estes sistemas podem ser também clinicamente usados sem configurações retentivas em armações de metal, resultando em melhor estética. Alguns sistemas adesivos revelaram diminuição progressiva de retenção, portanto, faz-se necessário a verificação de sua eficácia clínica.

Ping, em 1997, avaliou a fundibilidade marginal, e as propriedades mecânicas de coroas de Ti para melhor compreensão de sua conveniência para aplicação clínica. Para simular as margens de coroas, foram usados padrões de cera plana, que tiveram duas diferentes espessuras de margem, de 20 e de 40 graus respectivamente. Estes padrões foram fundidos usando dois sistemas de fundição, centrífugação e sistema por pressão. Com um microscópio foram avaliadas as margens que foram medidas com um micrômetro de vídeo. Observou-se que existiam diferenças estatísticas

significantes entre as amostras feitas com os dois tipos de padrões, em termos de deficiência de fundição nas margens. Entre as amostras feitas com os dois sistemas diferentes de fundição não houve diferenças. A microdureza, por ensaio dinâmico, foi mais baixa no ápice das margens em todas as amostras. Estas observações foram mais evidentes no meio das amostras de 20 graus, que nas amostras de 40 graus. Concluindo, o titânio puro é satisfatório para aplicação clínica como material restaurador quando usado apropriadamente.

Em 1998, França *et al.* analisaram a resistência adesiva entre uma liga de NiCr (Litecast) e três cimentos resinosos: Comspan, Panavia Ex e AllBond C&B . As superfícies a serem coladas foram submetidas a quatro tipos de tratamento superficial: Liso, Ataque Eletrolítico, Microjateamento e o sistema Silicoater. Também foi estudado a influência da ciclagem térmica sobre a resistência adesiva. Segundo os autores algumas conclusões foram possíveis: 1) A ciclagem térmica influenciou nos resultados; 2) Os corpos com ataque eletrolítico foram os que mais foram afetados pela ciclagem térmica; 3) O cimento Panavia Ex quando usado o microjateamento apresentou ótimos resultados; 4) O sistema Silicoater sempre apresentou os mais altos valores de resistência adesiva metal / cimento resinoso.

Taira *et al.*, em 1998, investigaram a união adesiva ao titânio, empregando um *primer* e um agente cimentante. Avaliaram a influência da oxidação superficial do titânio, por meio de temperatura, vários tratamentos da superfície, bem como termociclagem das uniões cimentadas. Dois grupos de corpos-de-prova, em forma de disco, foram obtidos por usinagem e

fundição. Os corpos-de-prova usinados foram submetidos a tratamentos térmicos e os fundidos receberam os seguintes tratamentos: 1) bruto de fusão; 2) polimento com lixa; 3) jateamento com alumina após o tratamento (2). O *primer* continha 10-metacriloilixidecil fosfato e o agente cimentante era o metilmetacrilato, com iniciador derivado do tri-n-butilborano. Cada corpo-de-prova era tratado com o *primer* e unido a um bloco de acrílico. A resistência de união foi avaliada por ensaio de cisalhamento. Os resultados mostraram que os corpos-de-prova usinados, polidos com lixa, e sem tratamento térmico, perderam pouca resistência de união após termociclagem (antes 34,7 e após 32,MPa) . O que não aconteceu com tratamentos térmicos até 800⁰C, quando a termociclagem influenciou muito (antes 37,4 e após 9,8 MPa) Os espécimes fundidos e com tratamento superficial, conduziram a resistências, também, altas.

Wang *et al.*, em 1998, se propuseram a estudar a efetividade de usar as camadas de óxido estável na superfície do molde para reduzir as reações interfaciais. Para isso usaram um revestimento fosfatado tradicional, um revestimento de titânio comercial e uma camada de óxido experimental usada para os moldes. As amostras de titânio puro eram fundidas, desencluídas e preparadas para a observação ao microscópio eletrônico de varredura, energia dispersiva e análises espectroscópicas de radiografias. Camadas de 7- a 10- micrometros de espessura, eram formadas em fundições de titânio, durante a reação com materiais de molde tradicionais. A reação de interface era reduzida entre o titânio líquido e o material de

revestimento quando Y_2O_3 ou camadas de óxido de zircônio foram aplicadas no molde antes da fundição.

Ferenczi *et al.*, em 1998, investigaram as fundições de Ti por meio de Raio X Photoelectron Spectroscopy (XPS), Difração Raio X (XRD) e Microscópio Eletrônico de Varredura (SEM). As amostras foram preparadas de acordo com o processo de Ohara. As análises do XRD revelaram que o revestimento consistiu essencialmente de SiO_2 , $Mg_2P_2O_7$, $SiO_2 \times H_2O$ e Mg_2SiO_4 . As experiências de SEM combinadas com análise de EDX revelaram as seguintes concentrações atômicas Si (62,6%), Mg (19,7%), P (17,1%), e Ca (0,6%). Depois da fundição, as amostras de titânio exibiram uma superfície áspera e irregular. A análise de XRD indicou que aquele titânio continha essencialmente a fase alfa e rastros da fase beta. Depois da desinclusão das amostras de titânio, o lado do revestimento que estava em contato com titânio apresentava-se colorido de preto, provando a reação entre o titânio e o revestimento. Análises de XPS sugerem que SiO_2 foi transformado em Si metálico.

Wu *et al.*, em 1998, tiveram como objetivos principais investigar a possibilidade de predição e controle quantitativos de porosidades por contração em fundições de titânio por meio de um técnica de simulação numérica. Para isso usaram um software comercial, MAGMASOFT (tecnologia em fundição GmbH, Alemanha), que foi empregado para simular preenchimento do molde e o processo de solidificação, e prever a tendência de contração em uma amostra de fundição de duas coroas, unidas por uma barra entre elas. A contração prevista era comparada com os

resultados experimentais. As experiências foram executadas numa máquina de fundição centrífuga. Os mesmos parâmetros geométricos do processo de fundição das simulações foram estritamente controlados. O dado previsto pelo computador para porosidade por contração, coincidiu com as experiências executadas, demonstrando a confiabilidade do modelo numérico e os dados físicos térmicos escolhidos para os cálculos. Baseado no modelo numérico acima, vários sistemas de preenchimento e alimentação para as mesmas fundições foram numericamente simulados e comparados. Finalmente um aperfeiçoamento do projeto para esta fundição de amostra foi proposto, e fundições livres de porosidade foram obtidas.

Low & Mori, em 1999, realizaram um estudo para o estabelecimento de valores estatísticos de expansão térmica dos revestimentos e precisão dimensional de coroas totais fundidas de titânio. Os resultados deste trabalho permitiram estabelecer uma forte correlação entre precisão dimensional e valor de expansão térmica.

Watanabe *et al.*, em 1999, investigaram o efeito, do jateamento e tratamento Siloc, na resistência de união entre o composto polímero-vidro (Artglass) e titânio ou liga de ouro tipo IV. Os tratamentos superficiais foram: jateamento com óxido de silício (50 μ m); tratamento com o sistema Siloc após os jateamentos com óxido de alumínio (50 e 250 μ m) e abrasão com Si-C (600). Tanto o titânio como a liga de ouro foram submetidas aos mesmos tratamentos superficiais. Os maiores valores foram obtidos por ensaios de cisalhamento, com jateamento por óxido de alumínio e adicionalmente o sistema Siloc (14,6 a 22,8 MPa). Os autores concluíram

que: a aplicação do sistema Siloc significativamente melhorou a resistência de união em ambos os metais, quando jateados com partículas de 50µm; no caso do titânio partículas de 250µm, em conjunção com o sistema Siloc aumentaram significativamente a resistência de união.

Martuci *et al.*, em 1999, avaliaram a resistência de união de uma liga de Ni-Cr com diversos agentes cimentantes frente à imersão, sem ou com termociclagem e idade. A liga usada foi a Litecast B. Os sistemas adesivos usados foram o Ketac-Cem, Vitremer, Enforce com fluor em três variações: a) com *primer* apenas (Enforce P); b) com *primer* mais adesivo (Enforce P+A); c) apenas adesivo (Enforce A). As conclusões foram: o Ketac-Cem apresentou baixa resistência adesiva (cerca 5 MPa), sendo superado pelo Vitremer (cerca de 10 MPa); o Enforce P , embora aumentasse a resistência ao longo do tempo, fez com que ela permanecesse baixa; o Enforce P+A apresentou alta resistência apenas inicialmente e o Enforce A apresentou os maiores valores (cerca de 13 MPa). A ciclagem térmica, segundo os autores, influenciou na adesividade em função do sistema de cimentação.

Meloncini, em 2000, estudou a adaptação marginal de coroas totais esquemáticas fundidas em titânio. Dentre outros fatores o autor analisou: revestimentos: Rematitan Plus, Rematitan Ultra e Ticoat Manfredi; emprego ou não de “boneca”, feitas com esses revestimentos e o preenchimento com um fosfatado; uso ou não de alívio do troquel; tratamento superficiais (com partículas de vidro, oxido de alumínio e usinagem com broca). Os resultados mostraram que é possível conseguir fundições de titânio com adaptação cervical satisfatória. Com o emprego da “boneca” com revestimento de

titânio e realizar o preenchimento com um fosfatado comum, foi também possível obter resultados satisfatórios.

3. PROPOSIÇÃO

Após a revisão da literatura verificou-se que restam ainda algumas dúvidas, quanto a resistência de união entre metal e cimento adesivo. Por isso propõe-se a estudar *in vitro*, a mesma, por ensaio a tração, sob os fatores e níveis:

Cimentos: Enforce; Cimento de Resina 3M; Cement-it.

Conjugação liga/revestimento: titânio fundido com revestimento que produz *alfa case*; titânio fundido com revestimento que alegadamente (pelo fabricante) não produz *alfa case*; liga de níquel-cromo, com revestimento fosfatado.

Tratamento da superfície do metal: Jateamento com Al_2O_3 ; com o sistema Siloc.

Desgaste: Antes de desgastar a superfície do metal; após realizar o desgaste.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1-MATERIAL

4.1.1-Instrumentais

- ◆ Adaptador para unir o anel à base (n° de ref.106-845-00,Dentaurum, Alemanha)
- ◆ Anel Flexível reutilizável, 43mm Ø (n°de ref. 106-840-00, Dentaurum, Alemanha)
- ◆ Anel Metálico,48mm Ø(n° de ref.106-801-00, Dentaurum, Alemanha)
- ◆ Base conformadora do cone de injeção (n°de ref.106-850-50-Dentaurum, Alemanha)
- ◆ Espátula de aço n°24
- ◆ Espátula para gesso
- ◆ Gotejador PKT n°1
- ◆ Lamparina a álcool
- ◆ Le Cron para cera
- ◆ Maçarico a gás (Micro Torch Rekrow 2020-Taiwan)

- ♦ Mandril para disco
- ♦ Pincel de pêlo de camelo (Tigre)
- ♦ Peso (1 kg)
- ♦ Placa de vidro
- ♦ Proveta de vidro
- ♦ Sonda exploradora nº 5
- ♦ Tesoura pequena

4.1.2-Materiais

- ♦ Amarelo ortodôntico , fl.30 (Dental Morelli, São Paulo, SP, Brasil)
- ♦ Antibolha (SSW, Rio de Janeiro, RJ, Brasil)
- ♦ Broca de carbeto de tungstênio de corte cruzado fino, cilíndrica de ponta arredondada, para peça de mão(n de ref.0220.023.-Edenta ,Suíça)
- ♦ Cement-it C&B (Jeneric / Pentron)
- ♦ Cera azul extradura (nº ref.123-750-00-Dentaurum, Alemanha)
- ♦ Cera em fio redondo,4mm Ø (n de ref.111-840-00-Dentaurum,Alemanha)
- ♦ Cera rosa nº 7 (Clássico, São Paulo-SP-Brasil)
- ♦ Cimento de resina 3M (3M do Brasil)
- ♦ Disco de Carborundum para corte
- ♦ Enforce (Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil),
- ♦ Fio de cera, tamanho médio (DCL, Campinas, SP, Brasil)
- ♦ Kera Viles-forro cerâmico sem amianto (n.de ref.127-250-00, Dentaurum, Alemanha)

- ♦ Liga de níquel cromo Litecast B (Willians Dental, Buffalo, NY, EUA)]
- ♦ Líquido para mistura para coroas e pontes Rematitan® Plus (n.de ref. 107-602-00 -Dentaurum ,Alemanha)
- ♦ Líquido para mistura Rematitan® ultra (n de ref.107-651-00-Dentaurum, Alemanha)
- ♦ Lixa 200
- ♦ Lubrofilm –reductor de tensão superficial (n de ref. 112-050-00-Dentaurum,Alemanha)
- ♦ Óxido de Alumínio 120µm
- ♦ Pastilha de 36 g de titânio Dentaurum, (Dentaurum, Alemanha)
- ♦ Revestimento fosfatado (Degussa, Guarulhos, SP, Brasil),
- ♦ Revestimento Rematitan® Plus (n.de ref. 107-610-00-Dentaurum, Alemanha)
- ♦ Revestimento Rematitan® Ultra (n. de ref. 107-650-00-Dentaurum, Alemanha) Lot.039914
- ♦ Sistema *Scotchbond Plus Multi Adesão*
- ♦ Solução aquosa de cloreto de sódio a 0,9%.
- ♦ Vaselina líquida

4.1.3-Aparelhos

- ♦ Aparelho Siloc (Heraeus Kulzer, Alemanha)
- ♦ Balança analítica (Sartorios-Alemanha)
- ♦ Dispositivo posicionador

- ♦ Jato de óxido de alumínio (Trijato, Labordental, São Paulo, SP, Brasil)
- ♦ Máquina de ciclagem térmica Ética nº 640-série 91(Ética Equipamentos S.A, São Paulo, SP, Brasil)
- ♦ Máquina de Ensaio Universal Riehle do Departamento de Materiais Dentários (FOUSP)
- ♦ Máquina de fundição *Rematitan Autocast* (Dentaurum, Alemanha).
- ♦ Misturador e inclusor a vácuo (Whip-Mix Co,Louisville,USA)
- ♦ Motor de baixa rotação (VK Driller,São Paulo/SP)
- ♦ Politriz mecânica
- ♦ Sistema Siloc (Heraeus Kulzer, São Paulo, SP, Brasil),
- ♦ Vibrador ultra-sônico (Thornoton SA, São Paulo, SP, Brasil)

Para a realização do experimento, foram realizados os vários procedimentos .

4.2 Confeção dos corpos de prova .

Para a obtenção dos corpos de prova, foi utilizado uma lâmina de cera rosa nº 7 que após recorte, resultou em discos de aproximadamente 0,2 cm² de área (0,196 cm²) e 0,1 cm de espessura. Com o auxílio de um fio de cera, tamanho médio, obteve-se o cabo que foi colocado no centro do disco de forma perpendicular e em cuja extremidade oposta havia uma alça circular para fixação na máquina de ensaios.

Foram confeccionados 180 discos com cabo de cera, que foram divididos conforme o tipo de revestimento a ser utilizado:

- ♦ 60 para fundição com titânio e inclusão com revestimento *Rematitan Plus*.
- ♦ 60 para fundição com titânio e inclusão com revestimento *Rematitan Ultra*.
- ♦ 60 para fundição com níquel cromo e inclusão com revestimento fosfatado Degussa.

4.2.1 Inclusão e fundição das peças de titânio

Os espécimes de cera destinados à fundição de titânio, após devidamente colocados no pino de cera (formador do conduto de alimentação), foram incluídos em dois tipos de revestimentos, o *Rematitan Plus* e o *Rematitan Ultra* (cuja formulação, segundo o fabricante, impede a formação da camada *alfa case*).

O revestimento *Rematitan Plus* foi proporcionado segundo as recomendações do fabricante, 250 g do pó para 40 ml do líquido. Após o proporcionamento o conjunto foi levado ao espatulador a vácuo e então vertido dentro do cilindro flexível reutilizável, fornecido pelo fabricante, onde já se encontrava o conjunto de cera. Após o preenchimento aguardou-se o tempo de presa do revestimento que é de 60 minutos.

Também seguindo as recomendações do fabricante o revestimento *Rematitan Ultra* foi proporcionado, 250 g do pó para 35 ml do líquido. Após o proporcionamento o conjunto foi também espatulado a vácuo

e então vertido dentro de um cilindro metálico revestido de um forro cerâmico, ambos fornecidos pelo fabricante, e então se aguardou o tempo de presa do revestimento que é de 120 minutos.

Após a presa final o revestimento *Rematitan Plus* foi removido do cilindro de borracha e levado ao forno programável para fundir titânio. O Forno foi programado para o seguinte ciclo: aquecimento a 5°C/min, da temperatura ambiente até 250°C, permanecendo por 90 minutos e após usando a mesma velocidade de aquecimento a temperatura foi levada até 1000°C, permanecendo por 60 minutos neste patamar. O resfriamento foi feito com uma velocidade 7°C por minutos até 430°C, permanecendo por 60 minutos. A duração completa deste ciclo foi de 10 horas.

Para o revestimento *Rematitan Ultra* o ciclo foi: aquecimento 5°C/min da temperatura ambiente até 250°C , permanecendo por 90 minutos e após, usando a mesma velocidade de aquecimento, a temperatura foi elevada até 870°C, permanecendo por 20 minutos neste patamar. O resfriamento foi a uma velocidade 7°C/min até 430°C, permanecendo por pelo menos 60 minutos. A duração completa deste ciclo foi de 8 horas.

Completando o ciclo térmico do revestimento, foi realizada a fundição, em máquina especial para fundir titânio. *Rematitan Autocast*. Esta máquina executa automaticamente todos os procedimentos. Sendo que a fonte de calor empregada é um arco voltáico e a injeção da liga líquida no molde é por meio de vácuo do lado do anel e pressão de argônio (5 Barr) pelo lado da câmara de fusão da liga.

Em cada anel de fundição foram incluídos 15 espécimes de cera. Para cada fundição foi usada uma pastilha de 36 g de titânio (grau 1) comercialmente puro, 99,99 de Ti, fornecido pela Dentaaurum, que tem seu ponto de fusão em 1668° C.

Após a fundição foi feito a desinclusão manual de todo o revestimento, não sendo usado nenhum tipo de jateamento para limpeza das peças fundidas. Após inspeção, as peças que apresentavam qualquer irregularidade foram descartadas e as selecionadas foram armazenadas em água destilada.

4.2.2 Inclusão e fundição das peças de níquel cromo

Sobre as ceras destinadas à fundição com NiCr foi passado um líquido antibolha, e depois de secos foram incluídos em revestimento fosfatado. Seguindo criteriosamente as orientações do fabricante foi usado um espatulador a vácuo. Em todos os anéis foram usados duas tiras de amianto molhadas.

A liga de NiCr utilizada foi a Litecast B, cuja composição é: 77,5% Ni; 12,5% Cr; 4,0% Mo; 3,5% Al; 1,7% Be; <1,0% Si. A fundição se deu conforme recomendações do fabricante; usou-se um maçarico gás/oxigênio de orifícios múltiplos. Não foi usado fundente.

Após a desinclusão, se deu a limpeza das peças fundidas com instrumentos manuais e depois com jato de óxido de alumínio. As peças que possuíam nódulos ou rebarbas foram corrigidas e as que apresentavam grandes porosidades ou fendas foram descartadas.

Após cuidadosa lavagem foram colocados em um vibrador ultra-sônico com água destilada.

4.3 ***Tratamento de superfície***

Após esta etapa de uniformização, as peças metálicas de cada grupo, *conjunção revestimento/liga* , foram aleatoriamente divididas em dois conforme o tratamento superficial aplicado:

1. 30 peças para formar 15 corpos-de-prova de superfície microjateada;
2. 30 peças para formar 15 corpos-de-prova de superfície tratada pelo sistema Siloc.

Estes grupos após sofrerem os respectivos tratamentos superficiais foram divididos em 3 subgrupos, de 5 corpos-de-prova cada, conforme o tipo de cimento resinoso a ser utilizado.

4.3.1 Tratamento superficial - microjateado

Todas as peças tiveram suas superfícies de trabalho jateadas com óxido de alumínio com partículas de 250 μm . Para o microjateamento foi utilizado o Trijato de um laboratório de prótese comercial. Todas as peças, após o microjateamento foram colocadas em um ultra-som com água destilada por 5 minutos e depois guardadas em água destilada até a cimentação.

4.3.2_ Tratamento de superfície - Siloc

As peças destinadas à aplicação do Sistema Siloc foram condicionadas seguindo as orientações do fabricante. Para tanto todos os materiais foram fornecidos e tiveram a supervisão da equipe de treinamento e orientação técnica da Heraeus Kulzer. Este material tem como vantagem sobre o Silicoater, que o precedeu, o fato de usar os mesmos procedimentos para qualquer tipo de metal ou liga metálica.

Primeiramente as superfícies ativas foram jateadas com óxido de alumínio (250 μm) por 30 segundos, em sequência jateadas com ar por 30 segundos. Sobre a superfície a ser tratada foi aplicado o *Siloc Pre*. Após 2 minutos as peças foram colocadas dentro do aparelho Siloc, à temperatura de 300°C por 4 minutos, controlados pelo aparelho, após este tempo foram deixados esfriar por 5 minutos. O próximo passo foi a aplicação do *Siloc Bond*, estando então terminado o procedimento. O fabricante pede apenas o tempo mínimo de 5 minutos após a aplicação do *Siloc Bond* para se proceder a cimentação.

Por recomendação do fabricante as peças não foram armazenadas em água, permaneceram enroladas individualmente em papel absorvente seco até a cimentação.

4.4. **Cimentação**

Para constituir os corpos-de-prova foram cimentadas entre si 2 hemi corpos-de-prova, tomando-se cuidado com o alinhamento das alças para a tração. Foram utilizados 3 tipos de cimentos adesivos:

- ♦ **Enforce**
- ♦ **Cimento de resina 3M**
- ♦ **Cement-it C&B**

4.4.1 _ Cimentação com Enforce

Seguindo recomendação do fabricante, foram aplicadas sobre a superfície do metal duas camadas do adesivo *Prime Bond 2.0* (Dentsply, Brasil). Após a fotopolimerização foram dispensadas sobre um bloco de papel impermeável, porções iguais de Enforce Opaco e catalizador para auto ativação. Base e catalizador foram então imediatamente misturados por 15 a 20 segundos com espátula de plástico descartável, até apresentarem mistura homogênea. A mistura foi aplicada sobre as duas peças que compunham o corpo-de-prova. Estas eram levadas a um dispositivo posicionador onde recebia uma carga constante de 1 kgf por 3 minutos. Antes da presa os excessos eram removidos usando uma haste com algodão. Os corpos de prova foram fotopolimerizados pela sua borda por 30

segundos. O conjunto após a completa polimerização era colocado em solução aquosa de cloreto de sódio a 0,9%, a 37°C.

4.4.2 Cimentação com Cimento de Resina 3M

Para a utilização do Cimento de Resina 3M o fabricante recomenda o emprego conjunto do sistema *Scotchbond Plus Multi Adesão (SPMA)* e os seguintes passos foram orientados pela bula do material:

Secagem com jatos de ar das peças metálicas; aplicação com um pincel do catalizador do sistema SPMA nas áreas ativas; após no recipiente fornecido pelo fabricante foi colocado uma gota de adesivo mais uma gota de catalizador, o que depois de misturado foi aplicado sobre as áreas a serem coladas.

Sobre um bloco de papel foi dispensado uma porção de cada pasta do cimento que foram misturados por 15 a 20 segundos com espátula de plástico descartável, até apresentarem mistura homogênea. A mistura foi aplicada sobre as duas peças que compunham o corpo-de-prova. Estas foram então levados a um dispositivo posicionador onde recebia uma carga constante de 1 kgf por 3 minutos. Antes da presa do cimento os excessos foram removidos usando-se uma haste com algodão. Os corpos de prova foram fotopolimerizados em sua borda por 30 segundos. O conjunto após a completa polimerização foi colocado em solução aquosa de cloreto de sódio a 0,9%, a 37°C.

4.4.3 Cimentação com o Cement-it C&B

Para a cimentação das próteses adesivas, a Jeneric / Pentron, EUA desenvolveu o cimento Crown and Brigde (C&B) Lutting Composite cujo conjunto acompanha o *Metal Primer* e o adesivo *Bond-1*. Seguindo o manual de instruções foi aplicado sobre as superfícies a serem coladas um camada de *Metal Primer* cujos excessos foram removidos com jatos de ar. Após este passo foram aplicados duas camadas do adesivo *Bond-1*, seguindo-se 10 segundos de fotopolimerização. Após a polimerização dispensou-se sobre o papel impermeável, partes iguais das pastas base e catalizadora, o que após espatulação por 30 segundos atingiu uma mistura homogênea. Esta mistura foi colocada sobre a parte ativa das peças e levadas ao posicionador com carga constante de 1 kgf, onde os excessos foram removidos antes da presa. Também estes corpos-de-prova foram fotopolimerizados em sua borda por 30 segundos. O conjunto permaneceu sob carga por 5 minutos. Após este tempo os corpos-de-prova foram colocados em solução de cloreto de sódio a 0,9% e armazenados em estufa a 37%.

4.5 **Ciclagem térmica**

Todos os corpos de prova após 3 dias da cimentação foram submetidos 1000 ciclos térmicos, na máquina de ciclagem térmica do Departamento de Materiais Dentários da Universidade de São Paulo.

Cada ciclo consistia em 2 banhos nas temperatura de 5°C e 55°C respectivamente, cada banho durava 1 minuto. Tanto o tempo quanto a temperatura foram controlados automaticamente. Após ciclagem os corpos de prova retornavam para a estufa a 37°C imersos em solução de cloreto de sódio a 0,9% , por cerca de 24 horas. Após 5 dias da cimentação os corpos-de-prova foram submetidos aos ensaios de tração.

4.6 Ensaios de tração

Para os ensaios de tração foi usada a Máquina de Ensaios Universal Riehle do Departamento de Materiais Dentários (FOUSP). Afim de eliminar qualquer interferência foi feito um sorteio para determinar a ordem dos corpos de prova na seqüência dos testes. Os corpos de prova também recebiam um número que era fixado com amarrilho ortodôntico para que na fase seguinte do experimento ele pudesse ser identificado.

A fixação do corpo de prova se deu por meio de garras especiais, desenvolvidas para o correto posicionamento e a perfeita aplicação da carga tracional. Procurou-se assim evitar a giroversão do corpo de prova, o que poderia resultar em tensões de cisalhamento por torção alterando os resultados.

Para todos os testes a máquina de ensaios, estava regulada a uma velocidade constante de 0,05 cm/min (Yoshida *et al.*, 1995). Após a ruptura, o valor em kgf era registrado no painel da máquina. Os dados foram tabulados e transformados em MPa. Os pares de corpos-de-prova devidamente numerados eram então estocados em recipientes com água destilada.

4.7 Desgaste das superfícies para nova colagem

Para determinação da interferência da camada *alfa case* foi realizado um desgaste na superfície ativa dos corpos de prova. Este desgaste consistiu em uma planificação da área ativa com uma lixa 200 em uma politriz mecânica. Segundo Miyakawa *et al.* (1989) a camada de *alfa case* atinge em média 20 µm de espessura. Esta camada apresenta aspecto rugoso, escuro e fosco. O critério de desgaste foi realizado em um teste piloto onde se observou que após 100 µm de desgaste se obtinha uma superfície de brilho especular metálico, onde nenhum resto de cimento e ou substância do tratamento superficial existia. Após cuidadosa lavagem os espécimes foram colocados em um vibrador ultra-sônico.

4.8 Tratamento superficial e cimentação pós-desgaste

Nesta nova fase foram realizados os mesmos procedimentos para confecção dos tratamentos superficiais e de cimentação dos corpos-de-prova, conforme visto na fase anterior.

Também todos os espécimes após 3 dias de realizada a cimentação foram ciclados 1000 vezes na máquina de ciclagem térmica do Departamento de Materiais Dentários. Cada ciclo consistia em 2 banhos nas temperatura de 5°C e 55°C respectivamente, cada banho durava 1 minuto.

De igual modo os corpos-de-prova foram submetidos a um sorteio quanto á ordem para os ensaios de tração, após 5 dias na Máquina de Ensaio Universal Riehle. De onde se obteve os dados que juntados aos da fase anterior, foram submetidos aos testes estatísticos.

5. RESULTADOS

Os dados constantes da Tabela A.1 do Apêndice foram submetidos à análise de variância, cujos resultados encontram-se na Tabela 5.1. A Tabela 5.2 contém as médias correspondentes aos 4 fatores principais. Na Tabela 5.3 encontram-se as médias correspondentes à interação significativa **cimento x tratamento da superfície**, que contém, também o valor crítico para contrastes, pelo teste de Tukey (diferenças entre 2 médias quaisquer maiores que o valor crítico, são diferentes entre si significativamente). A Tabela 5.4 apresenta as médias correspondentes à interação de maior grau (**cimento x conjugação liga/ revestimento x tratamento superficial x desgaste**), ou seja de cada uma das condições experimentais.

Os resultados da análise de variância da Tabela 5.1 mostram que todos os fatores principais (cimento, conjugação liga/revestimento, tratamento superficial e desgaste) foram significantes ($p < 0,001$). De todas as interações, a única significativa foi a **cimento x tratamento superficial** ($p < 0,05$).

As médias para cimento da Tabela 5.2 mostram a superioridade, dos cimentos 3M e Ciment-it, na resistência de união (26,4 e 27,6 MPa , respectivamente), em comparação ao Enforce (18,9 MPa) . Entre os

cimentos 3M e Cement-it, pelas médias da Tabela 5.2, não apresentam diferenças significantes entre si. Entretanto, pelas médias da Tabela 5.3, correspondentes à interação **cimento x tratamento da superfície**, verifica-se que a diferença numérica ocorreu, principalmente, no tratamento com o sistema Siloc (3M = 34,9 MPa; Cement-it = 37,2 MPa). Já com o tratamento com Al_2O_3 somente, os valores são muito semelhantes (3M = 17,9 MPa; Cement-it = 18,1 MPa).

As médias correspondentes à conjugação liga/ revestimento (Tabela 5.2), mostrou, em princípio, grande proximidade, embora aquela relativa ao nível titânio/revestimento com α case apresente valor menor significantemente ($\text{Ti}\alpha = 22,6$ MPa; $\text{Ti}\alpha = 25,2$ MPa; NiCr = 25,1 MPa). Nota-se a grande semelhança entre as retentividades do titânio fundido com o revestimento sem α case e a liga de níquel-cromo. Esses resultados são confirmados pelas médias da Tabela 5.4, onde quase sob todos os demais níveis há grande semelhança entre $\text{Ti}\alpha$ e NiCr (titânio com revestimento sem α case e liga de níquel-cromo).

O tratamento superficial do metal apresentou nítida diferença significante e numericamente chega a ser 2,26 vezes ($\text{Al}_2\text{O}_3 = 14,9$ MPa; Siloc = 33,7 MPa). Verifica-se, assim, pela Tabela 5.2 que o sistema Siloc é muito eficiente para aumentar a resistência de união entre metais cimentados entre si. Conforme médias da Tabela 5.3 mesmo o cimento Enforce conduziu a alta retentividade com o sistema Siloc (29,0 MPa) , embora ainda menor, significantemente, em relação aquelas dos cimentos 3M e Cement-it (34,9 e 37,2 MPa, respectivamente). O sistema Siloc, em

relação ao tratamento com Al_2O_3 , mais que triplicou a resistência de união com o cimento Enforce e aproximadamente duplicou a mesma com os demais cimentos.

O desgaste, com finalidade de eliminar a camada *a case* aumentou significativamente a resistência de união (Tabelas 5.1 e 5.2). Esse aumento, no entanto, não chegou a ser muito alto numericamente, conforme médias da Tabela 5.2 (Antes = 23,6 MPa; Depois = 25,0 MPa). O aumento que ocorreu, foi com o titânio. A liga de níquel-cromo que não possui *α case* sempre apresentou valores muito próximos entre antes e depois do desgaste, conforme Tabela 5.4. Essa tabela, por outro lado mostra que com o titânio, em maior ou menor magnitude, depois do desgaste a resistência de união aumentava, após o desgaste.

TABELA 5.1 Análise de variância da resistência de união

Fonte de variação	G.L.	Quadrados médios	R. Q. M.
Cimento (C)	2	1.349,4791	135,87 ***
Conjugação Liga /revest.(L)	2	124,3321	12,52***
Trat. superficial(T)	1	15.889,7636	1.599,79***
Int. C x L	4	13,2183	1,33n.s
Int. C x T	2	40.5191	4,08*
Int. L x T	2	2,4767	0,25n.s
Int. C x L x T.	4	9,5425	0,96n.s
Resíduo I	72	9,9324	—
Bloco –Principal	89	(221,6804)	—
Desgaste (D)	1	96,5069	16,01***
Int. C x D	2	0,7287	0,12n.s
Int. L x D	2	18,6734	3,10n.s
Int. T x D	1	0,0222	0,00n.s
Int. C x L x D	4	2,0610	0,34n.s
Int. C x T x D	2	7,4181	1,23n.s
Int. L x T x D	2	2,6994	0,45n.s
Int. C x L x T x D	4	2,8045	0,47n.s
Resíduo II	72	6,0274	—
Sub-bloco	90	(6,7667)	—
Total	179	(113,6232)	—

n.s – Não Significante

* --Significante ao nível de 5%

***-Significante ao nível de 0,1%

TABELA 5.2 Médias de resistência de união (MPa), por ensaio de tração, dos fatores principais (cimento, conjugação liga/revestimento, tratamento superficial e desgaste) e valores críticos para contrastes

Cimento			Tukey (5%) ou signif.
Enforce	3 M	Cement-it	
18,9	26,4	27,6	1,35
Conjugação liga/ revestimento			
Ti cα*	Ti sα *	NiCr*	
22,6	25,2	25,1	1,35
Tratamento da superfície			
Al ₂ O ₃	Siloc		
14,9	33,7		0,1%
Desgaste			
Antes	Depois		
23,6	25,0		0,1%

* Ticα e Tisα (titânio, respectivamente com revestimento com α case e sem α case); NiCr (liga de níquel cromo com revestimento fosfatado)

TABELA 5.3 Médias de resistência de união (MPa), por ensaio de tração, correspondentes à interação *cimento x tratamento de superfície*, e valor crítico para contrastes

Tratamento da superfície	Cimento			Tukey (5%)
	Enforce	3 M	Cement-it	
Al ₂ O ₃	8,8	17,9	18,1	2,34
Siloc	29,0	34,9	37,2	

TABELA 5.4 Médias de resistência de união (MPa), por ensaio de tração, correspondentes à interação *cimento x conjugação liga / revestimento x tratamento superficial x desgaste*

Cimento	Tratamento superficial	Des-gaste	Conjugação liga/revestimento		
			Ti cα*	Ti sα*	NiCr*
Enforce	Al ₂ O ₃	Antes	6,6	9,1	9,3
		Depois	8,3	10,1	9,2
	Siloc	Antes	26,7	28,6	28,2
		Depois	29,9	30,6	30,0
3 M	Al ₂ O ₃	Antes	14,6	18,2	18,5
		Depois	18,6	19,2	18,5
	Siloc	Antes	30,4	35,0	37,0
		Depois	33,8	34,9	38,3
Cement-it	Al ₂ O ₃	Antes	14,3	19,0	18,1
		Depois	18,2	19,7	19,1
	Siloc	Antes	35,1	38,4	37,3
		Depois	35,4	39,7	37,3

*Ticα e Tisα (titânio, respectivamente com revestimento com α case e sem α case); NiCr (liga de níquel cromo com revestimento fosfatado)

6. DISCUSSÃO

A resistência de união, através de cimentos, de ligas nobres e de metais básicos já foi abordada por vários autores, ao longo dos anos. Entretanto a resistência de união com o titânio, que mais recentemente está sendo introduzido para trabalhos protéticos, ainda não foi muito investigada.

O fator cimento, na presente pesquisa, foi altamente significativa (Tabela 5.1). Contudo 2 dos cimentos apresentaram resistências de união muito próximas entre si (Tabela 5.2) – o Cimento de resina 3M e o Cement-it – além de bem superiores à do Enforce. A resistência desse foi menor, em especial com o tratamento da superfície com óxido de alumínio, onde apresentou em torno da metade apenas em relação a dos outros 2. Com o tratamento superficial do sistema Siloc melhorou muito, ficando proporcionalmente mais próximo o Enforce dos cimentos 3m e Cement-it, mas, mesmo assim, ainda se mantém aquém desses 2 cimentos.

Considerando o tratamento superficial dos metais com o óxido de alumínio apenas e para as 3 conjugações liga/ revestimento, as resistências de união com o cimento Enforce variaram de 6,6 a 10,1 MPa, com o 3M de 14,6 a 19,2 MPa , e com o Cement-it de 14,3 a 19,7 MPa (Tabela 5.4). Mostra isto mais uma vez a semelhança entre os 2 últimos cimentos e com

superioridade em relação ao primeiro. Para o tratamento superficial com o sistema Siloc, os intervalos correspondentes foram respectivamente: 26,7 a 30,6 MPa (Enforce); 30,4 a 38,3 MPa (3M); 35,1 a 39,7 MPa (Cement-it). Há , conforme se nota, uma aproximação da resistência do cimento Enforce à dos outros 2 cimentos.

A resistência de união e a variação da retentividade em função de marcas de cimento, também já foi encontrada por vários autores. Jenkins & Aboush (1985), em liga de níquel-cromo e adesivo Panavia Ex, encontraram valores, por ensaio de tração de 41,72 MPa com tratamento superficial com lixa (nº 600) e 43,29 MPa com jateamento; mas , também, encontraram alta retentividade ao esmalte (25,99 MPa). São valores bem altos, em relação aos quais os da presente pesquisa ficaram bem aquém, principalmente quando o tratamento da superfície do metal foi apenas com óxido de alumínio. Zardiackas *et al.* (1986) encontraram diferenças em função de sistemas adesivos e ligas a base de níquel-cromo.(O Cimento Comspan, em relação ao ESPE “E”, alcançou 34 a 36% mais de retenção). Watanabe *et al.* (1988), com liga de Ni-Cr-Be, jateamento com óxido de alumínio e 3 cimentos, além de terem encontrado valores diferentes em função dos cimentos, verificaram também a influência do tempo de armazenagem conforme o material. Os valores encontrados por esses autores, em geral, foram superiores aos encontrados na presente pesquisa. Burmann (1995), também , encontrou maior resistência com um dos cimentos. França *et al.* (1998) observaram grandes diferenças de retentividade entre adesivos, com vantagem para o Panavia Ex, com microjateamento, em liga de níquel-

cromo, chegando a 25,6 MPa, enquanto que com outros cimentos, nas mesmas condições, os valores foram tão baixos como 4,19 e 8,60 MPa. Por outro lado Martuci *et al.*(1999), além de terem encontrado valores de retenção menores do que os da presente pesquisa, observaram grande variação em função da aplicação do cimento (com ou sem *primer* e/ou adesivo).

O titânio é enaltecido por sua excelente biocompatibilidade no meio bucal (Hehner & Heidemann, 1989; Kuroiwa *et al.*, 1990; Walter & Boning, 1991). Em adição à sua biocompatibilidade favorável, o seu comportamento de retentividade, em relação aos diversos agentes cimentantes empregados, foi muito semelhante ao da liga de níquel-cromo. Hibino *et al.* (1990), por ensaio de tração, e sem tratamento especial da superfície, encontraram para a resistência de união entre titânio e um cimento de carboxilato, 9,4 MPa e, com um cimento resinoso 21,6 MPa. Valor este já comparável à retentividade com ligas de níquel-cromo com grande frequência.

Tanto o cimento Enforce como o Cement-it foram utilizados com *primers* indicados pelos respectivos fabricantes. Assim, em princípio o *primer* não deveria ser o responsável pela maior retentividade do cimento Cement-it, embora este empregue um *primer* para metal (Metal Primer). Não se sabe exatamente se o Enforce utiliza um *primer* próprio para metal. Pois, um trabalho feito em 1997 (Martuci *et al.*, 1999), empregando o Enforce da época como um dos cimentos para unir uma liga de níquel-cromo chegou a resultados que chamaram atenção, quanto à influência do *primer*. O referido trabalho mostrou que o emprego do *primer* do fabricante apresentou

resistência de união bem menor do que quando ele foi excluído e no lugar dele aplicado o adesivo. De cerca de 8 MPa com *primer* apenas, a retenção com adesivo somente ultrapassou 12 MPa. É possível que o *primer* para metal seja diferente daquele para a dentina, já que nesta, o meio é úmido, o que não ocorre com o metal.

A influência da utilização do *primer* na resistência de união de metais foi também, abordado por outros autores. Taira & Imai (1995) uniram ligas de ouro-prata, prata-paládio, cobalto-cromo e titânio, empregando *primers*. Dependendo da composição do *primer* obtinham retenções satisfatórias apenas com metais básicos (Co-Cr e Ti). Com os metais nobres os valores eram próximos de zero. Com outras formulações do *primer* ocorreu o inverso, quanto aos tipos de liga. Ainda com certas formulações de *primers* a resistência de união se tornou satisfatória com todas as ligas. Yoshida *et al.*, (1996), em ensaios da ruptura por cisalhamento, encontraram influência do tipo de *primer* e tipo de liga na resistência adesiva. Segundo Van der Vyver & de Wet (1996), em liga de ouro tipo II, o *primer* aplicado após a estanhagem reduziu a retentividade de um dos cimentos. Verifica-se que o assunto ainda é bastante controvertido.

O fator conjugação liga/revestimento foi significativa, entretanto, as diferenças, em geral, não foram muito acentuadas (Tabelas 5.2 e 5.4). Entre o titânio fundido com o revestimento tido como não formar a camada α case ($Ti\alpha$), e a liga de níquel-cromo a semelhança é muito grande, observado na Tabela 5.2 e muito bem reproduzido na Tabela 5.4, considerando outros fatores e níveis constantes. Em média o titânio, fundido em revestimento

com α case ($Ti\alpha$), apresenta uma resistência de união menor, em comparação ao obtido por revestimento sem o α case. Essa menor resistência média obtida com o revestimento com α case (Tabela 5.2) se deve, no entanto, essencialmente, às condições de antes do desgaste, para nova cimentação, conforme pode ser observada na Tabela 5.4. As proximidades entre o titânio com camada de α case ($Ti\alpha$) e titânio sem a camada de α case (Tis) são muito evidentes nas condições de depois do desgaste, o que não ocorre naquelas antes da eliminação dessa camada α case, pelo desgaste efetuado.

Conforme visto, a camada α case prejudicaria um pouco a resistência de união. Contudo, uma vez eliminada esta camada, as superfícies depois do desgaste se tornam semelhantes nas fundições obtidas tanto com um ou outro revestimento.

As resistências de união obtidas neste trabalho encontram, frequentemente, semelhanças com as encontradas na literatura, principalmente em relação às ligas de níquel-cromo. Zardiackas *et al.* (1986), utilizando 2 ligas de níquel-cromo, e dois cimentos, encontraram resistências de união pouco acima de 25 MPa com uma das ligas e com outra um pouco acima de 12 MPa, dependendo do cimento. Valores com os quais são compatíveis os da presente pesquisa. Em esmalte bovino esses autores encontraram uma retenção de cerca de 10 a 16 MPa. Valores comparáveis ainda foram encontrados por outros autores com ligas de níquel-cromo e de ouro (Watanabe *et al.*, 1988; Imbery *et al.*, 1992; Taira & Imai, 1995; Van de Vyver & de Wet, 1996; França *et al.*, 1998; Martuci *et al.*, 1999.)

A resistência de união do titânio cimentado, observada na presente pesquisa, encontra, também, valores similares na literatura, quer com ou sem o emprego do sistema Silicoater ou similar. Sem o emprego do Silicoater, os valores encontrados foram: Hibino *et al.*(1990), 21,6 MPa; May *et al.*(1995), 16,1 MPa; Taira *et al.*(1998) de 18,8 a 34,7 MPa. O tratamento da superfície do titânio com o Silicoater ou semelhante sempre conduziu a resistência de união maiores: Hansson (1990) encontrou maior resistência de união com o Silicoater com o que concordam os resultados de Ishyima *et al.*(1992), Hansson & Moberg (1993); para May *et al.*(1995) o sistema Rocatec aumentou em 68% a resistência, por meio de ensaio de cisalhamento; Watanabe *et al.*(1999) com óxido de alumínio encontraram a retenção de 14,6 MPa e com o sistema Siloc 22,8 MPa, também por ensaio de cisalhamento. Observa-se que este valor foi superado na presente pesquisa com o sistema Siloc, empregando ensaio de tração.

Os resultados da presente pesquisa mostram que a resistência de união do titânio, além de ser semelhante à encontrada com a liga de níquel-cromo, freqüentemente é superior aos valores encontrados na literatura.

O tratamento da superfície do metal apresentou alta significância. A diferença média entre o jateamento com óxido de alumínio e o emprego do sistema Siloc foi bem elevada (Al_2O_3 =14,9 MPa ; Siloc = 33,7 MPa); cerca de 2,26 vezes maior .

As Tabelas 5.3 e 5.4 mostram que o sistema Siloc foi em especial eficiente com o cimento Enforce, embora com os outros também, tenha sido altamente eficiente.

As resistências de união encontradas na presente pesquisa, geralmente acima de 30 MPa (com o sistema Siloc) encontram-se dentro dos intervalos encontrados na literatura e freqüentemente acima, independentemente do metal considerado. Imbery *et al.*(1992) encontraram com liga de níquel–cromo valores relativamente baixos (14,5 MPa com o Silcoater e 12,9 MPa com micro-jateamento). Hansson & Moberg (1993), também, obtiveram maiores retenções com o emprego do sistema Silicoater. May *et al.*(1995) conseguiram uma elevação de 48% com o sistema Rocatec. França *et al.*(1998), com o sistema Silicoater alcançaram com liga de níquel-cromo até 40,25 MPa de resistência de união. Watanabe *et al.*(1999) conseguiram aumentar a retentividade com Silicoater em 56% entre metal e um composto de polímero de vidro.

O fator desgaste foi, também, significativo. Contudo, numericamente, a diferença não chega a ser grande. Em média o desgaste elevou a resistência de união em 5,9% apenas. Isto ocorreu, conforme já visto , essencialmente com o titânio obtido por fundição em revestimento que forma α case (Tabela 5.4). Com a liga de níquel-cromo quando havia aumento, da condição de antes para depois do desgaste, era muito pequeno numericamente. Com o titânio obtido com revestimento sem α case, os aumentos numéricos com o desgaste, também foram pequenos. Os resultados vem mostrar que a camada α case é um pouco prejudicial `a resistência de união, embora não venha constituir uma situação alarmante. Em geral com a utilização do sistema Siloc, a camada α case parece influenciar menos ainda nos resultados (Tabela 5.4).

Uma análise geral dos resultados mostra que ainda existem grandes diferenças na resistência de união em função de diferentes cimentos. O titânio mostrou-se bastante favorável, quanto à resistência de união, com os cimentos empregados e em especial com o tratamento da superfície com o sistema Slioc. Não foi inferior em relação à liga de níquel-cromo empregada. A rigor não se sabe o quanto de resistência de união deveria existir entre o cimento e o metal, já que a retentividade é limitada entre o cimento e a estrutura dental. Estas variam muito, contudo encontram-se valores como: 25,9 MPa em esmalte (Jenkins & Aboush, 1985); em esmalte bovino 9,82 a 16,73 MPa (Zardiackas *et al.*1986); Cooley *et al.*(1992), em união com dentina humana, encontraram valores com 2,68 MPa ou 21,59 MPa; Van de Wyver & de Wet (1996) em dentina encontraram 15,09 e 17,98 MPa.

O desgaste para a remoção da camada α case melhorou um pouco a retentividade mas não constitui uma condição crítica para melhorar a resistência de união.

7. CONCLUSÕES

Tendo em vista os resultados obtidos , parece lícito concluir que:

- 7.1.Os cimentos 3M e Cement-it apresentaram resistência de união bem maiores que o Enforce, principalmente na condição de jateamento com óxido de alumínio apenas.
- 7.2. O titânio fundido com revestimento sem α case e a liga de níquel cromo apresentaram resistências de união muito semelhantes.
- 7.3. A menor retentividade do titânio fundido com revestimento que forma α case ocorreu essencialmente antes do desgaste.
- 7.4. O tratamento superficial com o sistema Siloc, em relação àquele com óxido de alumínio duplicam a resistência de união dos cimentos 3M e Cement-it e a triplicam do cimento Enforce.
- 7.5. O desgaste da superfície do metal não aumentou, em média, consideravelmente a resistência de união e quando ocorreu um aumento, numericamente foi no titânio fundido com revestimento que forma a camada α case.
- 7.6. Com o titânio é possível conseguir-se resistência de união semelhante àquela obtida com a liga de níquel-cromo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS *

1. ABOUSH, Y.E.Y.; JENKINS C.B.G. The tensile strength of adhesive systems for resin bonded bridge applications. **J Dent Res**, v.66, p.847, 1987. Special Issue. [Resumo n.116]
2. ATTA, M.O.; SMITH, B.G.N.; BROWN, D. Bond strength of three chemical adhesive cements adhered to a nickel-chromium alloy for direct bonded retainers. **J Prosthet Dent**, v.63, n.2, p.137-143, Feb. 1990.
3. ATTA, M.O.; SMITH, B.G.N.; BROWN, D.A. A comparative study of the bond strength of chemical & mechanical retention systems for resin bonded bridges. **J Dent Res**, v.66, n.4, p.848, Apr. 1987.[Resumo n.118]

* De acordo com NBR-6023 da Associação Brasileira de Normas Técnicas, 1989. Abreviatura de periódicos segundo "Index to Dental Literature".

4. BURMANN, P.A. **Estudo “in vitro” da resistência de união entre sistemas adesivos e ligas metálicas.** São Paulo, 1995. 135 p. Tese (Doutorado em Materiais Dentários) - Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.
5. COOLEY, R.L.; BARKMEIER, W.W.; EVANS, J.G. Shear bond strengths of resin adhesive cements to dentin and Ni-Cr-Be alloy. **J Esthet Dent**, v.4, n.4, p.117-120, July/Aug. 1992.
6. DIXON, D.L.; BREEDING, L.C.; HUGHIE, M.L.; BROWN, J.S. Comparison of shear bond strengths of two resin luting systems for a base and a high noble metal alloy bonded to enamel. **J Prosthet Dent**, v.72, n.5, p.457-461, Nov. 1994.
7. EFFAH, E.A.; BIANCO ,P.D.; DUCHEYNE, P. Crystal structure of the surface oxide layer on titanium and its changes arising from immersion. **J Biomed Mater Res**, v. 29, n.1, p. 73-80, Jan. 1995.
8. FERENCZI, A.M.; DEMRI, B.; MORITZ, M.; MUSTER, D. Casted titanium for dental applications: an XPS and SEM study. **Biomaterials**, v.19, n.16, p. 1513-1515, Aug. 1998.

9. FLOOD, A.M.; BROCKHURST, P.; HARCOURT, J.K. The bond strength of various adhesives used for Maryland Bridges. **Aust Dent J**, v.34, n.5, p. 449-453, Oct. 1989.
10. FRANÇA, R.O. ; MUENCH, A. ; CARDOSO, P.E.C. Resistência de união entre liga de níquel-cromo e cimentos resinosos. **Rev Odontol Univ São Paulo**, v.12, n.3, p.267-70, jul./set. 1998.
11. GATES, W.D.; DIAZ-ARNOLD, A.M.; AQUILINO, S.A.; RYTHER, J.S. Comparison of the adhesive strength of a BIS-GMA cement to tin-plated and non-tin-plated alloys. **J Prosthet Dent**, v.69, n.1, p. 12-16, Jan. 1993.
12. HAMANAKA, H.; DOI, H.; YONEYAMA, T.; OKUNO, O. Dental casting of titanium and Ni-Ti alloys by a new casting machine **J Dent Res**, v.68,n.11, p. 1529-1533, Nov. 1989.
13. HANSSON, O. Strength of bond with Comspan Opaque to three silicoated alloys and titanium. **Scand J Dent Res**, v. 98, n. 3, p. 248-256, June 1990.

14. HANSSON, O.; MOBERG, L.E. Evaluation of three silicoating methods for resin-bonded prostheses. **Scand J Dent Res**, v.101, n. 4 , p. 243-251, Aug. 1993.
15. HEHNER, B.; HEIDEMANN, D; Comparison of the biological tolerance of titanium and titanium alloys in human gingiva cell cultures. **Dtsch Z Mund Kiefer Gesichtschir**, v. 13, n. 5, p. 394-400, Sept./Oct .1989.
16. HIBINO, Y. Influence of types and surface treatment of dental alloy and film thickness of cements on bond strength of dental luting cements. **Shika Zairyo Kikai**, v. 9, n.6, p. 786-805, Nov .1990.
17. HIBINO, Y.; KUROIWA, A.; KUROSAWA, S.; KANKE, S.; HASHIMOTO, H. Bond strength of dental luting cements to titanium castings **Shika Zairyo Kikai**, v. 9, n. 1, p. 79-85, Jan. 1990.
18. HOSSEINI, A. Clinical evaluation of resin bond prostheses: Rochette technique. **Quintessence Int**, v.25, n.8, p.567-571, Aug. 1994.
19. IMAI, Y.; CHWEH, M.J. Effect of dimethacrylates in resin cement on durability against thermal stress of adhesion to titanium. **Dent Mater J**, v. 16, n. 1, p. 87-93, June 1997.

20. IMAI, Y.; IKEDA, Y. Effect of adding ethylene glycol dimethacrylate to resin cements: durability against thermal stress of adhesion to titanium. **Dent Mater J**, v.16, n.1, p.74-77, June 1997.
21. IMBERY, T.A.; BURGESS, J.O.; NAYLOR, W.P. Tensile strength of three resin cements following two treatments. **Int J Prosthodont**, v.5, n.1, p.59-67, Jan./Feb. 1992.
22. ISHIJIMA, T.; CAPUTO, A.A.; MITO, R. Adhesion of resin to casting alloys. **J Prosthet Dent**, v.67, n.4, p.445-449, Apr. 1992.
23. JENKINS, C.B.G.; ABOUSH, Y.E.Y. The bond strength of a new adhesive recommended for resin bonded bridges. **J Dent Res**, v.64, p.664, 1985. Special Issue. [Resumo n.18].
24. KERN, M.; THOMPSON, V.P. Effects of sandblasting and silica-coating procedures on pure titanium. **J Dent**, v.22, n.5, p.300-306, Oct. 1994.
25. KING, A.W.; LAUTENSCHLAGER, E.; CHAI, J.; GILBERT, J. A comparison of the hardness of different types of titanium and conventional metal ceramics. **J Prosthet Dent**, v.72,n.3, p.314-319, Sept. 1994.

26. KLINGER, E.; BONING, K.; WALTER, M. Castability and accuracy of fit of a titanium casting system. **Dtsch Zahnarztl Z**, v.46, n.11, p.743-745. Nov . 1991.
27. KOBAYASHI, E.; MATSUMOTO, S.; DOI, H.; YONEYAMA, T.; HAMANAKA, H. Mechanical properties of the binary titanium-zirconium alloys and their potential for biomedical materials. **J Biomed Mater Res**, v.29, n.8, p.943-950, Aug. 1995.
28. KOURTIS, S.G. Bond strengths of resin-to-metal bonding systems. **J Prosthet Dent**, v.78, n.2, p.136-145, Aug. 1997.
29. KUROIWA, A.; WADA, K.; HIBINO, Y.; YOSHIDA, O.; KAKUMOTO, Y.; KOUCHI, H.; NAGAYAMA, K.; HASHIMOTO, H. Studies on titanium casting. (1) Influence of the mold temperature on titanium castings. **Shika Zairyo Kikai**, v.9, n.2, p.279-288, Mar. 1990.
30. LOW, D.; MORI, T. Titanium full crown casting: thermal expansion of investments and crown accuracy. **Dent Mater**, v.15, n.3, p.185-190, May 1999.
31. LYNDE, T.A.; WHITEHILL, J.M.; COFFEY, J.P.; MEIERS, J.C. The bond strength of an adhesive resin luting cement to a variety of surface

treatments of a high-palladium copper alloy. **J Prosthodont**, v.5, n.4, p.295-300, Dec. 1996.

32. McAULIFFE, C.A.; BRICKLEBANK, N. Titanium: Inorganic & Coordination Chemistry. In: **Encyclopedia of inorganic chemistry** Chicester: John Wiley & Sons. 1.ed., 1994. p.4197-4205.
33. MARTUCI, R.R.; MUENCH, A., BIANCHI, J. ; RODRIGUES FILHO, L.E. Resistência de união entre cimentos e liga de níquel-cromo, em função da ciclagem térmica e variações no procedimento de união. **Rev Odontol Univ São Paulo**, v.13, n.3, p.269-273, jul./set. 1999.
34. MATSUMURA, H.; SALONGA, J.P.; TAIRA, Y.; ATSUTA, M. Effect of ultrasonic instrumentation on bond strength of three dental cements bonded to nickel-chromium alloy. **J Prosthet Dent**, v.75, n.3, p.309-313, Mar. 1996.
35. MAY, K.B.; FOX, J.; RAZZOOG, M.E.; LANG, B.R. Silane to enhance the bond between polymethyl methacrylate and titanium. **J Prosthet Dent**, v. 73, n.5, p.428-431, May 1995.

36. MAY, K.B.; VAN PUTTEN, M.C.; BOW, D.A.; LANG, B.R. 4-META polymethyl methacrylate shear bond strength to titanium. **Oper Dent**, v. 22, n.1, p.37-40 , Jan./Feb. 1997 .
37. MELONCINI, M.A. **Ajuste cervical de fundições de titânio, tipo coroa, em função de revestimentos e técnicas**. São Paulo, 2000, 82p. Tese (Doutorado em Materiais Dentários) – Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.
38. MIYAKAWA, O.; WATANABE, K.; OKAWA, S.; KANATANI, M.; NAKANO, S.; KOBAYASHI, M. Surface contamination of titanium by abrading treatment. **Dent Mater J**, v.15, n.1, p.11-21, June 1996.
39. MIYAKAWA, O.; WATANABE, K.; OKAWA , S.; NAKANO, S.; KOBAYASHI, M.; SHIOKAWA, N. Layered structure of cast titanium surface. **Dent Mater J**, v.8, n.2, p.175-185, Dec. 1989.
40. MORI, T. Titanium. A review of investments for high temperature casting. **Aust Prosthodont J**, v.7, n.1, p. 31-34, Jan. 1993.
41. MUELLER, H.J. Microscopy analysis of dental titanium casting investment materials **Scanning Microsc**, v.3, n.3, p.837-842, Sept. 1989.

42. MUKAI, M.; FUKUI, H.; HASEGAWA, J. Relationship between sandblasting and composite resin-alloy bond strength by a silica coating. **J Prosthet Dent**, v.74, n.2, p.151-155, Aug. 1995.
43. MUSIL, R. **The adhesion of dental resins to metal surfaces**. 1.ed., Wehrheim, Kulzer & Co Gmbh, 1984. p. 9-35.
44. PEGORARO, L.F.; BARRACK, G. A comparison of bond strength of adhesive cast restorations using different designs, bonding agents, and luting resins. **J Prosthet Dent**, v.57, n.2, p.133-138, Feb. 1987.
45. PING, M.W. Investigation of castability and layered structure on margin of titanium cast crown. **Kokubyo Gakkai Zasshi**, v. 64, n.4, p.483-498, Dec. 1997.
46. SCHAFFER, H.; DUMFAHRT, H. Material testing for the use of titanium in bonded prosthodontic restorations **Dtsch Zahnarztl Z**, v. 44, n.11, p.884-887, Nov. 1989.
47. STRUTZ, J.M.; WHITE, S.N.; YU, Z.; KANE, C.L. Luting cement-metal surface physicochemical interactions on film thickness. **J Prosthet Dent**, v.72, n.2, p.128-132, Aug. 1994.

48. TAIRA, M.; MOSER, J.B.; GREENER, E.H. Studies of Ti alloys for dental castings. **Dent Mater**, v. 5, n.1, p.45-50, Jan. 1989.
49. TAIRA, Y.; IMAI, Y. . Primer for bonding resin to metal. **Dent Mater**, v. 11, n.1, p.2-6, Jan. 1995.
50. TAIRA, Y.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Bonding of titanium with acidic primers and a tri-n-butylborane-initiated luting agent. **J Oral Rehabil**, v.24, n.5 , p.385-388, May 1997.
51. TAIRA, Y.; MATSUMURA, H.; YOSHIDA, K.; TANAKA, T.; ATSUTA, M. Influence of surface oxidation of titanium on adhesion. **J Dent**, v.26, n.1, p.69-73, Jan. 1998.
52. TAKAHASHI, H.; MIYAZAKI, T.; KAWAWA, T. Accuracy of titanium cast crowns obtained from calcia base mold. **Clin Mater**, v.16, n.3, p.155-160, Mar. 1994.
53. TAKAHASHI, J.; ZHANG, J.Z.; OKAZAKI, M. Castability and surface hardness of titanium cast plates obtained from experimental phosphate-bonded silica investment molds. **Dent Mater J**, v. 12, n.2, p.238-244, Dec. 1993a.

54. TAKAHASHI, J.; ZHANG, J.Z.; OKAZAKI, M. Effect of casting methods on castability of pure titanium. **Dent Mater J**, v.12, n.2, p.245-252, Dec. 1993b.
55. THOMPSON, V.P.; GROLMAN, K.M.; LIAO, R. Bonding of adhesive resins to various non-precious alloys. **J Dent Res**, v.64, p.314, 1985. Special Issue.[Resumo n.1258]
56. VAN DER VYVER, P.J.; DE WET, F.A. *In vitro* bonding of adhesive resin to dental alloys and dentine. **J Dent Assoc S Afr**, v.51, p.419-425, July 1996.
57. WALTER, M., BONING, K. Is titanium an alternative for base metal alloys? **Dtsch Stomatol**, v.41, n.9, p.315-319, Sept. 1991.
58. WANG, R.R.; WELSCH, G.E.; CASTRO-CEDENO, M. Interfacial reactions of cast titanium with mold materials. **Int J Prosthodont**, v.11, n.1, p.33-43, Jan./Feb. 1998.
59. WATANABE, F.; POWERS, J.M.; LOREY, R.E. In vitro bonding of prosthodontic adhesives to dental alloys. **J Dent Res**, v.67, n.2, p.479-483, Feb. 1988.

60. WATANABE, i.; KURTZ, K.S.; KASBCENELL, J.L.; OKABE, T. Effect of sandblasting and silicoating on bond strenght of polymer-glass composite to cast titanium. **J Prosthet Dent**, v.82, n.4, p.462-467, Oct. 1999.
61. WATANABE, K.; OKAWA, S.; KANATANI, M.; NAKANO, S.; MIYAKAWA, O.; KOBAYASHI, M. Possible segregation caused by centrifugal titanium casting. **Dent Mater J**, v.15, n.2, p.212-219, Dec. 1996.
62. WATANABE, K.; OKAWA, S.; MIYAKAWA, O.; NAKANO, S.; SHIOKAWA, N.; KOBAYASHI, M. Molten titanium flow in a mesh cavity by the flow visualization technique. **Dent Mater J**, v. 10, n.2, p.128-137, Dec. 1991.
63. WU, M.; SCHADLICH-STUBENRAUCH, J.; AUGTHUN, M.; SAHM, P.R.; SPIEKERMANN, H. Computer aided prediction and control of shrinkage porosity in titanium dental castings. **Dent Mater**, v.14, n.5, p.321-328, Sept. 1998.
64. YOSHIDA, K.; ATSUTA, M. Effects of adhesive primers for noble metals on shear bond strengths of resin cements. **J Dent**, v.25, n.1, p.53-58 Jan. 1997.

65. YOSHIDA, K.; KAMADA, K.; TANAGAWA, M.; ATSUTA, M. Shear bond strengths of three resin cements used with three adhesive primers for metal. **J Prosthet Dent**, v.75, n.3, p.254-261, Mar. 1996.
66. YOSHIDA, K.; SAWASE, T.; WATANABE, I.; ATSUTA, M. Shear bond strengths of four resin cements to cobalt-chromium alloy. **Am J Dent**, v.8, n.6, p.285-288, Dec. 1995.
67. ZARDIACKAS, L.D.; CAUGHMAN, W.F.; COMER, R.W.; LENTZ, D.L. Tensile adhesion of composite resin cements to etched alloy and enamel. **Quintessence Int**, v.17, n.8, p.483-487, 1986.

APÊNDICE

O dados individuais da resistência de união (MPa), por ensaio de tração, encontram-se na Tabela A.1.

Os 4 fatores e correspondentes níveis estudados foram:

1. *Conjugação liga/ revestimento.*
 - Titânio com revestimento com α case (Tic α)
 - Titânio com revestimento sem α case (Tis α)
 - Liga de níquel-cromo, com revestimento fosfatado.
2. *Cimentos empregados para a cimentação.*
 - Enforce (En.)
 - Cimento de resina 3M (3M)
 - Cement-it (Ce)
3. *Tratamento da superfície do metal*
 - Jateamento com óxido de alumínio (Al₂O₃)
 - Tratamento com Siloc (Sil.)
4. *Desgaste da superfície da metal*
 - Cimentação antes do desgaste
 - Cimentação depois do desgaste

TABELA A.1 Dados individuais da resistência de união (MPa)

Liga/ revst	Cimento	Trat. sup.	Desgas- te.	Repetições				
				1	2	3	4	5
Ticα	En	Al ₂ O ₃	Antes	3,8	7,1	4,9	9,1	8,1
			Depois	8,1	10,5	5,8	8,2	8,9
		Sil.	Antes	22,1	26,5	29,3	30,9	24,6
			Depois	30,1	29,7	30,1	30,3	29,2
	3M	Al ₂ O ₃	Antes	16,9	13,0	11,8	16,2	14,9
			Depois	18,5	15,3	18,7	20,6	19,7
		Sil.	Antes	35,4	31,4	34,0	19,5	31,8
			Depois	34,6	32,2	32,8	35,2	34,0
	Ce	Al ₂ O ₃	Antes	10,7	17,1	15,5	17,3	10,7
			Depois	18,3	21,0	16,3	20,4	15,1
		Sil.	Antes	35,2	31,5	37,8	39,0	32,1
			Depois	40,3	35,0	31,8	35,1	34,7
Tisα	En	Al ₂ O ₃	Antes	4,2	10,0	7,9	12,8	10,4
			Depois	10,8	8,2	5,9	11,2	14,2
		Sil.	Antes	27,2	28,4	31,9	26,6	29,1
			Depois	29,8	31,2	28,9	30,7	32,2
	3M	Al ₂ O ₃	Antes	20,5	15,8	20,3	17,0	17,2
			Depois	21,7	17,4	21,1	17,2	18,6
		Sil.	Antes	40,7	35,7	32,8	32,1	33,9
			Depois	39,7	34,2	31,0	33,2	36,2

continua

continuação

	Ce	Al ₂ O ₃	Antes	15,7	21,4	19,1	20,8	18,0
			Depois	22,3	21,5	19,3	17,2	18,2
		Sil.	Antes	35,1	39,7	39,3	42,2	35,8
			Depois	38,4	40,8	41,6	35,6	42,1
NiCr	En	Al ₂ O ₃	Antes	5,0	12,7	8,3	10,8	9,7
			Depois	6,0	9,4	12,2	8,1	10,5
		Sil.	Antes	23,5	28,3	33,0	26,1	30,0
			Depois	30,1	27,7	30,6	31,7	29,9
	3M	Al ₂ O ₃	Antes	22,7	17,3	14,1	19,6	18,7
			Depois	18,1	20,3	17,9	18,3	17,9
		Sil.	Antes	34,8	37,3	32,6	40,7	39,8
			Depois	36,0	38,1	35,5	39,7	42,4
	Ce	Al ₂ O ₃	Antes	19,3	18,3	21,3	14,5	17,0
			Depois	18,1	17,7	25,4	17,0	17,3
		Sil.	Antes	39,4	40,0	34,3	32,8	39,9
			Depois	35,4	40,8	36,6	36,1	37,7

SUMMARY

TENSILE BOND STRENGTH OF TITANIUM AND A NICKEL-CHROMIUM ALLOY CEMENTED WITH RESIN CEMENTS

The Purpose of the research was to evaluate tensile bond strength of cemented titanium and nickel-chromium alloy cast discs. Factors studied were: *Cements* (Enforce, Resin cement 3M, Cement-it); *Combination alloy/investment* (titanium obtained with α case and without α case investments, and nickel-chromium alloys); *surface treatment* (sandblasting with Al_2O_3 and Siloc application); *surface abrading* (test before and after). Cast discs with fixing stem were sandblasted and half of them were luted in this stage and the other one were luted after Siloc treatment. Specimens were stored for 5 days and thermalcycled (1,000 cycles). After tensile strength test surfaces were abraded and discs were luted again.

The conclusions were: cements presented different bond strength; titanium and nickel-chromium alloy, under given condition, presented similar strength; Siloc system presented at least double strength; abrading of α case, titanium enhance only a little bond strength.