UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO

MICHELLI MENEZES SOBREIRO

**Influência do tratamento ácido em infraestruturas de ligas metálicas de
cobalto-cromo, sobre a resistência da união metalocerâmica**

RIBEIRÃO PRETO

2017

MICHELLI MENEZES SOBREIRO

Influência do tratamento ácido em infraestruturas de ligas metálicas de cobalto-cromo, sobre a resistência da união metalocerâmica

Versão Corrigida

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciência.

Área de concentração: Odontologia
(Reabilitação Oral)

Orientadora: Profa. Dra. Valéria O. Pagnano de Souza

RIBEIRÃO PRETO

2017

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Sobreiro, Michelli Menezes

Influência do tratamento ácido em infraestruturas de ligas metálicas de cobalto-cromo, sobre a resistência da união metalocerâmica. Ribeirão Preto, 2017

111 p, 17il.; 30 cm

Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto/USP Área de concentração: Odontologia (Reabilitação Oral).

Versão corrigida da dissertação. A versão original se encontra disponível na unidade que aloja o programa.

Orientadora: Pagnano, Valéria Oliveira.

1. Ligas metalocerâmicas. 2. Porcelana dentária. 3. União. 4. Ácido clorídrico.

Nome: SOBREIRO, Michelli Menezes

Título: Influência do tratamento ácido em infraestruturas de ligas metálicas de cobalto-cromo, sobre a resistência da união metalocerâmica.

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de
Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo para
obtenção do título de Mestre em Ciência.

Aprovado em:

Banca Examinadora

Prof.(a) Dr.(a) _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Prof.(a) Dr.(a) _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Prof.(a) Dr.(a) _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Dedicatória

À minha querida mãezinha **Matildes de Freitas Menezes Sobreiro**, que nunca mediu esforços para a realização dos meus sonhos e do meu irmão. A mulher guerreira que foi pai, mãe, amiga, professora e um grande exemplo de mulher. As palavras são artifícios incapazes de expressar tamanha gratidão que sinto. O amor e confiança sempre foi presente nessa nossa caminhada de luta, em que todos os obstáculos e dificuldades que surgiram foram superados e sei que muito da sua dor foi ocultada, para que eu pudesse crescer.

Obrigada minha mãe amada por acreditar em mim quando eu mesma não tinha tal fé, e obrigada por sempre me ajudar a seguir em frente. Você me apoiou e apoia em todas as ocasiões, Você que chorou de saudades e medo, que sofreu em silêncio, mesmo quando meus sonhos e planos me levaram para longe de casa, dos seus braços e suas orações.

Por todo o seu sacrifício, dedicação e amor incondicional eu dedico esse pra á você, afinal... Sem você eu não estaria aqui! Te amo!

Ao meu doce paizinho **Walmir Lucio Sobreiro**, que partiu tão cedo e mesmo assim se faz presente em cada pensamento e ato meu. Que é um exemplo de amor, honra e humildade. Que me ensinou que a família é à base de tudo e a sempre ter uma conduta íntegra, ética e respeitar ao próximo. Tenho muito orgulho em ser sua filha. Te amo!

Ao meu amado irmão **William Menezes Sobreiro**, por todos os momentos que compartilhamos desde que nasceu. Você sempre foi meu companheiro, cúmplice e amigo. Você é fundamental em todos os momentos da minha vida e a sua presença é o que os torna especiais, pois eu aprendi e aprendo muito com os nossos erros e acertos e, assim, vivemos e crescemos juntos. Dessa forma, fica claro o porquê essa vitória é nossa! Obrigada por todo apoio! Te amo “zuado”!!

Aos meus primos **Karyn, Rodrigo, Ricardo, Michelle e Bruno** pelo carinho, compreensão, apoio e amizade ilimitada que nos une. Que o nosso amor e amizade sejam eternos. Amo vocês e sinto saudades todos os dias!

Agradecimentos Especiais

Ao Prof. Dr. **Osvaldo Luis Bezzon** pela confiança e orientação desde os primeiros passos da elaboração e execução desse trabalho. Muito obrigada por todos os conhecimentos e experiências compartilhadas, por toda a paciência e atenção que sempre teve comigo, principalmente nos momentos de dificuldade. Ao senhor, serei sempre, eternamente grata.

À Profa. Dra. **Valéria Oliveira Pagnano de Souza** por ser sempre uma amiga e mestre em todos os momentos. Todo amor e orgulho que sinto por poder fazer parte da sua vida transcendem a capacidade de defini-los em palavras. Quando te conheci, tudo em minha vida mudou, tanto pessoal como profissionalmente. Você tem uma paixão por ser docente que inspira todos que a cercam; Você é uma mulher incrível e não há como não tê-la como exemplo. Muito obrigada por me mostrar outra forma de viver a vida, por me mostrar que é possível ser uma professora exigente (e muito) e ao mesmo tempo ser gentil. Obrigada por me aceitar com todos os meus defeitos e me ajudar a ser uma pessoa melhor a cada dia, a cada conversa, a cada paciente que te vejo atendendo ou aluno que te vejo ensinando. Obrigada por ser sempre sincera comigo, em alguns momentos até rigorosa e severa, pois percebeu que era o que eu precisava... Você sempre soube como me inspirar e despertar minha curiosidade. Ensinou-me a ser crítica, sem ser arrogante, e a sempre fazer e optar por caminhos que me fizessem feliz. Hoje eu posso dizer que você marcou minha vida de uma forma única e permanente, você me ensinou muito mais do que como ser uma cirurgiã dentista, com você eu aprendi a ser uma pessoa melhor, e por isso eu te agradeço! Você não apenas me salvou quando estava me afogando, mas me ensinou a nadar e seguir em frente. A ti, minha mestre, amiga e heroína, eu posso apenas dizer: Muito Obrigada!!!!

Agradecimentos

À Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (FORP-USP), pela oportunidade de cursar a Graduação e o Mestrado, por todos os conhecimentos adquiridos, por me proporcionarem uma profissão e continuarem contribuindo com minha formação.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia na Área de Reabilitação Oral do Departamento de Materiais Dentários e Prótese da FORP-USP por sempre estarem dispostos a ajudar e a contribuir para a minha formação.

Aos Mestres da FORP pela excelente formação que me proporcionaram, em especial aos pertencentes ao Programa de Pós-Graduação, pelo comprometimento com o Curso, com os alunos e pacientes, muito obrigada pelos ensinamentos e pela dedicação de cada um de vocês.

À Ana Paula Macedo por toda ajuda com o projeto, por toda paciência com os meus dramas e todo carinho que sempre teve comigo. Obrigada pelas conversas, conselhos e por ser sempre presente!

Aos presentes que a FORP me deu: Hugo Gaeta Araújo e Carla Maria de Almeida Prado Magdalena, por serem sempre tão presentes, desde a faculdade até hoje. Por nunca deixarem que a distância interferisse em nossa amizade. Vocês sempre viram o melhor em mim, sempre me apoiaram, sempre foram presentes, e estão gravados pra sempre em meu coração... “Cunhado”, obrigada por tudo meu amigo, não só pela ajuda com os artigos, com o abstract, mas por ser quem você é...

tão doce e único, Te Amo!... “Maguxa” nem sei por onde começar, nós somos completamente opostas, deve ser por isso que nos completamos tão perfeitamente. Obrigada pela paciência, pela presença constante e por todo apoio. Te amo!

Ao Anselmo Agostinho Simionato por toda ajuda na fase laboratorial, por ser sempre tão presente, amigo e prestativo.

À Glenda Lara Lopes Vasconcelos, por toda amizade, carinho e ajuda em todos momentos, desde quando entrei na Pós Graduação. Sempre muito prestativa e presente. Fico feliz em te ver realizando seus sonhos e voar, mas saiba que você fará muita falta!! Obrigada por tudo!

Ao amigo Hugo Cesar Pessotti por ser sempre tão solícito em tudo o que precisei na fase de elaboração da dissertação, sanando minhas dúvidas e trocando ideias. Agradeço pelo companheirismo, amizade e troca de experiências.

Aos amigos da Pós-Graduação, Geyson Galo, Millena Rocha, Lívia Fiorin, Marília Lamenha, Cecília Vasconcelos, Alice Ramos, Bruna Neves pela convivência quase diária, amizade e companheirismo. Por ser sempre um estímulo positivo para que eu buscasse ser cada vez melhor. Por nunca desistirem e sempre darem o melhor de vocês em cada aula ministrada, em cada conversa, em cada clínica. Obrigada por ser quem vocês são e por permitirem que eu faça parte da vida de vocês!

Ao Samuel Januário Claro de Araújo por toda ajuda e apoio, principalmente na fase inicial desse trabalho. Por todo carinho, amizade e

paciência. Você sempre acreditou em mim e me incentivou a seguir meus sonhos. Muito obrigada!

À Profa. Dra. Takami Hotta, por ter me dado a oportunidade de fazer a minha primeira monitoria, fato este marcante na minha escolha profissional. Desde então, meu carinho e admiração pela senhora só tem aumentado. Muito obrigada por ser uma mestre e uma amiga tão querida.

Ao Prof. Dr. Luiz Carlos Pardini, pela ajuda no desenvolvimento do protocolo radiográfico, por compartilhar sua experiência e seu tempo comigo.

Ao Prof. Dr. Wilson Matsumoto por toda a paciência na clínica e por compartilhar os seus conhecimentos comigo.

Ao técnico José de Godói pela convivência, carinho e atenção, realizando sempre prontamente a etapa laboratorial deste trabalho. Sua ajuda foi fundamental!

Aos técnicos de laboratório: Marcelo Aparecido Vieira e Paulo Sérgio Ferreira, pelo suporte técnico, por aguentarem minhas crises, meus desabafos, por todas as conversas regadas de um bom café e por tudo o que sempre fizeram por mim, tanto na Graduação como na Pós Graduação. Vocês são amigos queridos que guardarei em meu coração por toda a vida!

Ao técnico **Luiz Sérgio Soares** pela amizade, carinho e preocupação, conselhos e incentivo durante todos esses anos. Por ajudar na elaboração das matrizes utilizadas neste trabalho. Muito Obrigada!

Ao técnico **Edson Volta**, do Laboratório Integrado de Pesquisa em Biomateriais (LIPEM), pelo auxílio nos testes mecânicos realizados neste trabalho.

Às secretárias do Departamento de Materiais Dentários da FORP-USP, **Regiane Damasceno Tirado**, **Fernanda Talita de Freitas** e **Denise Martins Fontes Gonçalves** por tudo o que fazem por nós, por toda ajuda, todas as broncas, todas as conversas e conselhos. Vocês são muito queridas e amigas. Obrigada por tudo!

Às secretárias da Seção de Pós-Graduação, **Regiane Moi**, **Isabel Sola** e **Mary Possani**, por serem tão prestativas.

À **CAPES** (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), pela bolsa de mestrado concedida.

A todos, que de alguma forma participaram, direta ou indiretamente, para realização deste trabalho, meu sincero agradecimento.

Epígrafe

“...Gostaria que você sempre lembrasse de que ser feliz não é ter um céu sem tempestades, caminhos sem acidentes, trabalhos sem fadigas, relacionamentos sem decepções.

Ser feliz não é apenas valorizar o sorriso, mas refletir sobre a tristeza. Não é apenas comemorar o sucesso, mas aprender lições nos fracassos. Não é apenas ter júbilo nos aplausos, mas encontrar alegria no anonimato.

Ser feliz é reconhecer que vale a pena viver, apesar de todos os desafios, incompreensões e períodos de crise.

Ser feliz é deixar de ser vítima dos problemas e se tornar um autor da própria história.

Ser feliz é não ter medo dos próprios sentimentos. É saber falar de si mesmo. É ter coragem para ouvir um “não”. É ter segurança para receber uma crítica, mesmo que injusta.

Desejo que a vida se torne um canteiro de oportunidades para você ser feliz. E quando você errar o caminho... recomece.

Pois assim você descobrirá que ser feliz não é ter uma vida perfeita. Mas usar as lágrimas para irrigar a tolerância. Usar as perdas para refinar a paciência. Usar as falhas para lapidar o prazer. Usar os obstáculos para abrir as janelas da inteligência.

Pedras no caminho?..... Eu guardo todas!

Um dia vou construir um castelo ...”

(Fernando Pessoa – Palco da Vida)

Resumo

SOBREIRO, Michelli Menezes. Influência do tratamento ácido em infraestruturas de ligas metálicas de cobalto-cromo, sobre a resistência de união metalocerâmica. 2017. 111p Dissertação (Mestrado em Reabilitação Oral) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto. 2017.

O objetivo desse trabalho foi verificar a influência do tratamento ácido realizado em superfície metálica de cobalto-cromo sobre a resistência de união metalocerâmica (RUMC), que é um dos critérios fundamentais para o sucesso da restauração protética. A partir de uma matriz de teflon, foram confeccionadas 120 tiras em resina acrílica Duralay (25 mm x 3,0 mm x 0,5 mm), que foram em três grupos experimentais, de acordo com a liga de cobalto-cromo (Keragen, Remanium 2001 e StarLoy C) utilizada na fundição. Em seguida, as tiras metálicas obtidas foram usinadas e jateadas com óxido de alumínio 100 µm. e subdivididas em quatro grupos (n=10), de acordo com o tratamento de superfície realizado, totalizando 12 grupos experimentais. Para o grupo controle (C), nenhum tratamento adicional foi realizado. O grupo T1 foi tratado adicionalmente com ácido clorídrico a 37% (HCl 37%) por 10 minutos, T2 com HCl 37% por 20 minutos e T3 com HCl 37% por 30 minutos. Após a realização do tratamento, os espécimes foram imersos em álcool isopropílico, limpos em ultrassom e secos em temperatura ambiente. Na sequência foi aplicada a cerâmica (IPS inline), composta por duas camadas de opaco e duas de dentina. Os espécimes foram submetidos ao teste de flexão de três pontos, em máquina de ensaios mecânicos para obtenção dos valores de tensão de ruptura (MPa). Dada a distribuição normal dos dados, foi realizada análise estatística por meio da Análise de Variância de dois fatores, seguida pelo teste de Bonferroni ($\alpha=0,05$). Entre as ligas metálicas, não houve diferença significativa ($p=0,088$). Entre os tratamentos ($p=0,023$) o grupo T3 ($61,57 \pm 12,19$) apresentou valores estatisticamente maiores que o grupo controle ($51,96 \pm 13,54$). Não houve diferenças entre os grupos T1 ($57,82 \pm 13,22$) e T2 ($57,91 \pm 10,08$). Também não houve interação entre a liga metálica e o tratamento de superfície realizado ($p=0,106$). Dessa forma, pode-se concluir que o tratamento da superfície metálica com ácido clorídrico a 37% por 30 minutos favoreceu a união da cerâmica às ligas de Co-Cr.

Palavras-chave: Ligas metalocerâmicas. Porcelana dentária. União. Ácido clorídrico.

Abstract

SOBREIRO, Michelli Menezes. Influence of acid treatment on infrastructures of cobalt-chromium dental alloy, on metal ceramic bond strength. 2017. 111 f. Dissertação (Mestrado em Reabilitação Oral) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2017.

The aim of this study was to assess the influence of the acid treatment performed on the metallic surface of cobalt-chromium on metal ceramic bond strength (MCBS), which is one of the fundamental criteria for prosthetic restorations success. One-hundred and twenty strips of Duralay acrylic resin (25 mm x 3.0 mm x 0.5 mm) were made from a Teflon matrix, which were cast into three different cobalt-chromium alloys (Keragen, Remanium 2001 and StarLoy C) and subdivided into four groups (n = 10), according to the surface treatment performed. Afterwards, the metal strips obtained were machined and sandblasted with 100 µm aluminum oxide. For control group (C), no additional treatment was performed. The T1 group was further treated with 37% hydrochloric acid (37% HCl) for 10 minutes, T2 with 37% HCl for 20 minutes and T3 with 37% HCl for 30 minutes. After the acid treatment, specimens were immersed in isopropyl alcohol, cleaned in ultrasound and dried at room temperature. Posteriorly, ceramic (IPS inline) was applied, composed of two layers of opaque and two layers of dentin. Specimens were submitted to three-point bending test in a mechanical test machine to obtain rupture loading values (MPa). The results were analyzed using 2-way ANOVA ($\alpha=0.05$) and Bonferroni *post-hoc* test. Among dental alloys, there was no significant difference ($p=0.088$). Among treatments ($p=0.023$), T3 group (61.57 ± 12.19) had values statistically higher than control group (51.96 ± 13.54). There were no differences between T1 (57.82 ± 13.22) and T2 (57.91 ± 10.08) groups. There was also no interaction between dental alloy and the surface treatment performed ($p=0.106$). In conclusion, metal surface treatment with 37% hydrochloric acid for 30 minutes favored bonding between ceramic and Co-Cr alloys.

Keywords: Metal ceramic alloys. Dental porcelain. Bonding. Hydrochloric acid.

Sumário

SUMÁRIO

1. Introdução	35
2. Revisão de Literatura	43
3. Proposição	67
3.1. Objetivo geral	69
3.2. Objetivos específicos	69
4. Material e Método.....	71
4.1. Delineamento Experimental	73
4.2. Preparo das Amostras.....	74
4.3. Inclusão dos padrões de resina acrílica	75
4.4. Fundição das tiras metálicas.....	77
4.5. Tratamento de Superfície.....	79
4.6. Aplicação da cerâmica	80
4.7. Ensaio Mecânico de Flexão em três pontos	81
4.8. Análise Estatística.....	82
5. Resultados	85
6. Discussão.....	89
7. Conclusão	95
Referências	99
Apêndice	106

1. Introdução

As próteses metalocerâmicas surgiram no final do século XX e ainda são largamente utilizadas na prática odontológica, não apenas por seu custo reduzido, mas também devido às suas propriedades físicas e mecânicas (ANUSAVICE et al., 2005), tais como: maior resistência à flexão, maior módulo de elasticidade, ductibilidade razoavelmente alta (WATAHA, 2002), maior resistência à deformação plástica, que permitem a confecção de próteses fixas mais finas e rígidas, mesmo em espaços protéticos maiores (MOFFA et al., 1973; UUSALO et al., 1987; ANUSAVICE et al., 2005).

De acordo com WATAHA e MESSER (2004), nenhum outro material, além das ligas metálicas, consegue combinar tantos requisitos, sejam eles mecânicos ou biológicos, que permitam que fiquem por longos períodos na cavidade bucal. Esse tipo de restauração protética apresenta como principal vantagem a sua previsibilidade e sucesso clínico demonstrados e comprovados, enquanto que as restaurações livres de metal apresentam pouco tempo de estudo, sendo portanto, necessários muitos anos para validar seu uso, aplicação e indicação (NÄPÄNKANGAS, RAUSTIA; 2008; CHRISTENSEN, 2014). UUSALO et al. (1987) ressaltaram a necessidade de maior cuidado nas técnicas laboratoriais das ligas metálicas não nobres, porque possuem menor união metalocerâmica, do que quando comparadas à de ligas de ouro.

Entre as ligas metálicas mais utilizadas, as de Ni-Cr apresentaram maior destaque e difusão no mercado odontológico, mas com o passar dos anos, as críticas e estudos voltados ao assunto comprovaram que o níquel é passível de causar danos à saúde dos pacientes e profissionais de laboratório, que devem ter cuidados redobrados na sua manipulação (BEZZON et al., 1993; ANUSAVICE; 2005; WATAHA; MESSER, 2004). A utilização do berílio em ligas de Ni-Cr, outrora muito empregado por favorecer a fusibilidade dessas ligas e aumentar a resistência de união metalocerâmica (MACKERT; PARRY; FAIRHURST, 1986; BEZZON et al., 1998) foi questionada, principalmente por sua presença predispor a liga metálica à maior corrosão em meio bucal (WATAHA; MESSER, 2004). Além disso, outros estudos comprovaram que a adição desse elemento químico às ligas odontológicas não aumenta a resistência de união metalocerâmica (BEZZON et al., 2001; PAGNANO et al., 2009).

Desta forma, houve o interesse em substituir essas ligas de Ni-Cr por ligas de Co-Cr, devido à sua biocompatibilidade (COMANEANU et. al.; 2015), ausência de

reações adversas e excelente integridade marginal, que garantem sucesso e longevidade às restaurações protéticas (ELIASSON; ARNELUDO; JOHANSSON, 2007).

De acordo com OZCAN (2003), para que a restauração metalocerâmica tenha êxito, é necessário que exista íntimo contato entre a infraestrutura metálica e a cerâmica dentária, principalmente no que diz respeito à distribuição de tensões. Salientou que tensões com distribuições desfavoráveis, podem provocar trincas ou fraturas na cerâmica, ocasionando problema tanto funcional quanto estético, sendo assim, o sucesso das restaurações metalocerâmicas também está relacionado ao desenho geométrico da subestrutura metálica (MC LEAN, 1975), técnica de aplicação e temperatura de sinterização da cerâmica (HAMMAD; STEIN, 1990; DE VASCONCELLOS et al., 2010), assim como com o grau de compatibilidade entre a cerâmica e as ligas metálicas (JOHNSTON; DYKEMAR; CUNNINGHA, 1956; MCLEAN; SCED, 1973; MELO et al., 2005), composição metalúrgica da liga (DAFTARY; DONOVANT; 1986; JOIAS et al., 2008) e pré-tratamento da estrutura metálica (LEONE; FAIRHURST, 1967; ANTHONY et al., 1970; ANUSAVICE; DEHOFF; FAIRHURST, 1977; ANUSAVICE; HORNER; FAIRHURST, 1977; CARTER; AL-MUDAFAR; SORENSEN, 1979; DAFTARY; DONOVAN, 1986; DEKON; VIEIRA; BONFANTE, 1999; REYS et al., 2001; RIBEIRO et al., 2007; LOMBARDO et al., 2010; RATHI et al., 2013; LEE et al., 2013; MINESAKI et al., 2016).

Diversos ensaios mecânicos foram descritos ao longo dos anos para quantificar a resistência de união metalocerâmica (RUMC), sendo, o teste de flexão de três pontos o mais utilizado para verificar a RUMC (REYS et al. 2001; DE VASCONCELLOS et al., 2010; RATHI et al., 2011; LEE et al., 2013; TING et al., 2014; EKREN; OZKOMUR; UCAR, 2017; KALELI; SARAÇ, 2017; LAWAF et al., 2017; LI et al., 2017), pois, além de demonstrar resultantes de forças de tração e cisalhamento, considera também as características do substrato metálico, tais como módulo de elasticidade da liga, força de ruptura de união e espessura do substrato metálico (HAMMAD; TALIC, 1996).

A união entre a cerâmica e as ligas metálicas aplicadas na Odontologia ocorre durante a sinterização da cerâmica, sendo fator crítico e determinante para o sucesso da restauração, seja ele estético ou funcional (ANUSAVICE, 2005). Há três tipos de união: química, física e/ou mecânica. A união física ocorre por forças de

ligação secundárias, como as ligações de Van der Waals, por meio da atração entre dois átomos polarizados em contato íntimo, mas sem que ocorra troca de elétrons, como a que existe na união química (ANUSAVICE, 2005). A união mecânica é dependente do contorno e estado das superfícies, além de forças de compressão, criadas pela diferença do coeficiente de expansão térmica entre o metal e a cerâmica (BECKER, 1956; SCED; MC LEAN, 1972; MC LEAN; SCED, 1973). Por sua vez, a união química ocorre por meio de ligações iônicas, covalentes e metálicas. Durante a sinterização da cerâmica ocorrem complexas reações de óxido-redução na interface metal-cerâmica (ANUSAVICE, 2005), mas a sua real contribuição para a união metalocerâmica ainda não está totalmente esclarecida, visto que não há consenso entre os pesquisadores (LEONE; FAIRHURST, 1967; ANTHONY et al., 1970; SCED; MC LEAN, 1972; MC LEAN; SCED, 1973; MC LEAN 1975; ANUSAVICE; DEHOFF; FAIRHURST, 1977; MACKERT et al., 1984; WATAHA, 2002).

Sabe-se que as ligas não nobres apresentam uma camada espessa de óxido que pode propiciar o surgimento de falhas na restauração protética (WATAHA, 2002). Isso se deve ao fato de que as cargas oclusais exercidas durante a mastigação atuam nessa camada de óxidos, podendo levar à fratura (WATAHA, 2002). SCED e MC LEAN (1972) e MC LEAN e SCED (1973) demonstraram que a formação excessiva de óxidos de cromo pode alterar o coeficiente de expansão térmica da cerâmica, gerando assim estresses internos, que reduzem potencialmente a RUMC. Para a obtenção de uma RUMC adequada, é necessário que haja combinação entre os coeficientes de expansão térmica da liga metálica e da cerâmica, de tal modo que o coeficiente do metal seja menor que o da cerâmica, para que o substrato metálico apresente leve compressão (MC LEAN, 1975). Como a oxidação pode provocar redução do coeficiente de expansão térmica da cerâmica para níveis inaceitáveis (SCED; MC LEAN, 1972), essa camada de óxidos deve ser contida por meio do controle da atmosfera (MC LEAN, 1975).

Por outro lado, MACKERT et al. (1984) sugeriram que os óxidos atuam como uma zona de transição entre o metal e a cerâmica e que sua presença na interface é extremamente importante para obtenção de RUMC satisfatória. LEONE e FAIRHURST (1967) e ANTHONY et al. (1970) corroboram esses achados, uma vez que consideram a união química como a mais importante e efetiva.

Devido à dificuldade em controlar a formação de óxidos nas superfícies metálicas de ligas não nobres e à falta de consenso na literatura sobre a sua relação com a união metalocerâmica, diversos estudos foram propostos, visando tratamento da superfície metálica: jateamento com partículas de óxido de alumínio (ANUSAVICE; DEHOFF; FAIRHURST, 1977; CARTER; AL-MUDAFAR; SORENSEN, 1979; DEKON; VIEIRA; BONFANTE, 1999; REYS et al., 2001; RIBEIRO et al., 2007; LOMBARDO et al., 2010; DEEPAK et al., 2013; PATEL et al., 2015), degaseificação ou pré-oxidação (ANTHONY et al., 1970; ANUSAVICE; HORNER; FAIRHURST, 1977; CARTER; AL-MUDAFAR; SORENSEN, 1979; DEKON; VIEIRA; BONFANTE, 1999; RATHI, 2011), condicionamento ácido (ANUSAVICE; DEHOFF; FAIRHURST, 1977; REYS et al. 2001; LEE et al.; 2013) e aplicação de agentes de união (BRECKER, 1956; LEONE; FAIRHURST, 1967; DEEPAK et al., 2013; TING et al., 2014; MINESAKI et al., 2016).

De acordo com CARTER, AL-MUDAFAR e SORENSEN, (1979) o uso de agente de união promove a formação adicional de óxidos na interface metal-cerâmica, além de melhorar a distribuição das tensões residuais nesse local, favorecendo assim, indiretamente, a união metalocerâmica. ANUSAVICE, DEHOFF e FAIRHURST (1977) relataram aumento na RUMC com uso de agentes de união devido à presença de alumínio na composição desses agentes, que atraídos pelo cromo presente na superfície metálica formam Al-Cr-O, sendo este responsável pela união metalocerâmica. Por outro lado, MINESAKI et al. (2016) relataram que o agente de união é indicado, por propiciar o selamento da infraestrutura metálica evitando a formação adicional de óxido, favorecendo assim a RUMC.

O tratamento da superfície metálica com ácido foi pouco descrito na literatura, e quando comparado com o jateamento de partículas de óxido de alumínio apresentou resultados conflitantes. REYS et al. (2001) verificaram que o a aplicação de ácido clorídrico a 10% na superfície do titânio comercialmente puro propiciou maior RUMC do que o jateamento. Em oposição, LEE et al. (2013) descreveram valores superiores de RUMC para o jateamento, independente do tamanho das partículas de óxido de alumínio utilizado, quando comparado com a aplicação de ácido clorídrico a 10% na superfície de titânio.

A busca por melhorias na união metalocerâmica nas últimas décadas foi intensa, sendo que estudos recentes investigaram se as técnicas de confecção da infraestrutura metálica de ligas de Co-Cr influenciariam na RUMC (WANG et al.,

2016; REN et al., 2016; KALELI; SARAÇ, 2017; LAWAF et al., 2017; LI et al., 2017). Os achados na literatura são contraditórios, pois, para LAWAF et al. (2017) e LI et al. (2017) não há diferença na RUMC entre as técnicas de fabricação. Por outro lado, WANG et al. (2016), REN et al. (2016), KALELI e SARAÇ (2017) encontraram os menores valores de RUMC para o grupo confeccionado pela técnica de fundição por cera perdida.

Considerando que a RUMC das ligas metalocerâmicas de Co-Cr ainda está sendo amplamente pesquisada (WANG et al., 2016; REN et al., 2016; KALELI; SARAÇ, 2017; LAWAF et al., 2017; LI et al., 2017), é interessante averiguar tratamentos de superfície que possam melhorar ainda mais a união da cerâmica a essas ligas.

Desta forma, neste estudo foi avaliado o efeito do condicionamento da superfície metálica de ligas de Co-Cr com ácido clorídrico a 37% em diferentes tempos, sobre a RUMC.

2. Revisão de Literatura

JOHNSTON, DYKEMAR e CUNNINGHA (1956) avaliaram a união metalocerâmica de uma liga de ouro com cerâmica opaca. Realizaram testes de corrosão, adesão, penetração de corante, resistência à flexão, além da resistência interna e dureza da cerâmica. Em todos os casos, a fratura ocorreu internamente à camada de cerâmica e não na interface da restauração. Os autores concluíram que a resistência de união era superior que a própria resistência coesiva da cerâmica.

BRECKER (1956) avaliou a resistência de união entre ligas de ouro e uma cerâmica odontológica. De acordo com o autor, a aplicação de um umectante (composto vermelho de cádmio) favorece a união química entre a primeira camada de cerâmica e a estrutura metálica subjacente. As ligas que contêm paládio em sua composição apresentam como principal desvantagem o desajuste marginal, contornos exagerados e estética insatisfatória. De acordo com o autor, as ligas de ouro apresentam melhor união metalocerâmica, pois possuem coeficiente de expansão térmica semelhante ao da cerâmica odontológica, o que previne a formação de trincas, além de apresentarem como vantagem estética satisfatória e excelente adaptação marginal.

JOHNSTON, DYKEMAR e CUNNINGHA (1958) confeccionaram coroas do tipo “venners” substituindo a parte estética de resina acrílica por cerâmica. Descreveram métodos para a confecção dos preparos, quantidade de desgaste e tipo de término cervical. Concluíram que é necessário confeccionar várias próteses para obter técnica de preparo e que essas técnicas são muito delicadas e difíceis para iniciantes, principalmente com relação à seleção de cor.

LEONE e FAIRHURST (1967) avaliaram a RUMC entre ligas de ouro e quatro cerâmicas odontológicas (Ceramco, Microbond, Thermolite e Trubyte bioform 2100) em função da utilização de agentes de união (Culviguard, None, Ney bonding agent) em quatro atmosferas de sinterização distintas (argônio, oxigênio, nitrogênio e ar). De acordo com os autores, a RUMC varia com diferentes combinações de cerâmica e liga metálica. O uso de agente de união favoreceu a estética, sem apresentar valores significantes para a RUMC. Além disso, as cerâmicas sinterizadas em atmosfera de nitrogênio e argônio apresentaram valores de RUMC inferiores aos encontrados quando utilizaram atmosfera de oxigênio e ar, o que corrobora a teoria de que a natureza de ligação entre a cerâmica odontológica e ligas metálicas é química.

ANTHONY et al. (1970) propuseram um teste de cisalhamento, com metodologia simplificada, quando comparada com a metodologia de Shell-Nielsen, e que ainda permitiria avaliar quimicamente a superfície metálica. Para isso, confeccionaram 45 hastes metálicas em ligas de ouro e diferentes tipos de superfície metálica: oxidada, não oxidada e revestida com ouro de 24 quilates. Os autores concluíram que a superfície oxidada apresentou a maior RUMC, enquanto que a superfície não oxidada apresentou redução de 30% nos valores de RUMC e o revestimento da superfície com ouro 24 quilates provocou redução de 84% da RUMC. Além disso, uma segunda queima da cerâmica não demonstrou alteração na RUMC.

SCED e MCLEAN (1972) projetaram um dispositivo teste para avaliar a RUMC, com a interface metalocerâmica cônica de área predefinida, que permitiu que o ângulo de contato de falha na cerâmica opaca ocorresse na direção aproximada da máxima tensão de cisalhamento. Foram testados três tipos distintos de liga metálica, de Ni-Cr (Wiron), Co-Cr (Wesil) e áurica (Degudent Gold), numa velocidade de 0,5mm/min. Em seguida, verificaram microscopicamente a superfície fraturada e suas secções transversais. Nas amostras de Ni-Cr foram testadas a vácuo, para eliminar a formação de óxido na superfície, o que reduz significativamente a RUMC. A partir dos resultados obtidos, os autores concluíram que ligas áuricas apresentam união satisfatória com a cerâmica dentária, pois as fraturas observadas foram coesivas na camada de cerâmica. Por outro lado, nas ligas de metais não-nobres, essa falha foi adesiva, ocorrendo na interface metalocerâmica. De acordo com os autores, a formação de óxido de cromo pode reduzir o coeficiente de expansão térmica da cerâmica a um nível inaceitavelmente baixo e que, sua formação pode tornar a RUMC duvidosa.

MCLEAN e SCED (1973) avaliaram a RUMC de ligas não preciosas. De acordo com os autores a presença de óxido na superfície metálica pode influenciar a RUMC, pois em excesso, os óxidos de cromo alteram o coeficiente de expansão térmica da cerâmica, acarretando estresse interno, o que pode reduzir a RUMC.

MOOFA et. al. (1973) compararam as características físicas de duas ligas não-nobres com um grupo controle à base de ouro. Os valores de dureza, rigidez, resistência à deformação permanente, resistência à deformação e resistência de união das ligas alternativas à cerâmica foram significativamente maiores do que os da liga à base de ouro. As ligas não preciosas diferiam umas das outras em que a

Jel-Span (liga de níquel-cromo-cobalto-paládio) apresentou maiores valores de dureza e de limite de elasticidade, enquanto a Ultratek (liga de níquel-cromo) apresentou maior resistência à tração, módulo de elasticidade e alongamento. Dessa forma, concluíram que as ligas não preciosas apresentam características físicas que são significantes clinicamente para o sucesso das restaurações metalocerâmicas.

MCLEAN (1975) relatou que a união metalocerâmica é dependente da combinação das expansões térmicas do metal e da cerâmica, além da geometria da infraestrutura metálica. O ideal é que a expansão térmica do metal seja menor do que a da cerâmica, para que o substrato metálico apresente leve compressão. Nas ligas de Ni-Cr pode ocorrer uma combinação entre os óxidos que podem reduzir em até 50% o coeficiente de expansão da liga, podendo provocar muita tensão na interface de união. Outro fator importante que deve ser considerado na união metalocerâmica é a oxidação da liga, que de acordo com os autores, pode ser de certa forma suprimida, com o controle da atmosfera.

ANUSAVICE, DEHOFF e FAIRHURST (1977) estudaram a natureza do mecanismo de adesão entre liga não preciosa e cerâmica. Confeccionaram corpos de prova de liga de Ni-Cr e quatro compostos cerâmicos distintos. Os corpos de prova foram divididos em dois grupos, de acordo com o tratamento de superfície recebido. Em um grupo as superfícies foram polidas e jateadas e no outro, apenas polidas. Cada grupo foi dividido em dois subgrupos. O primeiro recebeu uma camada de agente de união, uma camada de cerâmica opaca seguida de uma camada de cerâmica. O segundo subgrupo recebeu apenas uma camada de agente de união. Após sua confecção, os corpos de prova foram analisados na interface metalocerâmica em microscópio eletrônico de varredura, acoplado a um detector de Raios X, com ampliação de 5000 vezes. Para cada corpo de prova foram determinados 15 espectros de Raios X, que foram analisados posteriormente. Os autores concluíram que a união ocorre principalmente devido à atração química entre o cromo e o alumínio. O cromo é encontrado na camada de oxidação metálica, na forma de Cr_2O_3 e os íons de alumínio são provenientes do agente de união. Ressaltaram que a união acontece devido à formação de Al-Cr-O na interface metalocerâmica.

ANUSAVICE, HORNER e FAIRHURST (1977) avaliaram o efeito das variações nos tempos de pré oxidação, da exposição da superfície metálica ao ácido

fluorídrico e da morfologia da interface metal-cerâmica sobre a interface de união metalocerâmica. Para o estudo utilizaram duas ligas metálicas nobres com porcentagens distintas de ouro, sendo Bak-On Yellow (88% de Au) e Will-Ceram W (54% de Au). A cerâmica utilizada foi a Paint-O-Pak nº68. As duas ligas foram submetidas a vários tempos de pré-oxidação ou imersão em ácido fluorídrico e analisadas por MEV e EDS. Os autores observaram grande quantidade de Sn na zona de interação entre o metal e a cerâmica, com espessura variável, de acordo com o tempo de pré-oxidação. Além disso, observaram aumento na rugosidade da interface metal-cerâmica em função do maior tempo de pré-oxidação para a liga Bak-On, assim como houve aumento da camada de Sn. De acordo com os autores, essa variação no perfil da interface ocorre pela formação de SnO_2 e pela maneira como interagem com os íons de Sn e Si.

LUBOVICH e GOODKING (1977) analisaram a RUMC entre dois sistemas cerâmicos (Ceramco e Vita) e três ligas metálicas distintas. Uma liga preciosa, uma semipreciosa e outra não preciosa. Não houve diferenças significativas entre as cerâmicas, entretanto as várias ligas testadas foram significativamente diferentes. De acordo com os resultados, as ligas não preciosas apresentaram melhor desempenho com a cerâmica Ceramco do que com a Vita. O teste de tração cilíndrica foi utilizado para testar a resistência ao cisalhamento da união metalocerâmica. As ligas não nobres produziram forças de união significativamente menores do que a liga preciosa à base de ouro. Concluíram que a rugosidade de superfície parece ser o único fator relacionado às grandes diferenças na RUMC das ligas não preciosas. Entretanto, ressaltaram que testes adicionais devem ser realizados com esta finalidade.

CARTER, AL-MUDAFAR e SORENSEN (1979) relacionaram a união metalocerâmica de uma liga de Ni-Cr (Wiron S) com os fatores de variação: a) rugosidade superficial (acabamento com lixas com granulação de 400 e jateamento com partículas de óxido de alumínio), b) aplicação de um agente de união e c) pré-oxidação (5 e 10 minutos). Procedeu-se à aplicação da cerâmica Justi-Pe, e foi realizado um teste de torção no qual uma placa é coberta com cerâmica e rotacionada no seu longo eixo. De acordo com os resultados obtidos, a camada de óxidos favorece a união metalocerâmica, assim como o jateamento prévio da superfície metálica. Com relação ao uso de agentes de união, eles favorecem

indiretamente a união metalocerâmica pois distribuem as tensões residuais na interface e promovem a formação adicional de óxidos na interface metal-cerâmica.

ANUSAVICE, DEHOFF e FAIRHURST (1980) avaliaram a união metalocerâmica por meio da análise de tensão de elementos finitos, considerando o estresse mastigatório e a posição da restauração no arco dentário. Foram realizados 11 testes de união metalocerâmica e distribuição das tensões de cisalhamento na interface metalocerâmica. Concluíram que a força de ruptura das restaurações dentárias deve ser maior que 25 MPa, para ser clinicamente aceitável.

Devido à oscilação nos preços dos metais nobres, na época de 1970 ocorreu o desenvolvimento de estruturas metálicas baseadas em metais não nobres, principalmente de níquel-cromo e cobalto-cromo, sendo denominadas ligas alternativas, aprovadas pela American Dental Association, em 1985. Entretanto, os pesquisadores ressaltaram a importância de estudos em animais e humanos para caracterizar a toxicidade aguda e crônica do níquel, berílio e ligas de cobalto-cromo. Destacaram a necessidade de criar equipamentos e técnicas que minimizem a exposição dos protéticos a esses metais durante a manipulação dessas ligas metálicas.

MACKERT et al. (1984) confeccionaram 10 espécimes de cada uma das nove ligas metálicas de Ni-Cr para avaliar a adesão de óxido ao seu substrato. Os autores observaram que cinco ligas metálicas apresentaram valores de adesão superiores aos referenciados na literatura para a resistência coesiva da cerâmica opaca, sugerindo que esses óxidos atuam como uma zona de transição entre o metal e a cerâmica, pois apresentam adesão suficiente. Além disso, encontraram uma correspondência entre o tipo de óxido existente em cada liga metálica com a qualidade da união metalocerâmica, sendo que a adição de alumínio às ligas metálicas pode interferir negativamente na união metalocerâmica, provocando fraca adesão à camada e óxido. Dessa forma, os autores concluíram que a presença de óxido na interface metalocerâmica é extremamente importante para perfeita união.

DAFTARY e DONOVAN (1986) compararam os efeitos de quatro técnicas de pré-tratamento do metal na RUMC. Observaram que as diferenças encontradas na RUMC estão mais relacionadas à composição das ligas metálicas do que ao tratamento de superfície realizado. Ressaltaram que as ligas de metais básicos apresentam tendência para falha adesiva na interface metalocerâmica, enfatizando a

necessidade da realização de testes padronizados para demonstrar essas forças de união.

MACKERT, PARRY e FAIRHURST (1986) analisaram as características das camadas de óxidos de quatro ligas metálicas de Ni-Cr (Biobond; Rexillum III e Ceramalloy) e Co-Cr (Biocast), afim de identificar as propriedades morfológicas e as divergências na composição dessas ligas que expliquem as diferenças na adesão desses óxidos. Utilizaram uma técnica que permitiu que os óxidos fossem removidos intactos dos seus substratos metálicos para análise em MEV. As quatro ligas metálicas apresentaram predominantemente óxidos de cromo, mas outros elementos metálicos estavam presentes na camada de óxido e podem interferir na união metalocerâmica, enquanto que a presença de berílio mostrou-se o elemento responsável pela formação de óxidos fortemente aderentes ao metal. De acordo com os autores, a presença de óxido na interface metalocerâmica favorece o molhamento da superfície metálica na queima inicial da cerâmica.

UUSALO et al. (1987) compararam a resistência de união de uma cerâmica e quatro ligas de ouro e três ligas de metálicas não preciosas, por meio de teste de tração. Os resultados demonstraram que as forças de união entre as ligas não preciosas e a cerâmica eram mais baixas e com linha de fratura mais variável que com as ligas de ouro. Os autores atribuíram esse fato à maior cuidado necessário aos procedimentos laboratoriais das ligas de metais não preciosos.

HAMMAD e STEIN (1990) realizaram estudo para obter informações a respeito do efeito de vários ciclos de queima da cerâmica, tipo de liga utilizada e marca da cerâmica, na união metalocerâmica e na estabilidade de cor. Selecionaram duas marcas de cerâmica (Vita e Ceramco) e duas ligas metálicas (Olympia e V & P Talladium). Os autores concluíram que o aumento da temperatura da queima da cerâmica elevou a RUMC, e que quanto mais queimas foram realizadas (em número), menor a RUMC.

BEZZON et al. (1993) apresentaram o caso clínico de uma portadora de PPR confeccionada inteiramente de acrílico, pois apresentava alergia às ligas metálicas odontológicas e não possuía recursos financeiros para confeccionar uma prótese em ouro ou com ligas nobres. Propuseram realizar teste de sensibilidade (*patch test*) para determinar quais componentes da liga metálica provocavam esses efeitos alérgicos. Os autores observaram reações dérmicas de hipersensibilidade causadas por Cu, Cr, Co, Al e Mo, metais presentes nas ligas metálicas não nobres utilizadas

na Odontologia. Dessa forma, os autores concluíram que é essencial a realização de uma anamnese detalhada, precisa e bem elaborada, devendo o profissional realizar acompanhamento contínuo do paciente.

KELLY, MSHIMURA e CAMPRELL (1996) realizaram revisão de literatura sobre o desenvolvimento e evolução das cerâmicas para uso odontológico, quanto a sua relação e desgaste ao dente oposto, métodos de confecção, polimento da cerâmica, reparo intraoral, mecanismos de falha e reparo clínico das restaurações protéticas. De acordo com os autores, esse material apresentava estética semelhante aos dentes naturais, com características químicas que proporcionavam maior durabilidade e longevidade clínica, além de estabilidade biológica. Afirmaram que o acompanhamento e relato das falhas clínicas existentes são fundamentais para a melhoria contínua das propriedades químicas e mecânicas deste material, que estava evoluindo muito, com auxílio da engenharia. De acordo com os autores, os testes mais utilizados para verificar a RUMC são os testes de flexão de três ou de quatro pontos.

HAMMAD e TALIC (1996) realizaram uma revisão de literatura sobre os testes para quantificar a RUMC. Vários testes foram desenvolvidos ao longo dos anos e são classificados de acordo com a natureza dos esforços aos quais a união metalocerâmica é submetida como: tensão de cisalhamento, flexão e teste de torção.

BEZZON et al. (1998) verificaram o efeito que o berílio apresenta nas ligas de Ni-Cr com relação à resistência à corrosão e RUMC. Foram utilizadas quatro ligas de Ni-Cr, sendo uma sem berílio e considerada como o grupo controle, e as demais ligas metálicas com quantidades variadas de berílio. Após a aplicação da cerâmica IPS (Ivoclar 2 / F1, Schaan, Liechtenstein) foi realizado o teste de resistência ao cisalhamento. Os autores concluíram que o aumento da quantidade de Be na composição das ligas metálicas favoreceu a RUMC, uma vez que a liga que continha 0,9% de Be apresentou valores maiores de RUMC do que o grupo controle (livre de berílio).

DEKON, VIEIRA e BONFANTE (1999) investigaram a resistência de união metalocerâmica de uma liga de Ni-Cr (Durabond MS II) quando realizaram variação no tempo de pré-oxidação (0, 1, 2, 3, 5 minutos) e/ou o jateamento com partículas de óxido de alumínio. Os espécimes foram divididos em cinco grupos, de acordo com o tratamento de superfície realizado: Grupo I – Controle, que não recebeu

tratamento de pré-oxidação; Grupo II – pré-oxidação por 1 minuto; Grupo III – pré-oxidação por 2 minutos; Grupo III – pré-oxidação por 3 minutos; Grupo IV – pré-oxidação por 5 minutos e Grupo V – pré-oxidação por 5 minutos, seguida de jateamento com partículas de óxido de alumínio por 30 segundos. Após a sinterização da cerâmica Vita-VMK, os corpos de prova foram submetidos ao teste de cisalhamento, com velocidade de 0,5 mm/min. Os autores observaram os maiores valores de união para o grupo controle, enquanto que os demais grupos que receberam o tratamento de pré-oxidação esboçaram redução nesses valores.

BEZZON et al. (2001) compararam as propriedades das ligas de Ni-Cr para determinar as vantagens da adição de Be, apesar dos riscos envolvidos com seu uso. Os corpos de prova foram confeccionados com duas ligas comerciais isentas de berílio em sua composição (Vera Bond II e Wiron), e duas ligas experimentais, uma com berílio a 1,1%, e a outra contendo Nb e/ou Mo. De acordo com os resultados, não houve diferença para a união metalocerâmica, independente da presença de berílio. Os autores concluíram que a presença de berílio em ligas de Ni-Cr não se justificava, pois não apresentaram melhores resultados na fusibilidade e nem na RUMC.

REYS et al. (2001) investigaram o efeito do tratamento na superfície do titânio como alternativa ao jateamento de partículas de óxido de alumínio para favorecer a RUMC. Foram confeccionados 165 espécimes de titânio comercialmente puro, que foram divididos em 11 grupos, de acordo com o tratamento de superfície recebido: grupo *CT* – polimento; grupo *SB* – jateamento com partículas de 50 µm de óxido de alumínio; grupo *SP* - jateamento com partículas de vidro de 50 µm ; grupo *HC* – espécimes imersos em ácido clorídrico (HCl) a 10% aquecido à elevada temperatura, por 30 minutos; grupo *HS* – imersos em ácido sulfúrico (HS) aquecido à alta temperatura, por 15 horas; grupo *HP* – imersos por 6 horas em água oxigenada (H₂O₂); Grupo *HF* – imersos por 10 segundos em ácido fluorídrico (HF) / ácido nítrico / água, na proporção de 1:1:2; grupo *SBHC* – jateados e tratados com HCl; grupo *HCSB* – tratados com HCl e jateados; Grupo *SBHF* – jateados e imersos em HF/ HNO₃/ H₂O, na proporção de 1:1:2; *HFSB* – tratados com HF/ HNO₃/ H₂O, na proporção de 1:1:2 e jateados. Após aplicação da cerâmica (Ducera Dental) foi realizado o teste de flexão de três pontos, com velocidade de 1,0 mm/min e análise da microestrutura da camada entre o metal e a cerâmica. Segundo os resultados, o grupo que recebeu tratamento superficial com ácido clorídrico a 10% apresentou os

maiores valores de RUMC, enquanto que o grupo jateado com partículas de óxido de alumínio apresentou os menores valores de união. Os autores concluíram que o tratamento da superfície metálica do titânio com ácido clorídrico é eficaz na melhoria de RUMC e que, apesar do jateamento melhorar a união, foi inferior quando comparado ao tratamento ácido. Além disso, afirmaram que o aumento na rugosidade superficial não proporciona elevação significativa da RUMC e que o uso de agentes de união é de fundamental importância para o controle da camada de óxidos, prevenindo a ocorrência de falhas adesivas e coesivas em um sistema de titânio-cerâmica.

WATAHA (2002) realizou levantamento bibliográfico sobre as propriedades físicas e mecânicas das ligas metálicas, importantes para bom desempenho clínico, como: corrosão, módulo de elasticidade, dureza, coeficiente de expansão térmica e cor. Relatou que a dureza da liga deve ser suficiente para resistir às forças oclusais, sem causar danos aos dentes opostos. O módulo de elasticidade é uma medida da rigidez da estrutura metálica que precisa resistir à flexão, caso contrário, causará a fratura da cerâmica. Além disso, o desempenho clínico está relacionado a todas as características físicas da liga metálica menos a cor, devendo o profissional não se basear na cor como critério de seleção, a menos que as demais propriedades sejam iguais. Segundo o autor, a corrosão está relacionada à biocompatibilidade da restauração e seu sucesso clínico. A camada de óxidos formada na interface metalocerâmica é de fundamental importância na estética e longevidade da restauração protética. As ligas metálicas que contêm prata, níquel, cromo e cobalto possuem óxidos mais escuros, necessitando de camadas mais espessas de cerâmica para que não ocorram problemas estéticos. Essa camada de óxido é mais espessa em ligas de Ni-Cr e Co-Cr, o que compromete a união metalocerâmica, pois os óxidos são mais frágeis e fracos e as cargas oclusais ocorrem justamente na camada de óxido, podendo ocasionar falha clínica da restauração protética.

OZCAN (2003) realizou revisão de literatura sobre os tipos de falha que ocorrem nas restaurações protéticas. O autor concluiu que a fratura da cerâmica dentária é uma emergência protética de grande desafio clínico para o protesista, pois nova camada de cerâmica não poderá ser adicionada na restauração na boca do paciente. A prevalência da fratura variou de 5% a 10% ao longo de 10 anos, sendo que, quando ocorre em dentes anteriores, provoca grande problema estético e, quando em dentes posteriores, causa falha funcional, na mastigação, por

exemplo. Essas falhas não ocorrem em episódio isolado e sim quando a restauração protética é consequência da aplicação constante de estresse com cargas menores. Ele destaca que o ambiente intra-bucal é complexo, deixando a prótese sujeita a forças mecânicas contínuas e degradação progressiva, podendo ocasionar a falha na restauração. Dessa forma, um planejamento clínico detalhado e minucioso é fundamental para o sucesso clínico.

WATAHA e MESSER (2004) realizaram revisão de literatura sobre as ligas metálicas utilizadas na Odontologia. De acordo com os autores, nenhum outro material, além das ligas metálicas, apresenta a associação favorável de resistência ao desgaste, biocompatibilidade, dureza e módulo de elasticidade, de forma adequada, que permita manter a restauração protética por longos períodos na cavidade bucal. Com relação à corrosão, que é o resultado da oxidação de um ou mais componentes da liga metálica, pode comprometer a restauração protética, acarretando falhas catastróficas, problemas estéticos e funcionais. A cerâmica une-se ao metal por meio da camada de óxidos formados. Desta forma, as propriedades dessa camada, como cor, espessura e força dos óxidos, são muito importantes e variam de acordo com o tipo de liga metálica. As ligas metálicas de Ni-Cr- que contêm Be apresentam maior corrosão do que as ligas metálicas que não o contêm, principalmente em ambientes ácidos. A hipersensibilidade ao níquel é comum a 10% a 20% da população, oferecendo, portanto, segundo os autores, maior risco biológico que as demais ligas metálicas.

MELO et. al. (2005) avaliaram a resistência de união entre uma cerâmica IPS d.Sign (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e quatro ligas metálicas, sendo duas de Ni-Cr (4 ALL, Ivoclar Vivadent e Wiron 99; Bego, Bremen, Alemanha) e duas ligas de Co-Cr (IPS d.SIGN 20; Ivoclar Vivadent e Argeloy NP; Argen Corp, San Diego, Califórnia). Foram preparados 44 espécimes, sendo 11 de cada uma das ligas metálicas. Após a fundição, os corpos de prova foram jateados com partículas de 100 µm de óxido de alumínio e em seguida, foi aplicada a cerâmica odontológica. Foi realizado teste de cisalhamento (n=10) à velocidade de 1,0 mm/min até a fratura e um espécime fraturado de cada grupo foi avaliado quanto ao tipo de fratura existente em um estereomicroscópio e fotografado com câmera (Zeiss Microscope MC- 80). O espécime restante de cada grupo que não foi submetido ao teste de cisalhamento, foi avaliado por MEV. Não houve diferenças na RUMC. Os autores concluíram que a liga metálica IPS d.SIGN 20, desenvolvida exclusivamente para a

cerâmica estudada, não apresentou valores superiores de união metalocerâmica, em relação às demais ligas analisadas no estudo.

PRADO et al. (2005) avaliaram a resistência ao cisalhamento de três ligas metálicas de Ni-Cr (Durabond Verabond e Viron) associadas a três cerâmicas odontológicas (Duceram, Williams e Noritake). Noventa corpos de prova foram fundidos (15 mm de altura e 6,0 mm de diâmetro), sendo 30 de cada uma das ligas metálicas testadas. Em seguida, foram subdivididos (n=10) de acordo com a marca comercial de cada cerâmica testada. Após a fundição, os corpos de prova foram jateados com partículas de 50 µm de óxido de alumínio e aplicada a cerâmica. Em seguida foi realizado o teste de cisalhamento com velocidade de 0,5 mm/min. De acordo com os resultados obtidos, a cerâmica Noritake em associação à liga Viron apresentou a maior resistência ao cisalhamento, enquanto que a cerâmica Duceram com a liga Verabond apresentaram as menores médias e as demais combinações apresentaram valores intermediários e a cerâmica Williams apresentou médias de cisalhamento semelhantes com todas as ligas metálicas avaliadas.

ELIASSON, ARNELUND e JOHANSSON (2007) realizaram estudo retrospectivo de 3 a 7 anos de uso de prótese fixa e coroas unitárias, avaliando a taxa de sobrevivência e as complicações de restaurações metalocerâmicas utilizando ligas de Co-Cr. O estudo contou com 42 pacientes, sendo 51 próteses fixas e 12 coroas individuais, que foram divididos em três grupos, sendo: dente pilar com prognóstico questionável (n=10), dentes com periodontite crônica (n=19) e dentes pilares com prognóstico favorável (n=13). Os critérios de qualidade avaliados foram: cor, anatomia e forma das coroas e próteses fixas, além da integridade marginal. Foi também realizada análise radiográfica antes da instalação das próteses, no momento da instalação e nos anos de acompanhamento, para avaliação endodôntica e periodontal. Os autores observaram que 34% das próteses fixas apresentaram alguma complicação biológica e/ou técnica, 12% foram completa ou totalmente removidas durante o período e 17,6% apresentaram fratura da cerâmica, sendo que, mais da metade dos casos de fratura ocorreu em pacientes bruxistas, 98% dos casos apresentaram integridade marginal e nenhum dos participantes do estudo relatou qualquer reação alérgica ou adversa com o material. Os autores concluíram que ligas de Co-Cr são uma alternativa viável para confeccionar próteses parciais fixas e coroas unitárias, mesmo em dentes pilares com prognóstico duvidoso.

RIBEIRO et al. (2007) avaliaram a RUMC entre uma estrutura metálica de Ni-Cr tratada com partículas de óxido de alumínio de diferentes tamanhos (10 a 20 μm , 125 μm , 250 μm) e uma cerâmica dentária. Foram confeccionados 40 corpos de prova de Ni-Cr (Verabond II) que foram divididos em quatro grupos (n=10), de acordo com o tratamento de superfície realizado: grupo I: polimento superficial; Grupo II: polimento seguido de jateamento com partículas de 10 a 20 μm ; grupo III: polimento, seguido de jateamento com partículas de 125 μm e grupo IV: polimento e jateamento com partículas de óxido de alumínio de 250 μm . Após a aplicação da cerâmica (Duceram Plus), foi realizado o teste de cisalhamento à velocidade de 0,5mm/min e as falhas ocorridas foram analisadas com lupa estereoscópica. Os autores não observaram nenhuma diferença significativa. Concluíram que não há diferenças na RUMC, independentemente do tamanho da partícula de óxido de alumínio.

AKOVA et. al. (2008) compararam a resistência de união ao cisalhamento de ligas de Ni-Cr (Wiron 99) e Co-Cr (WBC 9581) fundidas pela técnica de cera perdida e uma liga de Co-Cr sinterizada a laser. Foram preparados 10 espécimes cilíndricos para cada grupo avaliado, e todos os espécimes foram jateados com partículas de de óxido de alumínio de 150 μm . Foi realizado o teste de cisalhamento com velocidade de 0,5 mm/min e a fratura foi observada, para a sua classificação, em estereomicroscópio, com ampliação de 28X. Não houve diferenças estatisticamente significantes na RUMC das ligas testadas, independente da técnica utilizada. As ligas fundidas pela técnica convencional de cera perdida apresentaram 100% de fraturas mistas, enquanto que as ligas sinterizadas a laser apresentaram 50% de fraturas mistas e 50% de fraturas coesivas na camada de cerâmica. De acordo com os autores, esse tipo de fratura coesiva indica maior união entre a camada de óxidos, o metal e a cerâmica. Sendo assim, concluíram que a técnica de sinterização a laser para a liga de Co-Cr parece promissora como uma técnica alternativa à fundição, entretanto estudos adicionais são necessários.

JOIAS et al. (2008) compararam a RUMC de cinco ligas de Co-Cr (IPS d.SIGN 20, IPS d.SIGN 30, Remanium 2000, Heranium P, e Wirobond) e uma liga de Au-Pd (Olympia), associadas à cerâmica odontológica (VITA Omega 900). Foram confeccionados 60 corpos de prova, sendo 10 de cada liga metálica. Após a fundição, os espécimes foram jateados com partículas de óxido de alumínio de 110 μm . Após a sinterização da cerâmica, foram submetidos ao ensaio de cisalhamento

e as fraturas foram avaliadas com um estereomicroscópio numa ampliação de 25X e em MEV. Houve diferenças na resistência ao cisalhamento das ligas testadas, sendo que IPS 20 obteve os maiores valores e Olympia, os menores valores. Os autores concluíram que a resistência ao cisalhamento depende da composição da liga metálica estudada.

NÄPÄNKANGAS e RAUSTIA (2008) confeccionaram 100 coroas metalocerâmicas, em 50 pacientes, sendo 34 mulheres e 16 homens, com idade média de 59,6 anos. Essas coroas unitárias foram acompanhadas por 18,8 anos em média. De acordo com os resultados obtidos os autores concluíram que as coroas metalocerâmicas apresentaram 75% de sucesso após 20 anos, com taxa de sobrevivência de 78%. Os pacientes demonstraram satisfação com a estética da restauração protética, e a remoção das coroas metalocerâmicas ocorreram, principalmente, devido a fraturas radiculares.

PAGNANO et al. (2009) avaliaram o efeito de diferentes atmosferas de fundição (normal, vácuo e argônio) de ligas metálicas sobre a RUMC. Sessenta corpos de prova foram confeccionados com as ligas de Ni-Cr-Be (Fit Cast V) e a outra metade com a liga de Ni-Cr (Fit Cast SB). Cada grupo foi dividido em três subgrupos, de acordo com a atmosfera de fundição. Após a fundição, todos os espécimes foram jateados com partículas de 100 µm de óxido de alumínio. Foi utilizada a cerâmica IPS Classic. Em seguida foi realizado o teste de cisalhamento em máquina de ensaios mecânicos. Os autores concluíram que nem a presença de Be nas ligas de Ni-Cr, nem as atmosferas de fundição interferiram na RUMC entre as ligas metálicas e a cerâmica avaliadas.

LOMBARDO et al. (2010) analisaram a influência de dois tratamentos de superfície (jateamento com partículas de óxido de alumínio ou desgaste com fresas de tungstênio) e duas cerâmicas diferentes (StarLight Ceram e Duceram Kiss) na superfície da liga metálica de Co-Cr (StarLoy C) sobre a resistência ao cisalhamento. Foram confeccionados 48 corpos de prova cilíndricos (4,0 mm de diâmetro e 3,7 mm de altura) de liga de Co-Cr, fundidos com atmosfera de gás argônio. Foram subdivididos em dois grupos (n=14), de acordo com o tratamento de superfície realizado: a) jateamento com partículas de 50 µm óxido de alumínio; b) rugosidade da superfície realizada com fresa de tungstênio usando uma força de 1 kg de força e pelo tempo de 10 segundos. Após a sinterização da cerâmica, foi realizado o teste de resistência ao cisalhamento à velocidade de 0,5 mm/min até a fratura. Os corpos

de prova foram analisados com um estereomicroscópio com uma ampliação de 30X e a imagem fotografada com câmera digital (Cybershot) para verificar o tipo de falha. Alguns espécimes foram analisados em MEV e por EDS. A marca comercial da cerâmica utilizada e o tratamento de superfície foram estatisticamente significantes, sendo que o grupo que associou a cerâmica StarLight com o jateamento com partículas de óxido de alumínio obtiveram as maiores médias de força de resistência ao cisalhamento, e as falhas observadas foram predominantemente mistas. Os autores concluíram que o jateamento com partículas de óxido de alumínio em estruturas de Co-Cr aumenta a resistência ao cisalhamento.

DE VASCONCELLOS et al. (2010) investigaram o efeito do aumento da temperatura da queima da cerâmica opaca sobre a RUMC. Foram confeccionados 60 corpos de Co-Cr (Wirobond C) que foram divididos em três grupos, de acordo com a temperatura de queima da cerâmica opaca Vita (900°C, 950°C e 1000°C). Todos os grupos foram jateados com partículas de óxido de alumínio de 150 µm e subdivididos em dois grupos (n=10) de acordo com o envelhecimento realizado, sendo que metade foi envelhecida em água, a 37°C por 24 horas e a outra metade foi submetida à termociclagem. Os espécimes foram submetidos ao teste de flexão de três pontos até a ruptura, que foi observada em microscópio com ampliação de 30X. Dois espécimes de cada grupo não foram submetidos ao teste de flexão e foram analisados por MEV. De acordo com os autores, a elevação da temperatura de queima da cerâmica opaca aumentou a RUMC e a termociclagem não influenciou a RUMC, independentemente da temperatura de queima avaliada.

RATHI et al. (2011) avaliaram a RUMC de estruturas metálicas submetidas à pré oxidação térmica. Foram confeccionados 90 corpos de prova de Ni-Cr (15,0 x 2,0 x 0,5 mm), sendo 45 da liga Mealloy e a outra metade da liga Wiron 99. Em seguida, cada grupo das ligas foi subdividido (n=15) de acordo com o tratamento de superfície realizado: grupo I: tratamento térmico de oxidação; grupo II: jateamento com partículas de 110 µm de óxido de alumínio e III: tratamento térmico de oxidação e jateamento com partículas de óxido de alumínio. Após a aplicação da cerâmica (Duceram), foi realizado o teste de flexão e os espécimes foram avaliados em MEV e EDS. De acordo com os resultados, não houve influência da liga metálica nem do tratamento de superfície na RUMC, mas observaram, pela análise de MEV e EDS, aumento na quantidade de óxidos na interface metalocerâmica. Desta forma, os

autores concluíram que o tratamento térmico de oxidação aumenta a quantidade de óxidos na interface entre o metal e a cerâmica, mas isso não influenciou na RUMC das ligas avaliadas.

SIPAH e OZCAN (2012) compararam a RUMC e o tipo de falha existente na interface metalocerâmica entre cinco marcas comerciais de cerâmica feldspática de baixa fusão: IPS d.SIGN, Ceramco II, Letchworth e Ceramco associadas às ligas metálicas de Ni-Cr (Remanium) e Co-Cr (Triloy). Foram preparados 100 corpos de prova cilíndricos (5,0 mm de altura e 5,0 mm de diâmetro), sendo 50 de cada liga metálica. Após a fundição, os 100 corpos de prova foram jateados com partículas de 50 µm de óxido de alumínio e submetidos à pré-oxidação. Em seguida foi aplicada a cerâmica (opaco e dentina) de cada marca comercial (n=10). Todos os espécimes foram submetidos a teste de cisalhamento à velocidade de 0,5 mm/min até que ocorresse a falha. A análise da superfície demonstrou mais falhas adesivas para a liga de Ni-Cr do que para a de Co-Cr, o que sugere união mais favorável entre as cerâmicas testadas e a liga de Co-Cr. Houve diferença entre as cerâmicas, sendo que a Ceramco II apresentou a maior força de união, independente da liga metálica utilizada.

LEE et al (2013) compararam a morfologia da superfície, a rugosidade superficial e a RUMC entre as ligas de titânio Ti-10Ta-10Nb, Ti puro e uma liga de Ti-6Al-4V, associada com uma cerâmica odontológica (Titankeramik). Foram confeccionados 144 corpos de prova, que em seguida foram subdivididos em 6 subgrupos de acordo com o tratamento de superfície realizado (n=8). O grupo controle (P) foi polido com papel SiC com granulação de 1200; o grupo S50 foi jateado com partículas de 50 µm de óxido de alumínio; o grupo S250 recebeu tratamento com partículas de 250 µm de óxido de alumínio; o grupo HCl foi imerso na solução aquosa de ácido clorídrico a 10% aquecido à elevada temperatura por 30 minutos; o grupo HF foi colocado numa solução de 17% de HNO₃ / HF em um volume, na proporção de 2: 1 por 5 minutos; o grupo TiN foi revestido com íons de TiN por duas horas. Após os tratamentos de superfície, os espécimes foram submetidos à limpeza e analisados por microscopia de força atômica para medir a rugosidade superficial e com MEV puderam observar a morfologia dessa superfície. Após a aplicação da cerâmica dentária, foi realizado o teste de flexão de três pontos, à velocidade de 1,0 mm/min. Os autores observaram diferenças estatísticas na rugosidade superficial (de acordo com o tratamento de superfície realizado), perfil da

superfície e RUMC entre as ligas de titânio estudadas. Os grupos que receberam o jateamento com as partículas de óxido de alumínio apresentaram rugosidade maior do que os demais grupos. Com relação à RUMC, a liga de Ti-10Ta-10Nb apresentou valores maiores que as demais ligas, sendo que, entre elas (CP Ti e Ti-6Al-4V) não houve diferença. Os grupos S50 e S250 apresentaram maiores valores que P, HCl, HF e TiN. Os autores concluíram que os espécimes que receberam o jateamento com partículas de óxido de alumínio apresentaram maior rugosidade superficial e maior RUMC.

DEEPAK et al. (2013) avaliaram o efeito do tratamento a laser na superfície metálica sobre a RUMC de ligas de Ni-Cr (Ceralloy NI) e Co-Cr (Ceralloy) e uma cerâmica odontológica. Foram confeccionados 60 corpos de prova cilíndricos (4,0 mm de diâmetro com 4,0 mm de comprimento) e divididos em três grupos (n=20): A) controle (sem tratamento de superfície); B) jateamento com partículas de 50 µm de óxido de alumínio; C) tratamento com laser na frequência de 50 Hz, gravuras lineares com profundidade de 20 µm e intervalo de espaço de 2,0 mm entre elas. Após a fundição e tratamento de superfície, os espécimes foram observados em MEV. Depois foi aplicada a cerâmica IPS d.Sign e realizado o teste de cisalhamento em máquina de ensaios mecânicos. Após a fratura, os espécimes foram analisados novamente por MEV para avaliar que tipo de falha ocorreu (adesiva ou coesiva). Não foram observadas diferenças significantes entre as duas ligas metálicas que receberam o tratamento a laser, 70% das falhas foram coesivas, 20% falhas mistas e 10% adesivas. Os autores concluíram que o tratamento a laser produz excelente rugosidade superficial e apresenta bons valores de resistência ao cisalhamento para ligas de Co-Cr e Ni-Cr.

TING et al. (2014) avaliaram a influência do uso de um agente de união à base de tungstênio sobre a adesão e estresse residual da cerâmica. Foram confeccionados 80 corpos de prova com uma liga de Co-Cr (Wirobond C), que foram divididos em dois grupos: um com a aplicação do condicionador de metal e o outro sem a sua aplicação. Foi aplicada a cerâmica (Reflex Dimension) e em seguida, foi realizado o teste de flexão de três pontos, dureza Vickers, MEV e EDS, para avaliar o tipo de fratura e a composição química da interface metalocerâmica. Após a análise dos dados a média de liberação de energia de deformação para o grupo sem o condicionador do metal foi maior do que o grupo que recebeu o tratamento superficial com o condicionador. Com relação ao estresse residual, não houve

diferenças significantes. Os autores concluíram que o uso de condicionador de metal à base de tungstênio, em superfícies de Co-Cr, reduziu substancialmente a liberação da energia de deformação, mas não teve influência no estresse residual.

PATEL, MATHUR e UPADHYAY (2015) avaliaram o efeito de diversos tratamentos de superfície e jateamento com partículas de óxido de alumínio de tamanhos diferentes na RUMC. Foram preparados 40 corpos de prova (20 x 10 x 0,5 mm) de Ni-Cr (Bellabond), que foram divididos em quatro grupos, de acordo com o tratamento de superfície realizado: Grupo I – jateamento com partículas de 50 µm de óxido de alumínio; Grupo II - jateamento com partículas de 110 µm de óxido de alumínio; Grupo III - jateamento com partículas de 250 µm de óxido de alumínio; Grupo IV - jateamento com partículas de 250 µm de óxido de alumínio, seguido de oxidação e novamente jateamento com partículas de 250 µm de óxido de alumínio. Após aplicação da cerâmica ((Vita Master), foi realizado o teste de cisalhamento. O grupo III apresentou a maior resistência ao cisalhamento e os valores mais baixos foram observados no Grupo I. Os autores concluíram que tanto o tamanho da partícula de óxido de alumínio como o tratamento de superfície são significantes na RUMC, sendo que o maior tamanho da partícula proporcionou maior RUMC.

COMANEANU et al. (2015) compararam a biocompatibilidade *in vivo* de seis ligas metálicas, três à base de níquel-cromo e três balanceadas com cobalto-cromo. Os ensaios de biocompatibilidade foram realizados verificando linha de células de osteosarcoma MNNG Humano (HOS). Os autores concluíram que a biocompatibilidade dos materiais está relacionada à qualidade do material e do processamento da superfície do metal, da aderência de e proliferação dos micro-organismos. Entre as ligas estudadas, as que apresentaram maior biocompatibilidade foram as de cobalto-cromo.

MINESAKI et al. (2016) avaliaram a RUMC de uma liga metálica tratada com dois condicionares de metais diferentes. Os corpos de prova confeccionados em forma de disco (2,5 x 10,0 mm) com a liga de Co-Cr (Heraenium Pw) e jateados com partículas de óxido de alumínio de 110 µm. Em seguida, foram divididos em três grupos (n=8), sendo um grupo controle, que não recebeu nenhum condicionador metálico e os outros dois grupos de acordo com o condicionador de metal utilizado (HeraCeram NP primer) e um condicionador tradicional para ligas nobres e não nobres (Initial IN-Metalbond). Após a queima da cerâmica (Heraceram Opaque e Dentin), os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento. Além disso,

corpos de prova metálicos retangulares (3,0 x 10,0 x 0,5 mm) também foram confeccionados para permitir a análise com MEV e ensaio de resistência ao cisalhamento. Os grupos que foram tratados com os condicionadores de metal apresentaram maior resistência ao cisalhamento que o grupo controle, sendo que o condicionador HeraCeram NP primer apresentou resistência ao cisalhamento superior ao grupo usando Initial IN-Metalbond. Os autores concluíram que o uso de condicionador de metal para as ligas de Co-Cr é recomendado por proporcionarem maior RUMC.

WANG et al (2016) avaliaram a RUMC entre uma cerâmica odontológica e 3 ligas de Co-Cr confeccionadas a partir de diferentes técnicas: 1) fundição convencional pela técnica de cera perdida; 2) fresagem; 3) sinterização a laser. Foram confeccionados 15 corpos de prova para cada grupo experimental, que em seguida, foram jateados com partículas de 100 µm de óxido de alumínio e limpos em ultrassom, por 5 minutos. Foi realizada degaseificação antes da aplicação da cerâmica dentária. Dois espécimes de cada grupo foram selecionados aleatoriamente para análise de morfologia por meio de MEV com ampliação de 500X, que permitisse analisar a superfície oxidada. Em seguida, a cerâmica (VMK95) foi aplicada. Posteriormente, foi realizado o teste de flexão de três pontos, à velocidade de 1,5 mm/min até a fratura. As superfícies de oxidação dos grupos analisados foram diferentes, sendo que no grupo em que foi realizada a fundição convencional, as superfícies eram mais porosas, enquanto que nos outros dois grupos, eram mais compactadas. O grupo fundido convencionalmente apresentou os menores valores de RUMC e os espécimes sinterizados a laser apresentaram os maiores valores de RUMC. Todos os espécimes apresentaram falha coesiva. Os autores concluíram que a morfologia e a espessura da camada de oxidação dependem da técnica de confecção utilizada e que, independentemente da técnica, todos os grupos apresentaram valores superiores ao recomendado pela ISO 9693 e que o método de sinterização seletiva a laser é promissor para confecção de restaurações metalocerâmicas.

REN et al (2016) avaliaram o efeito que diversos disparos de fusão seletiva por laser (SLM) provocam na RUMC. Trinta e seis corpos de prova foram preparados em ligas de Co-Cr (Wirobond), sendo 18 barras de 25 x 3 x 0,5 mm, de cada processo distinto: grupo I – sinterização a laser; grupo II – método convencional de fundição por cera perdida. Todos os espécimes foram jateados com partículas de 50

μm de óxido de alumínio, para produzir rugosidade superficial e favorecer a união metalocerâmica. Cada grupo foi dividido em três subgrupos, de acordo com a quantidade de disparos (3, 5, 7). Após a queima da cerâmica (VMK 95; Vita) foi realizado o teste de flexão de três pontos e o tipo de falha foi observado por MEV e EDS. Os autores concluíram que o grupo sinterizado a laser apresentou RUMC superior ao método convencional em todos os períodos da queima da cerâmica.

EKREN, OZKOMUR e UCAR (2017) avaliaram a resistência de união metalocerâmica utilizando duas técnicas (DMLM e DMLS) de fundição a laser de duas ligas metálicas (EOS Co-Cr SP2 e Keramit NP-S) com diferentes espessuras de adição de pó (20 e 30 μm), além da correlação entre esta união e a composição da camada superficial da estrutura metálica. As barras metálicas foram confeccionadas nas dimensões especificadas pela ISO 9693:2012. Os 75 corpos metálicos sinterizados por DMLS ou DMLM, foram jateados com partículas de óxido de alumínio com 50 μm e em seguida foi aplicado o agente de união (3C-Bond, Ceka Attachments). A cerâmica (Super porcelain EX-3, Noritake) foi aplicada no centro da barra metálica (8,0 mm x 3,0 mm x 1,0 mm). Foi realizado teste de flexão de três pontos em máquina de ensaios mecânicos, à velocidade de 1,0mm/min até a ruptura. A microestrutura dos corpos de prova foi analisada utilizando MEV e EDS, na sua porção central de 12 mm². A técnica de confecção e a liga metálica utilizada tiveram efeito na RUMC, sendo que a maior força de união foi encontrada na técnica de DMLS, para a liga metálica EOS Co-Cr SP2 com a deposição de camadas de 20 μm de espessura e os mais baixos foram encontrados com DMLS, usando a liga metálica Keramit NP-S com 20 μm . Não foi observada correlação entre a composição da superfície e a força de união.

KALELI e SARAÇ (2017) realizaram um estudo comparando a resistência de união entre uma cerâmica odontológica e quatro ligas de Co-Cr, preparadas com técnicas específicas. Foram confeccionados 96 corpos de prova metálicos com as dimensões determinadas pela ISO 9693 para a aplicação do teste de flexão em três pontos, e divididos em quatro grupos (n=24), de acordo com a técnica utilizada para confecção dos substratos metálicos sendo: fundição por cera perdida (grupo controle – C); fresagem (M); D) sinterização a laser (LS) e E) processo de obtenção direta da camada de pó (LC). As ligas metálicas foram utilizadas: Microlit isi; CopraBond K, Keramit NP-S; Remington Star CL. Os corpos de prova foram preparados de acordo com a técnica determinada e em seguida jateados com partículas de 50 μm por 15 s.

A cerâmica Vita VMK Master Opaque foi aplicada e em seguida todos os corpos de prova foram armazenados por 24 horas em água destilada a $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e submetidos a 500 ciclos de termociclagem. Foi realizado o teste de flexão de três pontos com velocidade de 1,5mm/min até a ruptura. O tipo de falha da união (adesiva, coesiva ou mista) foi determinado utilizando esteriomicroscopia com ampliação de 10X e a morfologia da superfície foi avaliada com MEV com ampliação de 200X. De acordo com os resultados, a técnica LC apresentou os maiores valores de RUMC e a técnica de fundição convencional por cera perdida, os menores valores.

LAWAF et al (2017) compararam num estudo *in vitro* a RUMC entre uma cerâmica odontológica e duas ligas de Co-Cr confeccionadas por dois processos distintos: fundição por cera perdida e fundição seletiva a laser. Foram preparadas 20 amostras metálicas, com as dimensões determinadas pela ISO 9693, e foram divididas em dois grupos, sendo 10 fabricadas com a liga metálica Star CL pela técnica de fundição por cera perdida e 10 amostras confeccionadas com Wirobond pelo método de fundição seletiva a laser. Em seguida foi realizado jateamento com partículas de óxido de alumínio de 250 μm e limpos em ultrassom por 10 minutos. Foi aplicado um agente de ligação (Alsip, IL) em todos os corpos de prova e em seguida, uma camada de cerâmica opaca e outra cerâmica de corpo (VMK, Master). Os corpos de prova foram submetidos ao teste de flexão de três pontos em máquina de ensaios mecânicos. De acordo com os resultados obtidos, os autores concluíram que as técnicas utilizadas não demonstraram diferenças significantes com relação aos valores de RUMC.

LI et al. (2017) realizaram estudo *in vitro* para comparar a RUMC entre as diversas técnicas de confecção de infraestrutura metálica com três ligas de cobalto-cromo. Os 33 espécimes confeccionados com dimensões de 25 mm x 3 mm x 0,5 mm foram divididos em 3 grupos, de acordo com a técnica de confecção utilizada: 1) técnica convencional e liga metálica Wirobond 280; 2) técnica de fundição seletiva a laser Wirobond Ce 3) técnica de fresagem ET-02, Echt TEC. Todos os espécimes foram jateados com partícula de 125 μm de óxido de alumínio e, em seguida, foi aplicada uma camada de cerâmica (Ceramco III).. Um corpo de prova de cada grupo foi selecionado aleatoriamente para análise da morfologia da interface metal/cerâmica com MEV. Cada grupo foi submetido ao teste de flexão de três pontos até a fratura, que foi observada a olho nu, por meio de uma câmera digital.

Os 10 espécimes de cada grupo foram analisados por EDS na sua parte central. Os grupos fabricados por fresagem e fundição seletiva a laser demonstraram maior adesão da cerâmica ao substrato metálico, do que o grupo fundido pela técnica convencional, mas não houve diferença na RUMC entre as técnicas utilizadas. O MEV revelou três regiões distintas: o substrato metálico, a faixa de interação metal-cerâmica e o substrato cerâmico. Todos os espécimes apresentaram falha mista. Desta forma, os autores concluíram que a técnica de confecção do substrato metálico não interfere na união metalocerâmica.

3. Proposição

3.1. Objetivo geral

- a) Avaliar o efeito do tratamento de superfície com ácido clorídrico a 37%, em diferentes tempos, na resistência de união de uma cerâmica odontológica às ligas de Co-Cr.

3.2. Objetivos específicos

- a) Avaliar o efeito do ácido clorídrico a 37% na resistência de união de uma cerâmica odontológica às seguintes ligas de Co-Cr:
- Keragen
 - Remanium 2001
 - StarLoy C
- b) Avaliar o efeito do ácido clorídrico a 37% na resistência de união de uma cerâmica odontológica às ligas de Co-Cr em função dos seguintes tratamentos de superfície:
- sem tratamento adicional (controle)
 - aplicação de ácido clorídrico a 37% por 10 minutos
 - aplicação de ácido clorídrico a 37% por 20 minutos
 - aplicação de ácido clorídrico a 37% por 30 minutos

3.3. Hipótese Nula

A hipótese nula desse estudo é que não haveria diferença na resistência de união da cerâmica às ligas de Co-Cr avaliadas em função dos tratamentos realizados.

4. Material e Método

4.1. Delineamento Experimental

A amostra do experimento foi composta por 120 espécimes metálicos de Co-Cr, inicialmente divididos em três grupos experimentais, de acordo com as ligas avaliadas e depois subdivididos em 4 grupos, conforme o tratamento de superfície recebido (Figura 1).

Figura 1- Delineamento experimental.

A resistência da união metalocerâmica foi a variável analisada.

Os fatores de variação considerados foram: **Liga metálica de Co-Cr**, em três níveis, classificados de acordo com o seu nome comercial (Quadro 1): Keragen (K), Remanium 2001 (R) e StarLoy C (S); e **Tratamento de superfície** com quatro níveis: **C**- Sem nenhum tratamento adicional na superfície metálica (controle); **T1**- Tratamento da superfície do metal com ácido clorídrico a 37% por 10 minutos; **T2**- Tratamento da superfície do metal com ácido clorídrico a 37% por 20 minutos; **T3**- Tratamento da superfície do metal com ácido clorídrico a 37% por 30 minutos.

Quadro 1 - Ligas metálicas e suas características.

Ligas Metálicas	Composição (% em massa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Fabricante	Lote
Keragen	Co 61; Cr 28; W 8,5; Si 1,65; Mn 0,25; Fe<0,5; C< 0,1	150	Eisenbacher, Dentalwaren ED GmbH, Alemanha	F03-500sk
Remanium 2001	Co 63; Cr 23; Mo 7,3; W 4,3; Si 1	195	Dentaurum, Pforzheim, Alemanha	102-600-01
StarLoy C	Co 59,4; Cr 24,5; W 10; Nb 2,2; V 2,2; Si 1; Mo 1; Fe 1	200	DeguDent GmbH, Hanau, Alemanha	35010014

Fonte: Dados fornecidos pelos fabricantes.

4.2. Preparo das Amostras

Foram obtidos padrões de resina acrílica Duralay (Reliance Dental Mfg Co., Worth, EUA), em formato de tiras com dimensões de 30 mm x 3 mm x 0,7 mm, a partir de uma matriz de teflon, confeccionada na Oficina do Departamento de Materiais Dentários e Prótese da FORP-USP (Figura 2).

Figura 2 – Matriz de teflon para a obtenção dos padrões em resina acrílica.

A - Parte Superior; B – Espaçador de 0,7 mm; C - Parte inferior; D – Base para prensagem da resina acrílica; E- Dispositivo para colocação do espaçador.

A parte superior da matriz (“A”) foi coberta com uma fina camada de vaselina sólida para evitar a adesão da resina acrílica. Realizado esse isolamento prévio, a resina acrílica Duralay foi manipulada, nas proporções indicadas pelo fabricante,

com auxílio de espátula dupla para cera nº 7 (Duflex – SS White), pote Dappen e inserida na parte “A” da matriz (Figura 3).

Figura 3 – Resina acrílica no interior da matriz de teflon.

Em seguida foi realizada a prensagem com o auxílio da sua base (“D”), como visualizado na Figura 4. Após a polimerização da resina acrílica, a base e o espaçador “B” foram removidos e a parte inferior “C” pressionada contra a parte “A” (Figura 5), facilitando a remoção das tiras de resina, devido à ação de êmbolo exercida. O acabamento foi realizado, manualmente, com lixas d’água de granulometria 400 (Worker, Curitiba, Brasil) até chegarem às dimensões desejadas (30 mm x 3,0 mm x 0,7 mm).

Figura 4 – Prensagem da resina acrílica inserida na matriz de teflon com a base “D”.

Figura 5 – Ação de êmbolo exercida para facilitar a remoção dos corpos de prova.

4.3. Inclusão dos padrões de resina acrílica

Conforme já relatado, os 120 padrões de resina obtidos foram divididos em três grupos, de acordo com a liga metálica utilizada e incluídos em revestimento

fosfatado Micro Fine 1700 (Talladium Inc, Valencia, E.U.A), com aplicação prévia de um agente de tensão superficial (Waxit, Degussa S.A., Guarulhos, SPBrasil) nos padrões de resina. O revestimento foi manipulado a vácuo na velocidade de 425 rpm, nas proporções e tempos recomendados pelo fabricante (122 mL/500 g), durante quarenta segundos, em manipulador à vácuo modelo Rizax (EDG São Carlos, Brasil), como pode-se visualizar na Figura 6.

Após a presa (55 minutos), o revestimento e os anéis de fundição foram submetidos a ciclos térmicos para eliminação da resina e expansão do molde, de acordo com as especificações do fabricante, em forno Edgcon 5P (EDG, São Carlos, Brasil) e aquecidos à velocidade de 15°C/min (Figura 7), da seguinte forma:

- Da temperatura ambiente até 400°C e permaneceram nesta temperatura por 30 minutos;
- De 400°C até 950°C e permaneceram nesta temperatura por 20 minutos;
- Foram resfriados até 900°C e permaneceram nesta temperatura por no máximo 120 minutos.

Figura 6 – Manipulador a vácuo para o revestimento.

Figura 7 – Forno EDG para expansão do molde.

4.4. Fundição das tiras metálicas

Após o resfriamento, os anéis de fundição foram levados à máquina de fundição eletrônica Neutrodyn Easyti (F.Lli Manfredi, Torino, Itália) (Figura 8), onde ocorreu a fundição das ligas por indução com temperaturas padronizadas de acordo com as instruções do fabricante (Keragen, 1410°C; Remanium 2001, 1390°C; StarLoy C, 1370°C) e torque constante da centrífuga. As fundições foram desincluídas após o seu resfriamento e jateadas com óxido de alumínio de granulação de 100 µm (ASFER Indústria Química Ltda., São Caetano do Sul, Brasil), sob pressão de 3 bar no Microjet III (EDG, São Carlos, Brasil) para eliminação dos excessos de revestimento (Figura 9). Em seguida, os corpos de prova foram recortados dos canais de alimentação com discos de carborundum. O ajuste das tiras metálicas foi realizado com o auxílio de paquímetro digital (Mitutoyo Sul Americana Ltda., Suzano, Brasil) (Figura 10), politriz automática (Modelo DPU-10, Panambra, São Paulo, Brasil) e lixa d'água com granulação 180 (WORKER, Curitiba, Brasil) (Figura 11), para atingir as dimensões finais de 25 mm x 3 mm x 0,5 mm, determinadas pela norma ISO 9693:2012. Em seguida, foram tratados com pedra de óxido de alumínio, para simular as condições de superfície obtidas em laboratório e radiografados para validação do processo de fundição.

Figura 8 - Máquina de fundição eletrônica Neutrodyn Easyti.

Figura 9 – Microjet III para jateamento dos espécimes.

Figura 10 – Paquímetro Digital.

Figura 11 – Politriz Automática.

As tiras metálicas obtidas foram radiografadas por meio do aparelho de Raio X (Dabi Atlante Indústria Médico Odontológica, Modelo Spectro 70X, Classe I, Tipo B Comum, Ribeirão Preto, Brasil), com 70 Kvp, 8 mA, 10 cm de distância foco filme e filme radiográfico digital, de forma a padronizar o processo de obtenção das tiras metálicas.

Todas as tiras metálicas apresentavam algumas porosidades, entretanto, por serem ínfimas, inerentes ao processo de fundição, não foram excluídas por não comprometerem os resultados relativos ao ensaio de resistência de união metalocerâmica.

4.5. Tratamento de Superfície

Após os ajustes dos corpos de prova, cada um dos grupos referente às ligas metálicas correspondentes, foi subdividido em quatro grupos ($n=10$), de acordo com o tratamento de superfície recebido.

Todos os grupos foram jateados novamente com óxido de alumínio ($100\text{ }\mu\text{m}$), sob pressão de 3 bar no Microjet III (EDG, São Carlos, Brasil), sendo que o grupo controle (**C**) não recebeu nenhum tratamento de superfície adicional a este.

Os grupos **T1**, **T2** e **T3** foram submetidos ao tratamento ácido na superfície, previamente jateada, diferindo apenas pelo tempo em contato com o ácido clorídrico (HCl) a 37%, sendo 10 minutos para o grupo **T1**, 20 minutos para o grupo **T2** e 30 minutos para o grupo **T3**. Com o auxílio de outra matriz de teflon, também confeccionada na Oficina do Departamento de Materiais Dentários e Prótese da FORP-USP, a região que recebeu o tratamento e, posteriormente, a cerâmica, foi delimitada. As tiras metálicas foram fixadas em pote de dappen, com o auxílio de fita adesiva, para evitar o contato do ácido em outras superfícies. A seguir, uma gota de HCl foi depositada na superfície metálica delimitada (Figura 12) e ficou em contato com essa superfície pelo tempo determinado para cada grupo. O excesso de ácido foi removido com gotejamento de água destilada e em seguida, os corpos de prova foram limpos em água corrente por 1 minuto e seco a temperatura ambiente.

Figura 12 – Aplicação de ácido clorídrico na superfície metálica.

4.6. Aplicação da cerâmica

Antes da aplicação da cerâmica, as tiras metálicas foram limpas com álcool isopropílico em lavadora ultrassônica (Odontobrás, Ribeirão Preto, Brasil), por 10 minutos. A cerâmica IPS inline (Ivoclar VivaDent, Buffalo, EUA) foi aplicada na superfície metálica, na área predeterminada, com auxílio da matriz de teflon (Figura 13), para delimitar a área do corpo cerâmico e garantir as dimensões do corpo-de-prova ($8,0 \pm 0,01$ mm por $1,1 \pm 0,1$ mm). Todos os espécimes receberam duas camadas de opaco e duas de dentina. Os ciclos de sinterização foram realizados em ambiente á vácuo no forno Alimini – Sinter Press (EDG Equipamentos, São Paulo, Brasil) (Figura 14), cujas temperaturas estão demonstradas na Tabela 1.

Tabela 1 - Ciclos de Sinterização da cerâmica IPS Inline.

Queima	Temp. Inicial	Tempo de secagem	Aumento temp. por minuto	Temp. inicial vácuo	Temp. final vácuo	Tempo de espera	Tempo de resfriamento
1ª Opaco	400°C	6 min	80°C	550°C	980°C	1 min *	3 min
2ª Opaco	400°C	6 min	80°C	550°C	970°C	1 min*	3 min
1ª Dentina	400°C	4 min	60°C	580°C	920°C	1 min*	3 min
2ª Dentina	400°C	4 min	60°C	580°C	910°C	1 min*	3 min

Temp. = temperatura; *sem vácuo.

Figura 13 – Aplicação da cerâmica na área determinada pela matriz de teflon.

Figura 14 – Forno para a sinterização da cerâmica.

4.7. Ensaio Mecânico de Flexão em três pontos

Os testes de flexão (Figura 16) foram realizados numa máquina de ensaios mecânicos, modelo DL 2000 (EMIC, São José dos Pinhais, Brasil) no **Laboratório Integrado de Pesquisa em Biocompatibilidade de Materiais (LIPEM)** do Departamento de Materiais Dentários e Prótese da FORP-USP (Figura 15), a fim de determinar a carga de ruptura da união metalocerâmica.

Figura 15 - Teste de flexão em três pontos.

Figura 16 – Máquina de ensaios mecânicos.

Os valores finais da Tensão de Ruptura (RUMC), em MPa, são obtidos por meio da aplicação da fórmula: $T = k \cdot F$, em que T é tensão de ruptura em MPa, k é um valor constante para cada liga metálica expressa em mm^{-2} e F é o valor da força máxima, obtida em kgf, que foi multiplicada por 9,8 para transformar essa grandeza em Newtons (N). Para a obtenção do valor de k para cada liga metálica, calcula-se a área do gráfico (Figura 17) que apresenta a função entre espessura ($d_M = 0,5 \pm 0,05$) mm e o módulo de elasticidade (E_M) do substrato metálico.

Outra forma de determinar a Tensão de Ruptura é aplicando os valores obtidos na fórmula: $S = 3 \cdot W \cdot L / 2 \cdot b \cdot d^2$, sendo que W representa a força máxima, L a distância entre os apoios, b a largura e d a altura do corpo de prova.

Figura 17 – Gráfico para a determinação do coeficiente k , para cada liga metálica.

Fonte: ISO 9693: 1999

4.8. Análise Estatística

Para realização da análise dos dados, foi utilizado o programa estatístico IBM SPSS Statistics 20 (IBM Corporation, Armonk, EUA) com nível de significância estatística de $\alpha=0,05$.

Por meio da aplicação do teste de normalidade Shapiro-Wilk foi possível observar a distribuição normal das curvas do modelo de estudo realizado. Deste modo, foi realizada a análise estatística com utilização de teste paramétrico: Análise

de Variância com dois fatores (Two-way ANOVA), com ajustes por meio do teste de Bonferroni para múltiplas comparações.

5. Resultados

Os dados utilizados consistiram em valores numéricos equivalentes à tensão de ruptura à flexão em três pontos da união metalocerâmica, dada em MPa, para cada espécime. Esses valores foram provenientes do cruzamento de três ligas metálicas (Keragen, Remanium 2001 e StarLoy C), quatro tratamentos de superfície (sem tratamento, HCl a 37% por 10 minutos, HCl a 37% por 20 minutos e HCl a 37% por 30 minutos) e 10 repetições, resultando em um produto fatorial $3 \times 4 \times 10 = 120$.

Os valores obtidos para a Tensão de Ruptura, em MPa (APÊNDICE A), foram analisados por meio do teste de normalidade Shapiro – Wilk (APÊNDICE B) que permitiu concluir que a distribuição da amostra apresentava-se normal.

De acordo com a Tabela 2, pode-se observar que não houve diferença estatisticamente significativa para o fator de variação liga ($p=0,088$), nem para a interação liga x tratamento ($p=0,106$). Houve diferença estatisticamente significativa apenas para o fator tratamento ($p=0,023$).

Tabela 2: Resultados da Análise de Variância.

Fonte de Variação	Soma dos Quadrados Médios	Grau de Liberdade	Quadrados Médios	Valor de F	Valor de p
Liga	709,37	2	354,68	2,486	0,088 ^{ns}
Tratamento	1421,04	3	473,68	3,320	0,023*
Liga x Tratamento	1539,65	6	256,60	1,799	0,106 ^{ns}
Resíduo	15409,31	108	142,67		
Variação Total	413306,46	120			

* Significância estatística para $p \leq 0,05$; ns = sem significância estatística.

As médias e desvios padrão dos fatores de variação estão presentes nas Tabelas 3 e 4. Para indicar as diferenças para o fator tratamento, foi realizado o Teste de Bonferroni para comparações múltiplas (APÊNDICE C), que demonstrou diferença estatística na RUMC entre o grupo T3 e grupo controle, sendo que a aplicação do ácido clorídrico a 37% por 30 minutos propiciou aumento da RUMC em relação ao não tratamento, e para os demais tratamentos, não houve diferença estatística.

Tabela 3 – Médias amostrais calculadas para o fator de variação: liga.

Fator de Variação: liga	Média (MPa)	Desvio Padrão
Keragen	59,15	12,30
Remanium 2001	58,91	15,28
StarLoy C	53,88	9,28

Tabela 4 – Médias amostrais calculadas para o fator de variação: tratamento.

Fator de Variação: tratamento	Média (MPa)	Desvio Padrão
Controle	51,96 ^a	13,54
HCl por 10 min	57,82 ^{ab}	13,22
HCl por 20 min	57,91 ^{ab}	10,08
HCl por 30 min	61,57 ^b	12,19

Teste de Bonferroni ($p > 0,05$); ab – letras iguais indicam semelhança estatística

Na Tabela 5 estão presentes os resultados da interação dos fatores de variação liga x tratamento, onde pode se verificar que não houve diferença significativa.

Tabela 5 – Médias amostrais (Mpa), calculadas para a interação entre os fatores de variação liga x tratamento.

Tratamento	Ligas metálicas		
	Keragen	Remanium 2001	StarLoy C
Controle	51,81 (8,48)	53,43 (20,74)	50,63 (9,18)
HCl por 10 min	55,48 (8,62)	66,94 (17,12)	51,03 (6,79)
HCl por 20 min	62,54 (14,00)	57,76 (4,66)	53,42 (7,98)
HCl por 30 min	66,75 (12,70)	57,52 (12,56)	60,43 (10,51)

Discussão

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união de uma cerâmica odontológica a três ligas de Co-Cr, submetidas a quatro condições de tratamento de superfície. A hipótese nula desse estudo era que não haveria diferença na resistência de união da cerâmica às ligas de Co-Cr avaliadas em função dos tratamentos realizados. De acordo com os resultados obtidos, essa hipótese foi parcialmente rejeitada, pois o tratamento da superfície metálica com ácido clorídrico a 37% por 30 minutos apresentou os maiores valores de RUMC. Entretanto, não houve diferença entre as ligas avaliadas.

Embora, as restaurações livres de metal sejam as mais utilizadas atualmente, as próteses metalocerâmicas ainda apresentam indicação para uso e aplicação clínica (LOMBARDO et al., 2010), principalmente devido à combinação de fatores extremamente importantes como o custo reduzido e adequadas propriedades mecânicas e estéticas (WATAHA; MESSER, 2004).

As ligas de Ni-Cr foram de grande interesse e disseminação no mercado odontológico, principalmente com a instabilidade e aumento dos preços dos metais nobres. Entretanto, seu uso foi desestimulado, não somente devido ao potencial alergênico do níquel, mas, principalmente devido à presença do berílio, por apresentar potencial cancerígeno, que pode comprometer a saúde dos técnicos de laboratório (BEZZON et al., 1993; WATAHA; MESSER, 2004; ANUSAVICE, 2005). Desta forma, houve ascensão das ligas metálicas de Co-Cr devido à biocompatibilidade (COMANEANU et. al.; 2015), excelente integridade marginal, além de ausência de respostas danosas e prejudiciais aos usuários (ELIASSON; ARNELUND; JOHANSSON, 2007).

As ligas não nobres formam uma camada de óxidos na interface metal-cerâmica de difícil controle (ANUSAVICE, 2005) e seu desempenho na união metalocerâmica é questionável (LEONE; FAIRHURST, 1967; ANTHONY et al., 1970; SCED; MC LEAN, 1972; MC LEAN; SCED, 1973; MC LEAN, 1975; ANUSAVICE; DEHOFF; FAIRHURST, 1977; MACKERT et al., 1984; WATAHA, 2002). Segundo MC LEAN (1972) e MC LEAN e SCED (1973), o excesso de óxidos de cromo aumenta as tensões na interface, pois reduzem o coeficiente de expansão térmica da cerâmica, predispondo, assim, às fraturas protéticas (MCLEAN, 1975 (ANUSAVICE; DEHOFF; FAIRHURST, 1977; REYS et al., 2001). LEONE e FAIRHURST (1967) e ANTHONY et al. (1970) relataram que a união metalocerâmica é essencialmente química, uma vez que esses óxidos atuam como uma zona de transição (MACKERT

et al., 1984), sendo que a cerâmica se une ao metal justamente devido à presença dessa camada de óxidos formada (WATAHA; MESSER, 2004).

A procura por melhorias na união metalocerâmica impulsionou o advento de vários estudos, visando o controle da camada de óxidos, como uso de agentes de união (ANUSAVICE; DEHOFF; FAIRHURST, 1977; REYS et al., 2001; MINESAKI et al., 2016), jateamento de partículas abrasivas (CARTER; AL-MUDAFAR; SORENSEN, 1979; DEKON; VIEIRA; BONFANTE, 1999; REYS et al., 2001; RIBEIRO et al., 2007; LOMBARDO et al., 2010; DEEPAK et al., 2013; PATEL et al., 2015), e o tratamento ácido da superfície metálica (ANUSAVICE; DEHOFF; FAIRHURST, 1977; REYS et al., 2001; LEE et al., 2013).

Com relação ao jateamento de partículas de óxido de alumínio, diversos protocolos foram propostos, não havendo consenso na literatura sobre sua real contribuição na união metalocerâmica. LOMBARDO et al. (2010), ao jatearem a superfície de Co-Cr com partículas de óxido de alumínio de 50 µm, verificaram aumento da RUMC, dados esses que corroboram os achados de CARTER, AL-MUDAFAR e SORENSEN (1979), LEE et al.; (2013) e PATEL et al. (2015). No entanto, RIBEIRO et al. (2007) concluíram que o jateamento com óxido de alumínio, independentemente do tamanho das partículas, não propicia RUMC maior do que o polimento da superfície.

A interferência da camada de óxidos, assim como o mecanismo de ação de agentes de união como tratamento da superfície metálica são controversos na literatura, uma vez que, de acordo com alguns autores, esses agentes de união podem favorecer a formação adicional de óxidos na interface metal-cerâmica (CARTER, AL-MUDAFAR; SORENSEN, 1979). Adicionalmente, MINESAKI et al., (2016) relataram que o agente de união é indicado por propiciar o selamento da infraestrutura metálica evitando a formação adicional de óxido, favorecendo assim a RUMC.

O condicionamento ácido da superfície metálica foi pouco relatado na literatura e também apresentou resultados controversos (ANUSAVICE; DEHOFF; FAIRHURST, 1977; LEE et al., 2013; REYS et al., 2001). Optou-se neste trabalho por investigar a ação do ácido clorídrico a 37%, uma vez que na literatura existem autores que utilizaram esse ácido a 10% e tiveram como resultados aumento da RUMC relacionado à superfície do titânio comercialmente puro. A concentração de 37%, foi selecionada pois é encontrada facilmente no mercado, evitando diluições

adicionais, como nos casos em que foi utilizado o ácido clorídrico a 10% (REYS et al. 2001; LEE et al.; 2013). Assim, possibilita-se a adesão deste protocolo por técnicos de laboratório, devido à aplicação facilitada.

De acordo com os resultados obtidos, o tratamento da superfície metálica com ácido clorídrico a 37% por 30 minutos apresentou os maiores valores de RUMC. Esse achado corrobora os resultados obtidos por REYS et al. (2001), que, ao tratarem a superfície do titânio com ácido clorídrico a 10% levado à alta temperatura por 30 minutos obtiveram os maiores valores de RUMC que os demais grupos analisados. Segundo os autores, o ácido clorídrico a 10% removeu parcialmente a camada de óxidos formada na superfície do titânio e o jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm contaminou a superfície metálica e modificou o perfil da superfície, acarretando menor resistência da união metalocerâmica.

Entretanto, LEE et al. (2013) também compararam a RUMC obtida pelo tratamento da superfície do titânio com ácido clorídrico a 10% levado à alta temperatura por 30 minutos e a obtida com o jateamento de partículas de óxido de alumínio de 50 µm e 250 µm na superfície metálica. De acordo com os resultados encontrados, os maiores valores de RUMC foram obtidos nos grupos submetidos ao jateamento. Desta forma, como não há descrito na literatura nenhum estudo sobre o efeito do tratamento ácido em superfícies de Co-Cr, torna-se inviável a comparação direta dos resultados encontrados.

Vários foram os testes propostos para quantificar a união metalocerâmica. De acordo com a ISO 9693:2012, o teste de flexão de três pontos fornece dados mais confiáveis de RUMC, pois considera as peculiaridades dos substratos metálicos, como a espessura e o módulo de elasticidade, além de expressar resultantes de forças de tração e cisalhamento (HAMMAD; TALIC, 1996). Assim, é o teste mais indicado (KELLY; MSHIMURA; CAMPRELL, 1996; HAMMAD; TALIC, 1996) e utilizado para avaliar a RUMC (REYS et al. 2001; DE VASCONCELLOS et al., 2010; RATHI et al., 2011; LEE et al.; 2013; TING et al., 2014; EKREN; OZKOMUR; UCAR, 2017; KALELI; SARAÇ, 2017; LAWAF et al, 2017; LI et al., 2017). Desta forma, o teste de flexão de três pontos foi selecionado para este estudo, visto que na maioria dos trabalhos de RUMC, foi também o teste mais utilizado.

Os corpos de prova foram fundidos em máquina eletrônica em ambiente controlado e cada grupo de ligas foi distribuído aleatoriamente entre os quatro tratamentos propostos, para garantir sua randomização. Em seguida, foram

radiografadas todas as tiras metálicas, antes de submetê-las ao tratamento de superfície, verificando que não houve comprometimento da infraestrutura, uma vez que foram encontradas porosidades ínfimas inerentes ao processo de fundição. As superfícies foram usinadas para reproduzir a rugosidade superficial obtida em laboratório.

Independente do tratamento de superfície realizado, todos os grupos experimentais apresentaram valores de resistência flexural superiores a 25 MPa. Quando comparados, os resultados de RUMC deste estudo foram superiores aos encontrados por REN et al. (2016), WANG et al. (2016), KALELI e SARAÇ (2017), LI et al. (2017), entretanto foram inferiores aos valores obtidos por EKREN, OZKOMUR e UCAR (2017); LAWAF et al (2017). Esses trabalhos apresentaram metodologias, ligas metálicas e cerâmicas odontológicas distintas das utilizadas neste estudo, o que pode justificar a diferença nos valores encontrados.

Com relação ao fator de variação liga metálica, não foram encontradas diferenças entre as marcas comerciais testadas. Esses achados estão em consonância com o trabalho de RATHI et al. (2001). Por outro lado, JOIAS et al. (2008) encontraram diferenças nos valores de RUMC entre as cinco ligas metálicas de Co-Cr e um grupo controle formado por uma liga de Au-Pd. Os autores atribuíram esse fato às diferenças inerentes aos elementos constituintes das ligas metálicas avaliadas.

Este trabalho foi pioneiro em utilizar este protocolo em ligas de Co-Cr, sugerindo que o tratamento da superfície metálica dessas ligas com ácido clorídrico a 37% por 30 minutos pode aumentar a RUMC. Entretanto, mais estudos são necessários, principalmente com relação à composição química dessa interface, para compreender os mecanismos envolvidos na união metalocerâmica.

Futuras pesquisas deverão verificar se há interferência do ácido clorídrico nas propriedades mecânicas da liga metálica, bem como sua atuação na camada de óxidos existente na interface metal-cerâmica. Adicionalmente deve-se realizar a avaliação da integridade marginal que também é de extrema importância para a sua aplicação clínica.

Relevância clínica da pesquisa: independente da liga de Co-Cr utilizada, recomenda-se considerar o condicionamento da infraestrutura metálica, com ácido clorídrico a 37% por 30 minutos, para favorecer a RUMC.

6. Conclusão

De acordo com a metodologia utilizada e resultados obtidos, podemos concluir que:

O tratamento da superfície metálica com ácido clorídrico a 37% por 30 minutos favoreceu a resistência de união metalocerâmica das ligas de cobalto-cromo avaliadas.

Não houve diferença na resistência de união metalocerâmica em função das ligas de cobalto-cromo utilizadas.

Referências

De acordo com *Estilo Vancouver*..

Akova T, et al. Comparison of the bond strength of laser-sintered and cast base metal dental alloys to porcelain. *Dent Mater*. 2008 march; .24 (10): 1400-04.

American Dental Association. Council on Dental Materials, Instruments, and Equipments: Report on base metal alloys for crown and bridge applications: benefits and risks. *J. Am. Dent. Assoc*. 1985; 111: 479-83.

Anthony D H, et al. Shear test for measuring bonding in cast gold alloy-porcelain composites. *J Dent Res*. 1970; 49 (1) : 27-33.

Anusavice K. J. Phillips - *Materiais Dentários*. Ed. Rio de Janeiro; Elsevier; 11^a ed; 2005.

Anusavice K J, Dehoff P H; Fairhurst C W. Comparative evaluation of ceramic-metal bond tests using finite element stress analysis. *J Dent Res*. 1980, 59 (3): 608-13.

Anusavice K J; Ringle R D; Fairhurst C W. Adherence controlling elements in ceramic-metal systems. II. Nonprecious alloys. *J Dent Res*. 1977; .56 (9) : 1053-61.

Anusavice K J; Ringle R D, Fairhurst C W. Bonding mechanism evidence in a ceramic--nonprecious alloy system. *J Biomed Mater Res*. 1977; 11(5): 701-9.

Bagby M; Marshall S J; Marshall G W Jr. Metal ceramic compatibility: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 1990; 63 (1): 21-5.

Bezzon O L. Allergic sensitivity to several base metals: a clinical report. *J Prosthet Dent*. 1993; 69 (3): 243-4.

Bezzon O L, et al. Effect of beryllium on the castability and resistance of ceramometal bonds in nickel-chromium alloys. *J Prosthet Dent*. 1998 nov; 80 (5): 570-4.

Bezzon O L, et al. Castability and resistance of ceramometal bonding in Ni-Cr and Ni-Cr-Be alloys. *J Prosthet Dent*. 200; 85 (3): 299-304.

Brecker C. Porcelain baked to gold- a new medium in prosthodontics. *Prosthet. Dent*. 1956; 6 (6): 801-10.

Carter J M; Al-Mudafa R J; Sorensen S E. Adherence of nickel-chromium alloy and porcelain. *J Prosthet Dent*. 1979; .25 (6): 357-61.

Comaneanu R M; et al. Comparative Assessment of Biocompatibility of NiCr and CoCr Alloys Used in Metal-fused-to-ceramic Technology. *Rev. Chimie-Bucharest*; Original Ed.; Mach-2015.

Christensen G J. Is the rush to all-ceramic crowns justified? JADA. 2014 June; 145 (2): 192-4.

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

de Vasconcellos L G, et al. Opaque layer firing temperature and aging effect on the flexural strength of ceramic fused to cobalt-chromium alloy. J Prosthodont. 2010; 19 (6): 471-7.

Deepak K, et al. Comparative evaluation of effect of laser on shear bond strength of ceramic bonded with two base metal alloys: an in-vitro study. Indian J Dent Res.2013; 24 (5): 610-5.

Dekon S F C; Vieira L F; Bonfante G. Evaluation of the bond resistance between metal and ceramics, resulting from different previous oxidation times. Rev Odontol Univ São Paulo.1999; 13 (1).

Ekren O, Ozkomur A, Ucar Y. Effect of layered manufacturing techniques, alloy powders, and layer thickness on metal-ceramic bond strength. J Prosthet Dent. 2017; 1-7.

Eliasson A, Arnelund C F, Johansson A. A clinical evaluation of cobalt-chromium metal-ceramic fixed partial dentures and crowns: A three- to seven-year retrospective study. J Prosthet Dent. 2007; 98 (1): 6-16.

Hammad I A, Stein R S. A qualitative study for the bond and color of ceramometals. Part I. J Prosthet Dent. 1990 June; 63 (6): 643-53.

Hammad I A, Talic Y F. Designs of bond strength tests for metal-ceramic complexes: review of the literature. J Prosthet Dent. 1996; 75 (6): 602-8.

ISO 9693:1999/Amd. 1: 2005. Metal – ceramic dental restorative system.. Geneva: Internacional for Organization Standardization. 1999/2005; 2ª Ed: 14

ISO 9693:2012/Amd. 1: 2012. Metal – ceramic system: International for Organization Standardization, 2012.

Johnston J F, Dykema R W, Cunningham D M. Porcelain veneers fused to cast gold crowns. J Am Dent Assoc. 1958; 57 (1): 48-53.

Johnston J F, Dykema R W, Cunningham D M. The use and construction of gold crowns with a fused porcelain venner: A progress report. J. Prosthet. Dent. 1956; 6(6):811-21.

Joias R M, et al. Shear bond strength of a ceramic to Co-Cr alloys. J Prosthet Dent. 2008 Jan; 99 (1): 54-9.

Kaleli N, Sarac D. Comparison of porcelain bond strength of different metal frameworks prepared by using conventional and recently introduced fabrication methods. J Prosthet Dent. 2017 July; 118 (1): 76-82.

Kelly J R, Nishimura I, Campbell S D. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. J Prosthet Dent. 1996; 75 (1): 18-32.

Lawaf S, et al. Comparison of the bond strength of ceramics to Co-Cr alloys made by casting and selective laser melting. J Adv Prosthodont. 2017; 9:52-56.

Lee B A, et al. Effect of surface treatment on bond strength of Ti-10Ta-10Nb to low-fusing porcelain. J Prosthet Dent. 2013; 109 (2): 95-105.

Leone E F, Fairhurst C W. Bond strength and mechanical properties of dental porcelain enamels. J Prosthet Dent. 1967; 18 (2): 155-9.

Li J, et al. Bond strengths of porcelain to cobalt-chromium alloys made by casting, milling, and selective laser melting. J Prosthet Dent. 2017; 118 (1): 69-75.

Lombardo G H, et al. Influence of surface treatment on the shear bond strength of ceramics fused to cobalt-chromium. J Prosthodont. 2010; 19 (2): 103-11.

Lubovich R P, Gpdkind R J J. Bond strength studies of precious, semiprecious and nonprecious ceramic-metal alloys with two porcelains. J Prosthet Dent. 1977; 37(3): 288-99.

Mackert J R, et al. Measurement of oxide adherence to PFM alloys. J Dent Res. 1984; 63(11): 1335-40.

Mackert J R, et al. Oxide Morphology and Adherence on Dental Alloys. Oxidation of Metals. 1986; 25(5-6): 319-33.

McLean J W. The ceramo-metallic bond. Scientific of dental materials. 1975; 307-17.

McLean J W, Sced I R. Bonding of dental porcelain to metals: II. The base metal alloy/porcelain bond. Brit Ceram Trans J. 1973; 72: 235-38.

Melo R M, Travassos A C, Neisser M P. Shear bond strengths of a ceramic system to alternative metal alloys. J Prosthet Dent. 2005; 93 (1): 64-9.

Minesaki Y, et al. Effect of metal conditioner on bonding of porcelain to cobalt-chromium alloy. *J Adv Prosthodont.* 2016; 8: 1-8.

Moffa J P, et al. An evaluation of nonprecious alloys for use with porcelain veneers. Part I. Physical properties. *J. Prosthet. Dent.* 1973; 30(4): 424-31.

Näpänkangas R, Raustia A. Twenty-Year follow-up of metal-ceramic single crowns: A retrospective study. *Int. J Prosthodont.* 2008; 21: 307-11.

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

Pagnano V O, et al. Effect of casting atmosphere on the shear bond strength of a ceramic to Ni-Cr and Ni-Cr-Be alloys. *Braz Dent J.* 2009; 20(2): 138-42.

Patel K A, Somil M, Snehal U. A comparative evaluation of bond strength of feldspathic porcelain to nickel chromium alloy, when subjected to various surface treatments: An in vitro study. *J Indian Prosthodont Soc.* 2015; 15(1): 53 -7.

Prado R A, et al. Shear bond strength of dental porcelains to nickel-chromium alloys. *Braz Dent J.* 2005; 16(3):202-6.

Rathi S, et al. Oxidation heat treatment affecting metal-ceramic bonding. *Indian J Dent Res.* 2011; 22(6): 877-8.

Ren X W, et al. Effects of multiple firings on metal-ceramic bond strength of Co-Cr alloy fabricated by selective laser melting. *J Prosthet Dent.* 2016; 115(1): 109-14.

Reyes M J, et al. Titanium-porcelain system. Part III: effects of surface modification on bond strengths. *Biomed Mater Eng.* 2001; 11(2): 117-36.

Ribeiro j G R, et al. Resistência de união de uma porcelana a uma liga de NiCr jateada com três diferentes tamanhos de partículas de óxido de alumínio. *Rev. Odontol. UNESP.* 2007; 36(3): 209-15.

Şafak K, et al. Evaluation of shear bond strength of repair acrylic resin to Co-Cr alloy. *J Adv Prosthodont.* 2014;6(4):272–7.

Sced I R, McLean J W. The strength of metal-ceramic bonds with base metals containing chromium. A preliminary report. *Br Dent J.* 1972;132(6): 232-4.

Sipahi C, Ozcan M. Interfacial shear bond strength between different base metal alloys and five low fusing feldspathic ceramic systems. *Dent Mater J*,2012; 31(3): 333-7.

Ting S, et al. Influence of a tungsten metal conditioner on the adhesion and residual stress of porcelain bonded to cobalt-chromium alloy. *J Prosthet Dent*. 2014; 112(3): 584-90.

Uusalo E K, Lassila V P, Yli-Urpo A U. Bonding of dental porcelain to ceramic-metal alloys. *J Prosthet Dent*. 1987; 57(1): 26-9.

Wang h, et al. Evaluation of metal-ceramic bond characteristics of three dental Co-Cr alloys prepared with different fabrication techniques. *J Prosthet Dent*. 2016 Dec; 116(6): 916-23.

Wataha J C. Alloys for prosthodontic restorations. *J Prosthet Dent*. 2002; 87(4): 351-63.

Wataha J C, Messer R L. Casting alloys. *Dent Clin North Am*. 2004; 48(2): 499-512.

Apêndice

APÊNDICE A - Resultados do ensaio de RUMC por flexão de três pontos (MPa).

Ligas Metálicas	Tratamentos					
	Controle	Ácido 10min	Ácido 20 min	Ácido 30min		
Keragen	64,98	54,53	44,59	70,69	Média = D.P. =	59,15 12,30
	49,35	35,60	46,26	47,70		
	42,23	59,25	66,76	65,28		
	65,46	64,85	66,67	62,72		
	57,25	64,68	74,66	79,15		
	42,28	47,19	56,77	56,38		
	51,82	56,32	42,01	94,14		
	51,82	58,87	75,84	63,99		
	49,06	58,06	77,69	66,75		
	43,90	55,48	74,19	60,72		
Média	51,81	55,48	62,54	66,75		
D.P.	8,48	8,63	14,00	12,70		
Remanium 2001	44,68	65,95	63,39	59,80	Média = D.P. =	58,91 15,28
	48,59	37,90	58,70	47,63		
	43,20	53,15	58,08	61,09		
	93,86	55,95	55,88	44,12		
	14,15	75,39	48,75	47,54		
	68,64	71,36	53,81	77,30		
	62,65	78,34	65,67	56,41		
	63,53	76,30	57,76	79,67		
	48,65	99,35	57,76	56,04		
	46,41	55,72	57,85	45,64		
Média	53,43	66,94	57,76	57,52		
D.P.	20,74	17,12	4,66	12,56		
StarLoy C	48,72	56,76	56,76	66,26	Média = D.P. =	53,88 9,28
	66,50	51,52	51,52	62,60		
	48,74	51,03	51,03	65,66		
	43,63	51,03	51,03	74,31		
	39,47	55,52	55,52	47,50		
	52,97	51,03	51,03	74,49		
	56,29	46,01	46,01	63,73		
	61,68	42,70	42,70	47,81		
	50,63	40,86	40,86	54,29		
	37,70	63,83	63,83	47,64		
Média	50,63	51,03	51,03	60,43		
D.P.	9,18	6,79	6,79	10,51		
Média =	51,96	57,82	57,91	61,57		
D. P. =	13,54	13,22	10,08	12,19		

D.P. – Desvio Padrão

APÊNDICE B - Resultados do teste de Shapiro-Wilk.

	Grupos	Shapiro-Wilk		
		Estatística	df	p
RUMC	G1	0,896	10	0,196
	G10	0,954	10	0,718
	G11	0,952	10	0,697
	G12	0,884	10	0,144
	G2	0,862	10	0,080
	G3	0,860	10	0,077
	G4	0,933	10	0,482
	G5	0,934	10	0,487
	G6	0,968	10	0,873
	G7	0,933	10	0,475
	G8	0,873	10	0,108
	G9	0,970	10	0,891

Apêndice C: Resultados do teste de Bonferroni.

Tratamento (I)	Tempo (J)	Diferença média (I-J)	Erro padrão	p ^b	Intervalo de confiança 95% para a diferença ^b	
					Limite inferior	Limite superior
Controle	10 min	-5,857	3,084	0,361	-14,146	2,433
	20 min	-5,949	3,084	0,338	-14,239	2,340
	30 min	-9,608*	3,084	0,014*	-17,897	-1,319
10 min	20 min	-0,093	3,084	1,000	-8,382	8,197
	30 min	-3,751	3,084	1,000	-12,041	4,538
	Controle	5,857	3,084	0,361	-2,433	14,146
20 min	10 min	0,093	3,084	1,000	-8,197	8,382
	30 min	-3,659	3,084	1,000	-11,948	4,631
	Controle	5,949	3,084	0,338	-2,340	14,239
30 min	10 min	3,751	3,084	1,000	-4,538	12,041
	20 min	3,659	3,084	1,000	-4,631	11,948
	Controle	9,608*	3,084	0,014*	1,319	17,897

Baseado em médias marginais estimadas. * A diferença média é significativa no nível 0,05;

b. Ajuste para comparações múltiplas: Bonferroni