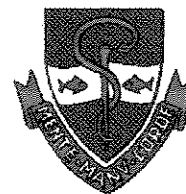




UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



UNICAMP

BIBLIOTECA CENTRAL

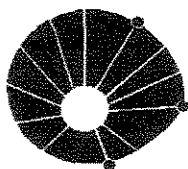
SEÇÃO CIRCULANTE

RAFAEL SCHNEIDER
CIRURGIÃO - DENTISTA

Resistência de união de resinas compostas de dupla ativação ao Titânio c.p.

Dissertação apresentada à
Faculdade de Odontologia de
Piracicaba da Universidade
Estadual de Campinas, para a
obtenção do título de Mestre em
Materiais Dentários

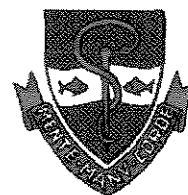
PIRACICABA
2001



UNICAMP

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



RAFAEL SCHNEIDER
CIRURGIÃO - DENTISTA

Resistência de união de resinas compostas de dupla ativação ao Titânio c.p.

Este exemplar foi devidamente corrigido,
de acordo com a Resolução CCPG-036/83

CPG. 21/03/01


Assinatura do Orientador

Dissertação apresentada à
Faculdade de Odontologia de
Piracicaba da Universidade
Estadual de Campinas, para a
obtenção do título de Mestre em
Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Mario Fernando de Goes

PIRACICABA
2001

Ficha Catalográfica

Sch58r Schneider, Rafael.
Resistência de união de resinas compostas de dupla ativação
ao titânio c.p. / Rafael Schneider. –
Piracicaba, SP : [s.n.], 2001.
x, 90p. : il.

Orientador : Prof. Dr. Mario Fernando de Goes.
Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Adesão. 2. Odontologia. 3. Materiais dentários. I. Goes,
Mario Fernando de. II. Universidade Estadual de Campinas.
Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marilene Girello CRB/8-6159, da
Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP.



FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de MESTRADO, em sessão pública realizada em 09 de Fevereiro de 2001, considerou o candidato RAFAEL SCHINEIDER aprovado.

1. Prof. Dr. MARIO FERNANDO DE GOES

A handwritten signature in black ink, appearing to read "M. de Goes", written over a horizontal line.

2. Prof. Dr. MARCO ANTONIO BOTTINO

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Bottino", written over a horizontal line.

3. Prof. Dr. LUIS ROBERTO MARCONDES MARTINS

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over a horizontal line.

Dedico este trabalho:

Aos meus pais **RENÊ e ELENA** pelo amor, carinho e dedicação a mim e às minhas irmãs, durante todos os momentos.

À minha noiva e futura esposa **FABIANA** por seu amor, paciência e perseverança ao suportar a distância e a ausência, pelos conselhos e apoio dados nos momentos difíceis e principalmente pelo exemplo de dedicação, inteligência e capacidade profissional.

Às minhas irmãs **FABIANA e LETICIA** pela compreensão, paciência e atenção dadas na convivência familiar.

A **DEUS** por todas as coisas.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao Professor Doutor **MARIO FERNANDO DE GOES**, Titular da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba-UNICAMP, pela atenção, paciência e orientação dispensadas a mim durante a realização deste trabalho e pelo exemplo como pessoa, profissional e pesquisador.

Meus sinceros agradecimentos.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Aos Professores Doutores **JOÃO FELIPE MOTA PACHECO**, Adjunto da disciplina de Materiais Dentários das Faculdades de Odontologia da UFRGS e da PUCRS, e **ÉWERTON NOCCHI CONCEIÇÃO**, Adjunto da disciplina de Dentística Restauradora da Faculdade de Odontologia – UFRGS, pelo estímulo e apoio para a realização do curso de mestrado.

Ao Professor Doutor **MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETTI**, Adjunto da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pela amizade, pelos conhecimentos transmitidos e pelo auxílio na realização da análise estatística dos resultados.

Ao Professor Livre-Docente **GUILHERME PESSANHA HENRIQUES**, da Área de Prótese Dental da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, pelo empréstimo do laboratório de Prótese e seus equipamentos e pela orientação na realização das fundições.

Meus sinceros agradecimentos.

AGRADECIMENTOS

À Direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, na pessoa de seu Diretor Professor Doutor **ANTÔNIO WILSSON SALLUM** e do Diretor Associado Professor Doutor **FRAB NORBERTO BOSCOLO**.

Aos Professores Doutores, **SIMONIDES CONSANI**, Titular da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP e **LOURENÇO CORRER SOBRINHO**, Adjunto da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP pelos conhecimentos e atenção dados durante o curso de mestrado.

Ao colega **RICARDO ALEXANDRE ZAVANELLI**, pelo coleguismo e pelo auxílio na confecção dos corpos-de-prova e nos procedimentos de fundição.

Ao técnico Especializado da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba-UNICAMP, Engenheiro **MARCOS BLANCO CANGIANI** pelo auxílio na realização dos ensaios mecânicos e pela confecção das matrizes utilizadas neste trabalho.

A Senhora **SELMA A. B. SEGALLIA**, funcionária do laboratório da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba-UNICAMP, pelo auxílio nas atividades de laboratório.

Aos Professores Doutores **ELLIOT W. KITAJIMA** e **BRENO LEITE** do NAP-ESALQ pela transmissão de conhecimentos e permissão de utilização dos equipamentos de microscopia eletrônica de varredura.

Ao **CONSELHO NACIONAL DE DESENVOLVIMENTO CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO - CNPq** pelo auxílio financeiro, sem o qual seria impossível a realização deste trabalho.

Aos colegas de curso, amigos e “segunda família” **ALESSANDRA, ALYSSON, ANA MARIA, ANDRESA, GILBERTO, JOHNSON, JULIE, MÁRCIA, MARCOS** e **PAULO** pela amizade e companheirismo em todos os momentos.

A todos não citados que, de algum modo, contribuíram para a realização deste estudo.

Todos os meus agradecimentos.

SUMÁRIO

RESUMO	01
ABSTRACT	03
1. INTRODUÇÃO.....	05
2. REVISÃO DA LITERATURA	10
3. PROPOSIÇÃO.....	48
4. MATERIAIS E MÉTODO	49
4.1. Materiais	49
4.2. Método	52
4.2.1. Confecção das amostras	52
4.2.2. Preparação da superfície do Titânio para os procedimentos de fixação	56
4.2.3. Procedimentos de fixação dos discos de Titânio	57
4.2.4. Ensaio de tração	61
4.2.5. Análise do tipo de fratura	62
5. RESULTADOS	64
5.1 Ensaio de resistência à tração	64
5.2 Tipo de fratura dos corpos-de-prova após o ensaio de tração	66
6. DISCUSSÃO	71
7. CONCLUSÃO	76
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	77
APÊNDICE	87

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência à tração de discos de Titânio comercialmente puro unidos às resinas compostas de ativação química e física para fixação Panavia Fluoro Cement e Rely X ARC. Para a realização do experimento, 120 discos de Titânio foram fundidos, embutidos em tubos de PVC com resina acrílica autopolimerizável, planificados e polidos com lixas d'água de granulações 320, 400 e 600. Uma área circular central com 4mm de diâmetro da superfície dos discos de Titânio foi submetida ao jateamento com óxido de Alumínio (50 μm) e os discos limpos em água sob ultra-som por 10 minutos. Os espécimes foram divididos em 4 Grupos de 30 cada. Nos Grupos 1 e 3 os discos foram unidos aos 10 minutos após o jateamento e os Grupos 2 e 4 vinte e quatro horas após o jateamento. Nos Grupos 1 e 2 os discos de Titânio foram unidos com a resina composta Panavia Fluoro Cement, e os Grupos 3 e 4 com a resina composta Rely X ARC. Após armazenagem em água destilada a 37 °C por 24 horas, os corpos-de-prova foram submetidos a ensaio de tração axial em máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/min. Os valores obtidos foram submetidos à análise de variância em nível de significância de 5%. As médias e os desvios padrões dos valores obtidos em MPa foram : Grupo 1: 13,96 (3,60); Grupo 2: 14,76 (7,71); Grupo 3: 13,90 (6,08) e Grupo 4: 18,27 (7,34). Não houve diferença estatística significativa entre os grupos testados. A superfície dos corpos-de-prova fraturados foi observada em lupa estereoscópica com aumento de 60 vezes (60X) para a determinação do tipo de fratura provocada pelo ensaio de tração. Um corpo-de-prova de cada Grupo foi selecionado para observação em microscópio eletrônico

de varredura. Ocorreu a combinação de falha adesiva entre resina composta e Titânio e coesiva da resina composta para fixação em todos os corpos-de-prova. Porém, nos Grupos 1 e 2 a falha predominante foi coesiva na resina composta para fixação Panavia Fluoro Cement e nos Grupos 3 e 4 a falha predominante foi adesiva entre a resina composta para fixação Rely X ARC e o Titânio.

Palavras-Chave: Titânio
Adesão
Resina Composta
Odontologia
Tração – Materiais Dentários

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the tensile bond strength of commercially pure Titanium bonded to the luting composite resins Panavia Fluoro Cement and Rely X ARC. One hundred twenty Titanium discs were casted and embedded in PVC tubes with cold-cured acrylic resin. The edges of the Titanium discs containing tubes were cut and the Titanium discs were grounded on 320, 400 and 600 silicon carbide papers. Then, a 4mm diameter circular area was sandblasted (50 μ m Aluminum oxide) and the specimens were ultrasonic cleaned for 10 minutes. The specimens were divided in four Groups with 30 specimens each. In the Groups 1 and 3 the discs were bonded in pairs at ten minutes and in the Groups 2 and 4 twenty-four hours after the sandblasting. The specimens of the Groups 1 and 2 were bonded with Panavia Fluoro Cement and the Groups 3 and 4 with the Rely X ARC. After the twenty-four hours storage in 37 °C water, the bonded paired discs were submitted to the tensile test in a 0,5 mm/minute crosshead speed Instron Universal Machine. The tensile strength values were submitted to the analysis of variance ($p=0,05$). The means and standard deviations were: Group 1 - 13,96 (3,6); Group 2 - 14,76 (7,71); Group 3 - 13,90 (6,08); Group 4 : 18, 27 (7,34). The higher tensile strength value was reached in the Group 4 and the smaller in the Group 3, but there was not statistically significant difference among the all Groups. The surface of the fractured specimens was observed in a 60 x stereoscopic loupe to determinate the fracture shape. One specimen of each Group was selected to observation in scanning electronic microscopy. The fracture shape in the all Groups was a mixture of cohesive in the composite resin and adhesive

failures. However, the predominant failure in the Groups 1 and 2 was cohesive in the composite resin and in the Groups 3 and 4 the predominant failure was adhesive between the composite resin and Titanium.

Keywords: Titanium
Adhesion
Composite Resin
Dentistry
Tensile Test – Dental Materials

1-INTRODUÇÃO

A busca de materiais odontológicos com melhores propriedades físico-mecânicas e que sejam viáveis economicamente tem sido o principal objetivo da odontologia restauradora. Com frequência, materiais desenvolvidos e usados na indústria das áreas de polímeros ou de metais são adaptados para serem empregados na área odontológica. O Titânio é um exemplo claro deste processo. Utilizado largamente na indústria espacial e aeronáutica desde a década de 40, começou a ser pesquisado e empregado nas ciências médicas a partir da década de 50 por suas notáveis propriedades mecânicas, resistência à corrosão, biocompatibilidade, baixa densidade e baixo custo (TAIRA *et al.*, 1989; LAUTENSCHLAGER & MONAGHAN, 1993; KING *et al.*, 1994; BERG *et al.*, 1996; BERG, 1997; WAKABAYSHI & MINORU, 1997; CANAY *et al.*, 1998; TAYLOR *et al.*, 1998; YILMAZ & DINÇER, 1999).

Um marco científico relacionado ao uso do Titânio na medicina e odontologia foi o trabalho desenvolvido por BRANEMARK *et al.* (1969), na Suécia. Este médico ortopedista e seus colaboradores, ao realizarem estudos de micro-circulação óssea, usando câmeras confeccionadas estruturalmente com titânio e inseridas em lojas ósseas de cobaias vivas, notaram que não era possível remover a estrutura metálica sem cortar o tecido ósseo adjacente ao Titânio. O fenômeno foi denominado osseointegração e provocou o desenvolvimento de sistemas para implantes odontológicos endósseos de Titânio (WORTHINGTON *et al.*, 1995). A publicação internacional de trabalhos que atestavam a

osseointegração, biocompatibilidade e o sucesso clínico destes sistemas fez do Titânio o material de eleição para implantes e peças cirúrgicas aplicadas em contato direto com tecidos humanos vivos (ADELL *et al.*, 1981).

A comprovação clínica de suas propriedades mecânicas, químicas e biológicas e ainda, seu baixo custo, resultaram na utilização do Titânio também como material restaurador indireto, surgindo como opção às ligas de metais nobres e às de metais não nobres. Assim, o Titânio passou a ser indicado para estruturas de próteses parciais removíveis (WATERSTRAT *et al.*, 1978; BLACKMAN *et al.*, 1991; KONONEN *et al.*, 1995), estrutura para coroas totais, próteses fixas com múltiplas unidades e próteses adesivas (WATANABE *et al.*, 1988; ANDERSON *et al.*, 1989; TAIRA *et al.*, 1989; BERGMAN *et al.*, 1990; BESSING & BERGMAN, 1992; GIVAN *et al.*, 1995), pinos intracanal (MILLER *et al.*, 1998) e bases para prótese totais (TAIRA *et al.*, 1997).

Desse modo, as propriedades físicas, químicas e biológicas do Titânio, bem como o sucesso clínico como material para estrutura de próteses fixas, estão amplamente fundamentados. Contudo, a relação do Titânio e das outras ligas odontológicas alternativas com os materiais de fixação tem sido estabelecida com base nos conceitos preconizados para o cimento de fosfato de zinco, considerando apenas a união por retenção mecânica, ignorando a possibilidade de estabelecimento de adesão química entre os materiais de fixação e o metal de subestrutura da restauração.

ROCHETTE, em 1973, na tentativa de promover união química do material de fixação com uma liga metálica (Ouro tipo IV), utilizou a resina composta “Sevriton” e a aplicação prévia de um agente de silanização para unir uma estrutura metálica a dentes anteriores inferiores de um paciente, obtendo resultados satisfatórios. Outros métodos para aumentar a união da resina composta com o metal foram descritos posteriormente, como o ataque eletrolítico da estrutura metálica (LIVADITIS & THOMPSON, 1982; TANAKA, 1986) a criação de micro-retenções (CAEG *et al.*, 1990; ISIDOR *et al.*, 1991) e o jateamento com óxido de Alumínio tanto para metais básicos como para metais nobres (AQUILINO *et al.*, 1991; ISIDOR *et al.*, 1991; KERN & THOMPSON, 1994; BREEDING & DIXON, 1996).

Com o objetivo de obter uma união mais eficaz com as estruturas metálicas de restaurações indiretas, FERRARI *et al.* (1987) começaram a avaliar o uso de monômeros resinosos ácidos, como o 10-Metacriloiloxidecil di-Hidrogênio Fosfato (MDP) e 4-Metacriloiloxietil trimelitato anidrido (4-META), dentre outros, para a promoção de união química entre as resinas a base de Polimetil Metacrilato (PMMA) e metais básicos. Seguindo esta linha de pensamento, MATSUMURA *et al.* (1990) utilizaram uma resina composta a base de Metil Metacrilato (MMA) contendo o monômero 4-META sobre a superfície do Titânio e relataram o estabelecimento de efetividade na união entre os materiais. ATTA *et al.* (1990), DIXON *et al.* (1994), TAIRA & IMAI (1995), TAIRA *et al.* (1995 e 1997), MAY *et alii* (1997), MUDFORD *et alii* (1997), OHNO *et al.* (1998) e WATANABE *et al.*

(1999) também demonstraram que monômeros resinosos derivados do ácido carboxílico (4-META) ou fosfórico (10-MDP), de titanatos ou ainda silanos são capazes de se unir fortemente à camada superficial de óxidos do Titânio comercialmente puro. Em complemento a isto, OHNO *et al.* (1998), descreveram o mecanismo de Bolger, pelo qual se estabeleceria a união química destes monômeros com a camada superficial de óxidos formada nos metais. Segundo os autores, ocorreria uma interação eletrostática entre ácidos ou bases dos polímeros e os grupamentos hidroxila da camada superficial de óxidos do metal, tendo como base os valores do ponto isoelétrico dos óxidos metálicos e a constante de dissociação ácida dos polímeros.

O Titânio possui alta reatividade com elementos como Oxigênio, Carbono, Hidrogênio e Nitrogênio, e isto conduz à rápida formação de uma camada de óxidos sobre a superfície do metal. Esta camada é formada em milésimos de segundo (10^{-9} segundo) e possui espessura de 50 a 100 ângstrons. Ela forma-se novamente após ser removida, apresentando firme aderência ao metal e estabilidade química (HANSSON, 1990; LAUTENSHLAGER & MONAGHAN, 1993; STRIETZEL *et al.*, 1998). Tais características da camada de óxidos proporcionam a união química estável com os monômeros resinosos ácidos (ADACHI *et al.*, 1990; BOENING *et al.*, 1992; CANAY *et al.*, 1998; FERENCZI *et al.*, 1998). Entretanto, a formação da camada de óxidos no Titânio é bastante variável. O tempo de exposição a altas temperaturas e a contaminantes ambientais influencia na aderência e na espessura desta camada. Assim, fatores como tempo de

armazenagem para a cimentação, tempo e temperatura de fundição são relevantes na união do Titânio com os agentes resinosos usados para fixação.

Por outro lado, o uso de cimentos resinosos fotoativados para fixação de restaurações indiretas confeccionadas em Titânio pode não ser possível em função do impedimento da passagem da luz visível para iniciar o processo de ativação. Além disso, cimentos resinosos ativados quimicamente apresentam baixa resistência de união, especialmente na primeira hora após o assentamento da restauração (BURROW *et al.*, 1996). Isto significa que a restauração não poderia estar sujeita a qualquer tipo de tensão antes desse tempo a fim de evitar seu deslocamento, o que resultaria em infiltração marginal e cáries recorrentes. Por esta razão, os cimentos resinosos de ativação dupla (química e física) deveriam ter a preferência do profissional ao selecionar um material para fixação de próteses metálicas.

Assim sendo, o propósito deste estudo foi determinar a resistência de união entre resinas para fixação de ativação dupla e a superfície do Titânio aos 10 minutos e 24 horas após o procedimento de remoção da camada de óxidos da superfície do Titânio para a fixação da restauração.

2- REVISÃO DA LITERATURA

BRANEMARK *et al.*, em 1969, em um trabalho que avaliou a eficácia de implantes osseointegrados na mandíbula de humanos, descreveram o fenômeno da osseointegração e sua casual descoberta através do sistema óptico utilizado para observação de tecidos vivos. Os autores perceberam, que ao colocarem o sistema dentro de lojas ósseas, ocorria, após alguns meses, a completa interação do tecido ósseo com a estrutura de Titânio do sistema de câmeras, tornando-se impossível a sua remoção sem o corte do tecido ósseo adjacente ao sistema. Encontraram, após a avaliação clínica, que ocorrera união efetiva dos implantes com o tecido ósseo, promovendo estabilidade e retenção aos mesmos.

ROCHETTE, em 1973, descreveu a utilização de um silano (Fusion) aplicado previamente na superfície de um *splint* de Ouro tipo IV para promover a união da resina composta Sevrison com esta superfície. O silano foi aplicado na superfície do Ouro e sobre ele a resina composta foi colocada. O *splint* foi posicionado na face lingual dos dentes anteriores inferiores de um paciente e a resina composta polimerizada. Clinicamente, o autor observou boa união da resina composta, com a utilização do silano, com o Ouro tipo IV.

Em 1978, WATERSTRAT *et al.* relataram a utilização de uma liga de Titânio, Cobre e Níquel para a confecção de estruturas metálicas para prótese total. Foi utilizada somente a expansão térmica do revestimento, sendo considerada desnecessária a expansão higroscópica. A liga foi fundida a temperatura de 2800 °F em atmosfera de Argônio. As estruturas foram acabas, polidas e suas superfícies analisadas. Os autores observaram que a superfície da liga metálica se apresentava lisa e com detalhes nítidos, sendo as estruturas das próteses adequadas para o uso clínico.

Em 1981, ADELL *et al.*, descreveram um sistema de implante dentário composto de parafusos de Titânio comercialmente puro que eram rosqueados em nichos intra-ósseos preparados com um sistema específico de brocas. Estes implantes foram aplicados em 371 pacientes no período de Julho de 1965 a Setembro de 1980, tendo seu desempenho avaliado pelos autores durante este período. Os autores descreveram que ocorreu união firme, íntima e duradoura entre o Titânio e o tecido ósseo e que 89% dos implantes na maxila e 91% na mandíbula continuavam estáveis após o período de 5 a 9 anos.

LIVADITIS & THOMPSON, em 1982, avaliaram o ataque eletrolítico como método de criação de retenções em uma liga de metal básico para a união com compósitos odontológicos. Discos de 1cm² de área da liga Biobond C&B foram fundidos. Os discos foram polidos, presos em eletrodos e as áreas expostas recobertas com cera. Uma corrente elétrica foi aplicada nos eletrodos contendo os discos em uma solução de ácido nítrico,

produzindo o desprendimento de partículas do metal o que resultou em uma superfície irregular e retentiva. Os autores acharam, após teste de resistência de união e análise em microscopia óptica e eletrônica de varredura, que este novo método foi eficaz para a promoção de uma superfície retentiva, resultando em união eficaz com as resinas compostas.

Em 1986, TANAKA *et al.* avaliaram a resistência à tração das ligas de Níquel-Cromo (Ni-Cr) Rexillum e SB-Bondalloy e das ligas de Cobalto – Cromo (Co-Cr) Biocast e Durallium JD submetidas a processos de oxidação e jateamento com óxido de Alumínio e unidas a uma resina composta a base de Metil Metacrilato (MMA) iniciada por tri-Butil Borano (TBB) contendo 4-META. Bastões de resina acrílica com 5 mm de diâmetro foram confeccionados e unidos à superfície das ligas testadas com a resina composta e, após termociclagem, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de tração. Os autores acharam que a resina composta contendo 4-META promoveu união eficaz com as ligas de Ni-Cr e Co-Cr avaliadas, pois este monômero se uniria fortemente à camada de óxidos presente na superfície das ligas. Porém, se esta camada de óxidos fosse aumentada em espessura pela excessiva oxidação do metal, a resistência de união diminuiria muito.

FERRARI *et al.*, em 1987, propuseram a utilização de um monômero resinoso derivado do ácido fosfórico em substituição ao condicionamento eletrolítico para a união de uma estrutura metálica de prótese fixa de Ni-Cr. Os autores utilizaram somente o

jateamento com óxido de Alumínio de 50 micrometros (μm) previamente a aplicação, no metal, do sistema da resina composta Panavia-Ex contendo o monômero ácido 10-MDP. Após união da estrutura metálica em 40 dentes humanos, armazenagem em água e termociclagem, os espécimes foram cortados longitudinalmente e observados em microscopia óptica e eletrônica de varredura. Os autores encontraram que a resina composta não se uniu adequadamente ao metal, apresentando zonas de falha e que a espessura de película da resina foi de 40 a 45 μm .

MATSUMURA *et al.*, em 1988, avaliaram a resistência à tração de uma resina composta a base de MMA/TBB, contendo 4-META, unida a uma liga de Co-Cr. Discos da liga metálica foram confeccionados, polidos com lixa 600 e jateados com óxido de Alumínio (50 μm). Uma fita adesiva com orifício central de cinco milímetros de diâmetro foi fixada na superfície jateada dos discos e estes foram unidos aos pares com a resina composta contendo 4-META. Um Grupo foi unido com uma resina composta sem 4-META para controle. Os valores de resistência de união à tração foram de $34,4 \pm 2$ Mega Pascal (MPa) para os espécimes unidos com a resina com 4-META e de 30,4 MPa para a resina sem 4-META. Os autores concluíram que a resina composta contendo 4-META produziu maiores valores de resistência à tração, pois este monômero promoveu união química com a liga de Co-Cr.

WATANABE *et al.*, em 1988, considerando que a fixação de próteses adesivas dependia de retenções mecânicas, produzidas na superfície do metal por ataque eletrolítico ou jateamento de óxido de Alumínio, e da união química entre óxidos metálicos da superfície do metal e o cimento adesivo, avaliaram a resistência à tração dos cimentos resinosos ABC, Panavia EX, SuperBond C&B, Ken Maryland Bridge Cement e Conclude unidos às ligas de Ouro tipo IV e de Ni-Cr. A superfície dos metais foi submetida ao jateamento com óxido de Alumínio (50µm), à eletrodeposição com Estanho ou ao ataque eletrolítico. Os maiores valores de resistência à tração foram obtidos com o cimento SuperBond C&B seguido do cimento Panavia Ex em todas as ligas utilizadas, independentemente do tratamento superficial. Para os autores, o bom desempenho destes cimentos foi devido à união dos monômeros resinosos ácidos 4-META (SuperBond C&B) e MDP (Panavia Ex) com a camada de óxidos formada na superfície da liga de Ni-Cr ou com o Estanho eletrodepositado na superfície do Ouro.

Em uma revisão de literatura das ligas de Titânio, TAIRA *et al.*, em 1989, destacaram as propriedades do Titânio comercialmente puro, como baixa densidade, adequada resistência mecânica, boa resistência à corrosão, excelente biocompatibilidade e custo razoável. Ainda relataram a alta reatividade do Titânio com o Oxigênio em temperaturas elevadas e o uso do metal em bases de dentadura e coroas fixas. Os autores avaliaram também as propriedades mecânicas, estrutura metalúrgica e resistência à corrosão do Titânio e as ligas de Titânio-Alumínio-Vanádio, Titânio-Vanádio, Titânio-Cobre e

Titânio-Paládio, e encontraram que as propriedades mecânicas do Titânio comercialmente puro são similares às das ligas de Ouro tipo IV.

ANDERSSON *et al.*, em 1989, avaliaram o desempenho clínico de 205 coroas com estrutura de Titânio confeccionadas através da eletroerosão e desgaste mecânico, instaladas há três anos em 149 pacientes. Os autores afirmaram que os procedimentos de fundição pela técnica da cera perdida eram de difícil execução com o Titânio, por isso a eletroerosão e o desgaste mecânico de bastões de Titânio seria o melhor processo para a confecção de casquetes. Os autores destacaram também a boa resistência à corrosão, biocompatibilidade, baixo custo e o grande sucesso clínico em implantes dentários, fatores estes que levaram a escolha do Titânio como material para a confecção das coroas.

Devido ao alto custo do Ouro, às excelentes propriedades físico-químicas e biológicas e ao sucesso clínico como material para implantes, o Titânio começou a ser usado como subestrutura para próteses fixas. Assim, BERGMAN *et al.*, em 1989, avaliaram, durante dois anos, o desempenho clínico de 205 coroas fixas de Titânio, as quais receberam o recobrimento com a resina composta Isosit, fixadas em 149 pacientes. As coroas foram fabricadas utilizando o método de recorte mecânico e eletroerosão. As coroas foram analisadas por operadores calibrados nos seguintes itens: superfície, cor, anatomia e

integridade marginal. Os autores destacaram que as coroas tiveram um bom desempenho em todos os itens, tendo adaptação marginal semelhante às coroas de liga de Ouro.

ADACHI *et al.*, em 1990, examinaram a aderência de óxidos e o comportamento de oxidação do Titânio comercialmente puro e da liga de Ti-Al-V. Cilindros do Titânio e da liga Ti-Al-V foram polidos com lixas de granulação 600 e metade destes submetidos à oxidação através da simulação do ciclo de queima da porcelana. Após estes procedimentos, um filme de 0,05 mm de uma resina termoativada foi utilizado para unir uma das extremidades planas dos cilindros em um disco de alumínio preso às extremidades de uma máquina de ensaio universal. A outra extremidade do cilindro foi aderida no disco de alumínio preso à outra extremidade da máquina de ensaio com um polímero a base de cianoacrilato e o cilindro submetido ao teste de tração. Os autores encontraram que a resistência à tração da camada de óxidos foi de $37,34 \pm 11,20$ MPa no Titânio puro somente polido com a lixa 600 e de $13,36 \pm 5,88$ MPa no Titânio submetido ao ciclo de queima da porcelana e consideraram, pelos valores de resistência de união, que é de grande magnitude a aderência da camada de óxidos na superfície do Titânio sem tratamento térmico.

Também em 1990, CAEG *et al.* avaliaram a resistência à tração das resinas compostas Comspan (Caulk), Conclude (3M) e Retain (Pentron) unidas às ligas de Ni-Cr-Be, Co-Cr e Paládio submetidas aos tratamentos superficiais: ataque eletroquímico, recobrimento com Sílica pirogênica e a combinação destes. Os espécimes recobertos com

silica tiveram os maiores valores médios de resistência de união e a análise do modo de fratura mostrou que estes espécimes tiveram falhas coesivas na resina composta. Os espécimes com o condicionamento eletrolítico tiveram falhas mistas (coesiva e adesiva). Relataram ainda que os valores mais baixos para estes corpos-de-prova deveram-se à ausência de interação molecular da resina composta com a superfície do metal, enquanto que nos espécimes recobertos com sílica houve a formação de ligações químicas entre o Silício e o Oxigênio.

HANSSON, em 1990, avaliou a resistência de união de um cimento resinoso (Comspan Opaque) em quatro diferentes tipos de metais: liga de alto conteúdo de Ouro para prótese metalocerâmica (Sjödings M-Guld), liga de alto conteúdo de Ouro tipo III (Aerofluid 2) , liga de Co-Cr (Wirobond) e Titânio comercialmente puro. Foram confeccionados discos de cada metal medindo 6mm de diâmetro, sendo em seguida jateados com óxido de Alumínio e divididos em dois Grupos. Após os procedimentos de preparo da superfície, um disco foi unido a outro com o cimento Comspan, seguido-se a realização da termociclagem e do teste de resistência à tração. Os valores mais altos de resistência de união foram obtidos com o Titânio e Wirobond e os valores menores para a liga Aurofluid 2 . As diferenças nos resultados, segundo o autor, poderiam ser explicadas pela formação da camada de óxidos na superfície de cada metal e sua interação com o agente de união resinoso. O tipo de óxido, sua aderência, espessura da camada e a natureza do agente

condicionador aplicado sobre o metal, influenciariam a resistência de união da resina composta com os materiais testados.

Em 1990, MATSUMURA *et al.* avaliaram a resistência de união entre *primers* a base de titanatos e uma resina composta opaca aplicados sobre discos de Titânio comercialmente puro (>99,9%). Discos de Titânio com 6mm e 10mm de diâmetro foram recortados, desgastados com lixas de granulação 600 e jateados com óxido de Alumínio. Após, foram recobertos com o *primer* a base de Isopropil di-Metacrilato Isoestearil Titanato a 2% e Metil – Metacrilato, sendo aplicado o agente de união (4-META MMA-TBB). Os discos foram unidos um ao outro. Como controle, foram produzidas amostras sem a aplicação do *primer* e o 4 -META. Os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37 °C por 24 horas e submetidos ao teste de cisalhamento. Os melhores resultados foram obtidos nos grupos onde se aplicou o agente de união resinoso a base de 4-META (43,2 MPa e 38,6 MPa). Os autores descreveram que monômeros resinosos a base de 4-META mostraram afinidade aos óxidos metálicos da superfície do Titânio, levando-o a se unir fortemente aos óxidos da superfície do metal. Os autores destacaram que uma forte união entre o Titânio e os materiais poliméricos para cimentação e recobrimento estético é necessária para se obter resultados clínicos satisfatórios.

ATTA *et al.*, em 1990, avaliaram a resistência de união à tração e ao cisalhamento da liga de Ni-Cr Microdent jateada com óxido de Alumínio e unida aos cimentos resinosos Panavia EX, SuperBond C&B e ABC. Cilindros com 7 mm de diâmetro da liga Microdent foram confeccionados e unidos aos pares com as resinas compostas sob pressão digital. Os excessos eram removidos com sonda exploradora, as resinas fotoativadas e, após armazenagem em água a 37° C por 24 horas, os corpos-de-prova submetidos ao ensaio de tração. A resina composta Panavia EX continha um monômero resinoso de éster fosfórico, o SuperBond C&B um monômero resinoso carboxílico e o ABC um monômero resinoso fosfatado. Tais monômeros tinham a função de promover a união química entre metal e cimento resinoso, através da camada superficial de óxidos do metal. Os maiores valores do teste à tração foram obtidos com o cimento Panavia (43,54 MPa), seguido do SuperBond C&B (25,56 MPa) e do ABC (24,89 MPa). Os autores relataram que os maiores valores para a resina composta Panavia EX seriam devidos à maior capacidade de escoamento do cimento e à afinidade do monômero éster fosfatado de estabelecer ligações químicas com a liga de Ni-Cr.

BARZILAY *et al.*, também em 1990, avaliaram a resistência ao cisalhamento de cinco cimentos resinosos, quatro contendo 4-META (Super Bond C&B, Cover Up I, Cover Up II e BII) e um contendo 10-MDP (Panavia), unidos às superfícies planas uniformes do amálgama de prata Tytin e à liga de Ni-Cr Litecast B. Os cimentos resinosos foram aplicados nas superfícies dos espécimes e cilindros das resinas compostas Silux e Durafill

foram fixadas na área de união para permitir a realização do teste de cisalhamento. Os espécimes foram submetidos à termociclagem previamente ao teste de cisalhamento. Os autores encontraram que o maior valor de resistência ao cisalhamento foi do cimento Panavia ($10,38 \pm 1,77$ MPa) seguido do Super Bond C&B ($9,76 \pm 3,31$ MPa) unidos à liga de Ni-Cr, sendo que os grupos não diferiram entre si pela análise de variância e teste de Scheffé em 5% de significância.

AQUILINO *et al.*, em 1991, determinaram o limite de fadiga e a resistência máxima à tração de quatro sistemas adesivos para próteses. Cento e sessenta cilindros medindo 6,7mm de diâmetro por 12mm de altura da liga de Ni-Cr-Be foram confeccionados e divididos em quatro Grupos. Em dois deles, a superfície do metal sofreu ataque eletrolítico, sendo estes unidos com uma resina a base de Bis-GMA (Comspan). Nos outros dois Grupos foram utilizadas as resinas compostas SuperBond e Panavia Opaque. Neste Grupos foram usados o *primer* para metal 4-META (SuperBond) e um Éster Fosfatado (Panavia) na superfície dos espécimes. Os cilindros foram unidos aos pares, um contra o outro, com as resinas compostas e dispositivo específico foi utilizado para padronizar a espessura de película em 20µm. Os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de tração e ao teste de limite de fadiga. Os maiores valores de resistência à tração foram obtidos com os espécimes unidos com a aplicação do Éster Fosfatado previamente à resina composta Panavia Opaque (51,3 MPa), não sendo estatisticamente diferente dos grupos do ataque

eletroquímico (44,0 e 44,3 MPa) e da resina SuperBond com o uso do 4-META (35,8 MPa).

BLACKMAN *et al.*, em 1991, avaliaram a estabilidade dimensional de estruturas de próteses parciais removíveis feitas em Titânio fundido. Os autores mediram 19 estruturas fundidas nos planos horizontal e vertical e encontraram que houve contração do arco transversal, expansão no plano vertical e uma mudança antero-posterior próxima da neutralidade. Com base nas observações, eles concluíram que as estruturas de Titânio apresentaram mudanças dimensionais dentro dos níveis aceitos para estruturas de próteses parciais removíveis de metais básicos, tendo assim propriedades aceitáveis para o uso clínico.

Em 1991, SMITH *et al.*, realizaram um estudo comparando o efeito da termociclagem (número de ciclos correspondente a 7 e 42 dias) e da imersão em água (7 e 42 dias) na resistência de união dos cimentos resinosos Panavia e Comspan unidos à liga de Ni-Cr (Microbond). A superfície de cilindros da liga de Ni-Cr foi jateada com óxido de Alumínio e submetida aos tratamentos: recobrimento com Sílica, ataque eletroquímico ou aplicação de monômero éster fosfatado (líquido do Panavia), e foram unidos aos pares com os cimentos supracitados. Os corpos-de-prova foram submetidos à termociclagem e ao armazenamento em água, sendo em seguida realizado o teste de cisalhamento. Os autores

encontraram que os espécimes unidos com Panavia e tratados com éster fosfatado, não mostraram decréscimo estatisticamente significativo entre o Grupo envelhecido por 7 dias ($11,4 \pm 3,0$ MPa) do Grupo envelhecido por 42 dias ($10,4 \pm 2,2$ MPa).

Em 1991, ABOUSH *et al.* avaliaram a efetividade de vários promovedores de união na adesão da resina composta Comspan a discos de Ni-Cr. A superfície de cilindros de Ni-Cr foi jateada com óxido de Alumínio 50 μ m e submetida aos tratamentos: 1) ataque eletrolítico, 2) aplicação do *primer* Gold Link (Den-Mat), 3) aplicação do *primer* ABC Primer (Vivadent), 4) aplicação do *primer* Scotchprime (3M), aplicação do agente de união dentinário Scotchbond dual-cure (3M) e o Grupo controle sem aplicação de substâncias. Botões em forma de tronco de cone foram confeccionados com a resina composta Comspan sobre a superfície do metal posteriormente à aplicação dos agentes superficiais. O teste de tração foi realizado e mostrou que a maior resistência à tração foi obtida com a utilização da substância Scotchbond dual-cure (30,9 MPa). Os autores revelaram que, após observação em lupa estereoscópica de 40X, os espécimes dos Grupos controle, Gold Link e Scotchprime tiveram falhas adesivas (na interface metal-resina) e os do Grupos Scotchbond e ataque eletrolítico falharam de maneira mista (adesiva/coesiva), ficando uma nítida camada de resina recobrindo mais da metade da área de união. Afirmaram também que ocorreria uma possível união entre os radicais silanóis do agente de silanização com a camada de óxidos dos metais.

Tendo em vista avaliar os vários tratamentos superficiais existentes para promover união entre cimento resinoso e ligas metálicas odontológicas, IMBERY *et al.*, em 1991, compararam a resistência à tração de uma liga de Ni-Cr (Rexillum III) e outra de Ouro (Olympia) submetidas a dois tipos de tratamento de superfície (recobrimento com sílica e jateamento com óxido de Alumínio 50 µm) e unidas aos cimentos resinosos Comspan, Panavia EX e C&B Metabond. Discos das ligas metálicas foram confeccionados e unidos aos pares com as resinas compostas. Após os procedimentos de união, os espécimes foram submetidos à termociclagem (500 ciclos) e em seguida ao teste de tração. As maiores médias de resistência à tração foram obtidas com a liga Olympia jateada e unida ao Panavia EX (16,47 MPa), seguida da liga Rexillum III jateada e unida ao C&B Metabond (12,91 MPa), da liga Olympia jateada e unida ao C&B Metabond (11,65 MPa) e da liga Rexillum III jateada e unida ao Panavia EX (11,20 MPa).

Em 1991, ISIDOR *et al.* afirmaram que, desde a introdução das prótese fixas no final da década de 70, vem-se estudando a união das resinas compostas com a estrutura metálica, principalmente de metais básicos, sendo a interface entre os dois materiais a parte mais crítica deste tipo de trabalho protético. Desta forma, os autores estudaram a capacidade dos processos de jateamento com óxido de Alumínio de 50 µm, impressão de cristais e condicionamento eletroquímico na criação de retenções na superfície de discos confeccionados com as ligas de Ni-Cr e Co-Cr unidos aos pares com a resina composta Panavia EX sob carga de 2 kg. Os espécimes foram submetidos à termociclagem, ao teste de

tração e analisados em lupa estereoscópica com aumento de 60 vezes após a fratura dos corpos-de-prova. Na liga de Co-Cr a maior média de resistência à tração foi obtida com o jateamento com óxido de Alumínio de 50 μm (37,2 MPa) e na liga de Ni-Cr com o condicionamento eletrolítico (33,3 MPa). Os espécimes que foram jateados e os que sofreram condicionamento eletrolítico apresentaram padrões de fratura coesiva em sua maioria, enquanto os espécimes com impressão de cristais apresentaram uma combinação de falha adesiva e coesiva na resina composta.

Devido ao crescente uso do Titânio na odontologia, possuindo características como biocompatibilidade, alta resistência à corrosão, baixa condutividade térmica e baixa densidade, BOENING *et al.*, em 1992, analisaram a adaptação marginal *in vitro* e *in vivo* de coroas de Titânio fundido antes e após o ciclo de queima de uma cerâmica. Também avaliaram a união da cerâmica com o Titânio através do teste de flexão de três pontos. Os resultados mostraram um pequeno aumento do espaço entre término do preparo e margem da coroa dos espécimes após o ciclo de queima da porcelana e no teste de flexão o Titânio apresentou desempenho adequado. Os autores relataram que a grande reatividade química do metal com outros elementos, a altas temperaturas, tornava o processo de fundição por meio da técnica da cera perdida muito difícil de ser realizado com este metal, requerendo equipamento de fundição específico.

BESSING & BERGMAN, em 1992, ressaltaram o aumento do uso do Titânio comercialmente puro como subestrutura para coroas e pontes, principalmente pelo desenvolvimento do sistema Procera, aliando o recorte mecânico com a erosão elétrica. Além disso, relataram que, apesar das fundições com Titânio terem sido introduzidas já há algum tempo na odontologia (1983), tornaram-se mais populares somente no final dos anos 80 devido aos avanços nos equipamentos para fundição para o Titânio e suas ligas. Apontaram problemas como o controle do ambiente de fundição com a presença de gás Argônio e ausência do Oxigênio para evitar a reação do metal liquefeito com o ambiente, com o revestimento e com o cadinho do equipamento de fundição.

KERN & THOMPSON, em 1993, avaliaram a resistência à tração do Titânio comercialmente puro unido às resinas compostas Twinlook (Kulzer), Panavia Ex (Kuraray) e Panavia TPN-S (Kuraray). Foram confeccionados cilindros de resina composta (Clearfil F2), que foram cimentados na superfície do metal polido com lixa 600 e jateados com óxido de Alumínio (110 μ m). Para o material Twinlook foram utilizados o recobrimento com sílica e a aplicação de silano, e com as resinas Panavia Ex e Panavia TPN-S somente o sistema de união do material. Os maiores valores de resistência à tração foram obtidos com cimento Twinlook nos Grupos com recobrimento de sílica ($53,7 \pm 9,8$ MPa) seguido do Panavia TPN-S ($46,1 \pm 7,7$ MPa) e do Panavia Ex ($44,0 \pm 6,4$ MPa).

LAUTENSCHLAGER & MONAGHAN, em 1993, fizeram uma revisão detalhada das principais propriedades do Titânio e suas ligas, destacando a alta resistência à corrosão, advinda da camada passivadora extremamente estável que se forma na superfície deste metal. Esta camada seria constituída por óxidos (TiO_2) fortemente unidos ao metal e se formaria rapidamente (10^{-9} segundo) após o metal ter sido cortado ou abrasado. Em apenas um segundo, esta camada possuiria a espessura de dois a cinco nanômetros, sendo muito aderente ao metal de substrato e impenetrável ao oxigênio, o que impediria o aumento de sua espessura. A natureza, estrutura e espessura da camada de óxidos seriam dependentes de fatores como recorte, rugosidade superficial, refrigerantes usados durante o corte e procedimentos de esterilização.

YOSHIDA *et al.*, em 1993, avaliaram a influência de *primers* adesivos na resistência ao cisalhamento de uma resina a base de MMA/TBB unida a cilindros das ligas de Co–Cr e Prata-Paládio–Cobre. Foram aplicados os monômeros resinosos ácidos 4-META (New Metacolor) e 10-MDP (Cesead Opaque Primer) na superfície dos metais, previamente à aplicação da resina de MMA/TBB. Em algumas amostras os *primers* não foram utilizados para que houvesse um Grupo controle. Os cilindros foram unidos aos pares com a resina composta. Os autores encontraram que os melhores resultados no teste de cisalhamento foram obtidos com a utilização do 10-MDP (44,0 MPa), seguido do 4-META (34,0 MPa) e do controle (26,0 MPa). Estes resultados, segundo os autores, seriam devidos

à união efetiva estabelecida entre os *primers* ácidos e a camada de óxidos de cromo e cobre dos metais.

Em 1994, KERN & THOMPSON avaliaram os efeitos do jateamento com óxido de Alumínio e técnicas de recobrimento na perda de volume, morfologia superficial e mudanças de composição do Titânio comercialmente puro. Foram utilizados discos de Titânio comercialmente puro grau 4 (American Society for Testing and Materials) polidos em lixas até a granulação 600. Cada amostra foi jateada por 14 segundos, com óxido de Alumínio (110 µm). Conteúdos de Alumina (de 27 a 39 %) foram encontrados incluídos na superfície de Titânio no exame de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) após o jateamento com óxido de Alumínio. A aplicação de ultra-som resultou em um decréscimo irrisório no conteúdo de Alumina, o que indicaria forte união desta substância ao Titânio. O jateamento com óxido de Alumínio resultou num aumento da rugosidade superficial dos espécimes, sendo vistas, por microscopia eletrônica de varredura, partículas de Alumina incluídas na superfície. Apesar disto, não foram criadas retenções microscópicas como o esperado, permanecendo partículas de Alumina na superfície. Os autores afirmaram que não seria conhecido a importância destas partículas no processo de união com sistemas adesivos poliméricos contendo monômeros ativos, os quais são aplicados diretamente na superfície jateada. Porém, poder-se-ia afirmar, pelo aspecto microscópico e pela inclusão das partículas de Alumina na superfície, que o jateamento com óxido de Alumínio contribuiu para a retenção mecânica dos sistemas de união resinosos com o Titânio. Os autores

afirmam que a limpeza com ultra-som após o jateamento com óxido de Alumínio é importante para remover as partículas de Alumina não aderidas na superfície, pois estas poderiam prejudicar a união efetiva dos sistemas adesivos poliméricos com o Titânio.

KING *et al.*, em 1994, comparam a dureza Knoop da superfície do Titânio recortado mecanicamente, do Titânio fundido e o perfil de dureza da superfície destes dois, de uma liga de Ouro-Paládio e de uma liga de Ni-Cr. Discos dos metais foram recortados ou fundidos e submetidos ou ao tratamento térmico comum, ou ao tratamento térmico estendido ou sem tratamento térmico. Os resultados demonstraram uma dureza superficial maior do Titânio fundido, sendo que no perfil a dureza iria diminuindo da superfície para o interior do metal. Os autores destacaram as propriedades físicas e químicas do Titânio, como biocompatibilidade, baixa densidade e baixo custo, sendo considerado um metal com propriedades semelhantes às dos metais nobres, além de suportar bem as cargas oclusais e ter excelente integridade marginal. Porém, ressaltaram a dificuldade de fundição do Titânio devida a sua alta temperatura de fusão e alta reatividade com outros elementos, o que resultaria na necessidade do controle da atmosfera de fundição com o uso de um gás inerte (Argônio ou Hélio) e no uso de revestimentos específicos e de cadinhos de cobre.

Também em 1994, DIXON *et al.* avaliaram a resistência de união ao cisalhamento de uma liga de Ni-Cr (Rexillum) e uma de Ouro (Olympia) unidas à superfície

de esmalte de dentes humanos com as resinas compostas Panavia OP (Kuraray) e F21 (Shyrwan MFG). A superfície dos espécimes da liga Rexillum foi oxidada em forno de porcelana e jateada com óxido de Alumínio (50 µm). A liga Olympia ou foi somente oxidada em forno de porcelana ou jateada ou recoberta com Estanho. As resinas compostas foram aplicadas sobre a superfície dos espécimes metálicos conforme instruções do fabricante e estes cimentados sobre a superfície planificada de esmalte de incisivos humanos sob pressão digital por 5 minutos. No teste de cisalhamento, os maiores valores obtidos foram com a liga Rexillum unida com o Panavia OP (34,85 MPa). Os autores relataram que as fraturas ocorridas nos corpos-de-prova unidos com Panavia OP foram coesivas na resina composta.

Muitos casos de hipersensibilidade e toxicidade de algumas ligas metálicas odontológicas têm sido descritas na literatura. Sendo assim, KONONEN *et al.*, em 1995, fizeram a revisão de literatura e o relato de um caso clínico de pacientes portadores de próteses removíveis confeccionadas em Titânio. Segundo os autores, a utilização do Titânio em substituição aos outros metais odontológicos em próteses removíveis de pacientes que apresentam hipersensibilidade às ligas comumente usadas seria recomendada, uma vez que o material apresenta excelente biocompatibilidade, resistência à corrosão e propriedades mecânicas adequadas.

Em 1995, TAIRA *et al.* avaliaram a resistência de união ao cisalhamento de uma resina a base de Metil-Metacrilato, iniciada por tri-butil-borano, unida à superfície de discos

de Titânio comercialmente puro ($> 99\%$). Os discos foram polidos com lixas até a granulação 600 e jateados com partículas de óxido de Alumínio ($50\mu\text{m}$) a uma pressão de 0,5 MPa e distância de 5mm do bico do jateador em relação à superfície. Neste estudo, os autores descreveram o uso de monômeros condicionantes da superfície do metal a base de 10-MDP (Cesead Opaque Primer-Kuraray, Japão) ou a base de 4-META (SuperBond C&B-Sun Medical, Japão). Estes monômeros foram aplicados na superfície dos discos de Titânio previamente aos procedimentos de união. Os discos foram unidos um ao outro e submetidos ao teste de cisalhamento. Os melhores resultados foram obtidos nos espécimes em que foram aplicados o 4-META e o 10-MDP ($45,4 \pm 2,9$ MPa). Nas amostras em que não foram utilizados monômeros condicionantes, foram observados valores de resistência ao cisalhamento significativamente menores ($33,5 \pm 3,3$ MPa). Na análise de fratura, os autores encontraram falhas adesivas na interface resina composta-Titânio na maioria dos espécimes dos grupos onde não foram utilizados os monômeros condicionantes. Nos grupos onde foram aplicados o 10-MDP e 4-META os espécimes apresentaram um complexo de falhas coesivas dentro do material resinoso e falha adesiva na interface com o Titânio. Os autores relacionaram os altos valores de resistência ao cisalhamento à união da camada de óxidos, que recobre a superfície do Titânio, com os monômeros resinosos derivados do ácido fosfórico (MDP) ou carboxílico (4-META), formando, assim, uniões químicas entre o metal e o agente condicionante. Pelos resultados apresentados, os autores afirmaram que o 4-META e o 10-MDP produziram uma união satisfatória entre a resina composta a base de Metil-Metacrilato e o Titânio comercialmente puro.

Ainda em 1995, FUJISHIMA *et al.* realizaram um trabalho avaliando a resistência ao cisalhamento de sistemas de união para compósitos de recobrimento estético (Dentalcolor, New Metalcolor, Cesead e Thermoresin LC II) aplicados sobre a superfície de cilindros de Titânio cortados mecanicamente, polidos e jateados com óxido de Alumínio. Estes sistemas possuíam diferentes tipos de monômeros resinosos, sendo o MDP para o Cesead, 4-META para o New Metalcolor e Metacrilato Tiofosfórico para o Thermoresin LC II, os quais foram aplicados previamente às resinas compostas em uma área do metal delimitada por líquido adesivo com 70 µm de espessura. Cilindros plásticos foram posicionados sobre est área delimitada e preenchidos com os materiais de recobrimento estético testados. Após os procedimentos de união, os espécimes foram submetidos ao ensaio de cisalhamento. Os resultados revelaram que valores de resistência ao cisalhamento da ordem de 21,55 MPa para New Metalcolor; 19,02 MPa para Cesead e 13,96 MPa para Thermoresin LC II foram obtidos. Os autores destacaram que os monômeros a base de Metacrilato Tiofosfórico não se mostraram eficazes para promover a união entre o Titânio e a resina composta, ao contrário dos monômeros a base de MDP e 4-META, os quais produziram valores altos de resistência de união, denotando a formação de uniões fortes e duráveis com o Titânio comercialmente puro.

TAIRA & IMAI, em 1995, avaliaram o efeito de um condicionador de superfície contendo Metacrilato Tiofosfórico e metacrilatos fosfóricos na resistência de união à tração e sua durabilidade entre uma resina composta e a superfície de discos de quatro tipos de liga

metálica: Prata-Paládio, Ouro-Prata, Co-Cr e Titânio. Foram utilizados os seguintes monômeros resinosos: solução de Metacrilato Tiofosfórico 0,4% em Metil-Metacrilato, solução de 10-MDP 5% em Metil Metacrilato e soluções combinadas entre esses monômeros e acetona. Cilindros de resina acrílica foram cimentados com a resina composta em uma área central circular delimitada por uma fita adesiva de 50 µm de espessura. Os melhores resultados na média geral foram obtidos com o uso combinado de Metacrilato Tiofosfórico e os monômeros fosfatados ($24,5 \pm 4,2$ MPa) e no Titânio com o uso de solução de MDP a 5% em acetona ($22,1 \pm 1,7$ MPa). A maioria das falhas no Titânio, após o teste de tração, foi adesiva entre resina e metal para todos os tipos de condicionadores, com exceção ao MDP, com o qual a maioria das falhas foi mista ou coesiva no material de cimentação.

Também em 1995, SYVERUD & HERO estudaram o preenchimento dos moldes de diversos revestimentos aglutinados por fosfato monoamônia com diferentes permeabilidades aos gases de fundição. Coroas de Titânio foram fundidas nestes revestimentos e o efeito da permeabilidade nas fundições de Titânio foi avaliado por inspeção visual das coroas e exame em microscópio de suas margens. Os autores afirmaram que deficiências de fundição do Titânio são devidas à alta afinidade deste metal com elementos como Oxigênio, Hidrogênio e Nitrogênio, à permeabilidade e às reações do metal com o revestimento e concluíram que o preenchimento correto dos moldes é obtido quando um revestimento com alta permeabilidade aos gases é utilizado.

Em 1995, GIVAN *et al.* avaliaram o limite à fadiga e o modo de fratura de um cimento resinoso a base de 4-META unido às ligas de Ni-Cr, Ni-Cr-Be e Co-Cr. A superfície dos espécimes confeccionada com as ligas metálicas foi jateada com óxido de Alumínio (50 μm), os espécimes cimentados ao esmalte de dentes bovinos com a resina a base de 4-META C&B Metabond sob carga de 2 kgf e submetidos ao teste de limite de fadiga à tração. Os melhores resultados do teste de limite à fadiga foram obtidos com a liga de Ni-Cr-Be e, após análise em microscopia eletrônica de varredura, o modo de fratura observado foi do tipo misto. Os autores relataram que a união de cimentos resinosos à estrutura metálica de próteses fixas pode ser melhorada pela aplicação de monômeros resinosos a base de éster fosfatado e 4-META. Esta união se daria por ligações químicas dos radicais fosfóricos e carboxílicos dos monômeros com os óxidos metálicos, estabelecendo ligações químicas estáveis.

WORTHINGTON *et al.*, também em 1995, relataram as descobertas do médico ortopedista Pir-Ingvard Branemark e colaboradores em experimentos de análise de micro-circulação sanguínea intra-óssea. Ao introduzirem câmeras ópticas dentro de lojas intra-ósseas em cobaias vivas, verificava-se que após alguns meses da instalação do equipamento, tornava-se impossível a retirada deste sem o corte da estrutura óssea adjacente. Havia uma grande aderência do tecido ósseo à estrutura externa, feita em Titânio, do equipamento óptico. Este fenômeno despertou a atenção destes pesquisadores, sendo denominado mais tarde como osseointegração.

WANG & FENTON, em 1996, realizaram uma revisão de literatura do Titânio, suas formas comerciais, propriedades físicas, reações com o ambiente, métodos de fundição e união com outros materiais. Os autores destacaram a baixa densidade do metal em relação a outros metais usados em odontologia, alta ductilidade e baixa condutividade térmica, sendo os aparelhos produzidos com o Titânio mais confortáveis e funcionais. Descreveram ainda a formação de uma camada superficial de óxidos estável, fina, tenaz, autoprotetora e bem aderida à superfície do metal, que se formaria novamente ao ser removida ou danificada, assim que o Titânio entrasse em contato com água ou Oxigênio.

BURROW *et al.*, em 1996, avaliaram a resistência de união imediata dos cimentos resinosos Panavia 21, SuperBond C&B e Bistite unidos à dentina de dentes bovinos. Os autores realizaram o teste de cisalhamento nos tempos de 10 minutos, 1 hora e 24 horas após a polimerização dos cimentos. Eles encontraram que os melhores resultados em 10 minutos foram obtidos com o cimento Bistite de ativação química e/ou física. Isto seria justificado, segundo os autores, pela lenta polimerização dos cimentos com ativação química (Panavia e SuperBond C&B). Estes apresentaram baixa resistência de união na primeira hora. Assim, os autores afirmaram que as melhores opções para fixação de próteses fixas seriam os cimentos de ativação dupla, pois a reação química asseguraria a completa ativação mesmo nos lugares aonde a luz visível não chegaria e pela maior resistência de união nas primeiras horas promovida pela ativação da luz.

BERG *et al.*, em 1996, avaliaram a dureza, resistência à tração e ductilidade de cilindros de Titânio comercialmente puro de vários diâmetros cortados no sistema Procera e de fundições de Titânio. Os autores destacaram a extrema reatividade do Titânio com outros elementos, como Oxigênio, Nitrogênio e Carbono, incluídos durante o processo de fundição e ressaltaram propriedades deste metal como a alta dureza superficial, resistência à flexão e ductibilidade. Os autores encontraram que o Titânio fundido foi significativamente mais duro e com maior resistência à tração e menos dúctil do que o Titânio cortado no sistema Procera.

BREEDING & DICKSON, em 1996, examinaram o efeito da remoção, por jateamento, da camada de óxidos da superfície na resistência ao cisalhamento de três diferentes ligas metálicas a um agente de cimentação resinoso aplicado sobre dentes humanos. Foram utilizadas uma liga a base de Ouro-Paládio (Olympia, Jelenko), uma a base de Paládio-Prata (Jelstar, Jelenko) e uma a base de Ni-Cr (Rexillum III, Jeneric Gold) e o agente de cimentação foi o cimento Panavia OP (Kuraray), sendo utilizado conforme orientações do fabricante. Os maiores valores de resistência ao cisalhamento foram obtidos utilizando-se a liga Rexillum III ($39,77 \pm 5,72$ MPa), seguido da liga Olympia ($17,36 \pm 2,77$ MPa) e da Jelstar ($16,02 \pm 4,55$ MPa). Os corpos-de-prova da liga metálica Rexillum III apresentaram padrões de falhas de união mistos em sua maior parte. Os autores afirmaram que o jateamento com óxido de Alumínio aumentaria a resistência de união dessas ligas

metálicas pelas retenções mecânicas e que a união da camada de óxidos com o agente de cimentação resinoso também colaboraria para este aumento.

MAY *et al.*, em 1997, considerando a união química entre 4-META e metais básicos, analisaram a resistência ao cisalhamento de uma resina a base de PMMA/4-META unida ao Titânio comercialmente puro. Quinze cilindros foram cortados mecanicamente a partir de um cilindro de Titânio comercialmente puro, jateados com óxido de Alumínio e divididos em dois Grupos: o controle (sem tratamento superficial) e o experimental, o qual recebeu o jateamento com óxido de Alumínio previamente à aplicação da resina. A área jateada dos cilindros de Ti foi unida à parte interna do orifício central de um disco de resina acrílica. Foram encontrados os valores médios de resistência ao cisalhamento de 12,2 MPa para o Grupo controle e de 45,1 MPa para o Grupo experimental. Os autores concluíram que a resina de PMMA/4-META estabeleceu a maior resistência ao cisalhamento quando a superfície do Titânio foi jateada.

BERG, em 1997, estudou a opinião dos dentistas em relação aos aspectos clínicos do uso de restaurações de Titânio fundidas. Questionários com diversas perguntas sobre o desempenho clínico das restaurações de Titânio foram mandados para 72 dentistas que realizavam restaurações indiretas com subestrutura em Titânio. Após a análise das respostas, o autor encontrou que o Titânio representava um boa alternativa às ligas

tradicionais, o seu desempenho clínico era satisfatório e que possuía baixo custo. O autor também comentou que as vantagens do Titânio, como seu baixo custo comparado aos materiais tradicionais, biocompatibilidade e baixa densidade, bem como a adaptação marginal, sendo esta tão boa quanto a de ligas tradicionais para fundição odontológicas, seriam responsáveis por uma maior popularização do uso do Titânio futuramente.

O aumento do uso do Titânio comercialmente puro e suas ligas como alternativa para as ligas odontológicas de metais básicos em suas diversas aplicações, tornou a obtenção de uma união efetiva do material de fixação com o Titânio fator imprescindível para o sucesso clínico de restaurações indiretas, fornecendo uma retenção durável e prevenindo a microinfiltração. Atualmente, os agentes de cimentação resinosos, aliados ao uso de monômeros resinosos multifuncionais (carboxilatos, silanos, fosfatos e titanatos), são considerados capazes de promover tal união com o Titânio e outros metais básicos. Assim, TAIRA *et al.*, em 1997, investigaram o efeito de cinco monômeros resinosos ácidos na resistência de união ao cisalhamento de discos de Titânio comercialmente puro unidos ao cimento resinoso All Bond C&B e a uma resina composta a base de PMMA-TBB. Os discos foram polidos até lixa granulação 600 e jateados com óxido de Alumínio (10 segundos). Foi colada uma fita adesiva (50 µm de espessura) com orifício central de 5 mm de diâmetro. A superfície exposta dos espécimes foi submetida aos procedimentos de união conforme orientações dos fabricantes e cilindros de resina composta foram unidos à esta superfície com as resinas compostas testadas. Os corpo-de-prova foram armazenados em água a 37° C

por 24 horas. Metade dos corpos-de-prova sofreram termociclagem (100.000 ciclos) e em seguida foi realizado o ensaio de cisalhamento. Os maiores valores de resistência ao cisalhamento foram obtidos nos grupos sem termociclagem. Os autores relataram que a camada de óxidos formada na superfície do Titânio aderiu-se fortemente a monômeros derivados dos ácidos Carboxílico e Fosfórico, através de seus radicais COOH e H_2PO_3 , respectivamente. Neste estudo, os autores concluíram que todos os monômeros utilizados produziram resistência de união ao cisalhamento aceitáveis.

Os monômeros resinosos a base de grupamentos fosfatados e carboxílicos, aplicados na superfície de ligas de metais básicos previamente aos agentes de união resinosos, produzem resistência de união maiores. Tendo isto em vista, YOSHIDA *et al.*, em 1997, avaliaram o efeito de quatro *primers* adesivos na resistência ao cisalhamento de uma resina composta autopolimerizável a base de Polimetil-Metacrilato unida a uma liga de Co-Cr. Os *primers* utilizados foram o Acryl Bond (Shofu), a base de ácido 4- Acriloiloxietil Trimelítico, o Cesead Opaque Primer (Kuraray), a base de 10- MDP, o Metal Primer II (GC), a base de derivados do Metacrililoxialquil Tiofosfato e o MR Bond (Tokuyama), a base de ácido 11-Metacrililoxil Undecano di-Carboxílico. Em um Grupo não foram aplicados os *primers* para servir de controle. Na superfície dos espécimes foi posicionada fita adesiva (50 μm) com orifício central de 5mm de diâmetro e em seguida aplicados os *primers*. Um cilindro de latão foi posicionado sobre o orifício da fita e preenchido com resina composta de PMMA/TBB. Após a polimerização da resina composta e ensaio de

cisalhamento, a maior média de resistência ao cisalhamento foi obtida com o MR Bond ($40,5 \pm 1,7$ MPa) e a menor com o Acryl Bond ($37,2 \pm 1,6$ MPa). Os autores afirmaram que a utilização dos *primers* neste estudo aumentou a resistência de união da resina à base de Polimetil Metacrilato unida à liga de Co-Cr, quando comparada ao grupo controle. Isto devido aos monômeros funcionais, presentes nestes *primers*, terem afinidade com a camada de óxido de cromo, criada durante a fundição da liga de Co-Cr.

Em 1997, WAKABAYASHI & MINORU, descreveram o procedimento técnico para a fabricação de próteses parciais removíveis com estrutura em Titânio fundido e avaliaram este tipo de prótese nos períodos de 6 meses a 3 anos. Adicionalmente, os autores destacaram como vantagens do Titânio para a odontologia a excelente biocompatibilidade, baixa densidade e um custo comparativamente baixo. Por outro lado, descreveram desvantagens como a necessidade do uso de um sistema especificamente desenvolvido para a fundição do metal devido à alta temperatura de fusão e alta reatividade química com o ambiente. Finalmente, relataram que, pelas observações clínicas, o método de fundição do Titânio seria confiável para a fabricação das subestruturas das próteses.

MUDFORD *et al.*, em 1997, analisaram a resistência de união à flexão entre discos de uma liga de Titânio- 6Alumínio- 4Vanádio e duas marcas comerciais de resina acrílica termoativada (Trevalon-Dentsply e Metadent-SunMedical), utilizando dois

tratamentos superficiais do metal: jateamento com óxido de Alumínio associado com a aplicação do *primer* (4-META) e jateamento com óxido de Alumínio associado ao recobrimento com Sílica (Silicoater-Kulzer). Cilindros plásticos foram posicionados sobre os discos e preenchidos com as resinas acrílicas. Após os procedimentos de polimerização da resina e teste de flexão os autores encontraram que os espécimes que foram jateados e recobertos com sílica tiveram os maiores valores de resistência de união. Ainda destacaram que o uso de retenções mecânicas e de agentes superficiais, como a Sílica e 4-META, aumenta os valores de resistência de união entre polímeros a base de PMMA e Titânio, bem como a durabilidade dessa união. Ressaltaram também a capacidade do 4-META de se unir quimicamente com a superfície oxidada de metais básicos e a grupos vinílicos das resinas a base de di-Metacrilatos, criando assim uma união efetiva entre metal e polímero.

Em 1998, STRIETZEL *et al.*, considerando que a corrosão é um parâmetro para determinar a biocompatibilidade de metais, avaliaram a resistência à corrosão, através de fotometrias, de espécimes de Titânio fundidos ou recortados imersos em diferentes soluções. Os autores acharam que o Titânio possui excelente resistência à corrosão devido à sua camada superficial de óxidos, pois esta camada agiria como uma proteção ao metal, formando-se muito rapidamente (10^{-9} segundo) e que, depois de formada, unir-se-ia firmemente ao metal e que dificilmente seria dissolvida, a não ser por íons fluoretos em meio ácido.

FERENCZI *et al.*, em 1998, avaliaram a estrutura e superfície de fundições de Titânio comercialmente puro através de espectroscopia fotoelétrica de Raios-X, difração de Raios-X e microscopia eletrônica de varredura. Os autores relataram que a espessura da camada de óxidos, formada naturalmente durante a fundição, está em torno de 50 a 100 ângstrons. Descrevem ainda a alta reatividade do Titânio com elementos da atmosfera, como Carbono, Hidrogênio, Nitrogênio e Oxigênio, quando fundido.

OHNO *et al.*, em 1998, tendo em vista a união efetiva do monômero resinoso 4-META com ligas de metais nobres associados com metais básicos, mediram a resistência de união à tração de uma resina a base de 4-META (SuperBond C & B) unida a discos de uma liga de Ouro-Paládio-Prata contendo Índio, Zinco e Estanho, bem como a durabilidade desta união em meio líquido. Cilindros de aço foram unidos com a resina composta Superbond C&B à superfície da liga metálica, sendo utilizada fita adesiva com orifício central de 5mm de diâmetro para delimitar área de união e a espessura de película da resina composta. Após a polimerização da resina composta foram realizados os procedimentos de imersão em meio líquido e o teste de tração. Os autores afirmaram que o 4-META desenvolveria união efetiva com metais básicos, como Cobre, Estanho, Índio e Zinco, através da união química com a camada de óxidos presente na superfície destes metais após a fundição. Também relataram que esta união estaria em função do tipo e da quantidade de óxido formada na superfície do metal, sendo a espessura da camada destes óxidos menor que 1 nanômetro. A união química do 4-META com as ligas de Ouro, contendo Índio, Zinco ou Estanho, se daria

através do mecanismo de Bolger, onde ocorreria uma interação eletrostática entre ácidos ou bases do polímeros e os grupamentos hidroxila da superfície do metal, tendo como base os valores do ponto isoeletrico dos óxidos metálicos e a constante de dissociação ácida dos polímeros. Os autores consideraram esta interação como sendo de natureza iônica e concluíram que o aumento na quantidade de metais básicos nas ligas de ouro produziu maiores valores de resistência à tração destes metais unidos à resina a base de 4-META.

Em um outro trabalho, também em 1998, OHNO *et al.*, analisaram a estrutura superficial de ligas de Ouro-Índio através de espectroscopia fotoeletrônica de Raios-X para determinar a relação entre capacidade de união com monômero 4-META e o padrão de superfície. Os autores afirmaram que a superfície dos metais, após fundição, é estabilizada pelo rearranjo atômico e pela absorção imediata de moléculas, como Oxigênio e vapor de água, dando início à formação de uma camada de óxidos e hidróxidos. O metal ficaria então recoberto por grupamentos OH^- ou uma camada de água na superfície unindo-se ao Oxigênio para formar óxidos. Os autores relataram ainda que uma monocamada de grupamentos OH^- seria absorvida pelos óxidos metálicos superficiais, e a estes grupamentos OH^- se uniria firmemente uma camada de água. Os autores concluíram que esta camada de água deve ser removida para que haja união efetiva do 4-META, através de seus grupamentos ácidos (carboxilatos), com os óxidos e hidróxidos da superfície do metal.

MILLER *et al.*, em 1998, avaliaram a resistência de união à tração de resinas compostas (SuperBond C&B, Panavia 21, Comspan e Enforce) unidas à superfície de uma liga de Titânio utilizada em pinos endodônticos. Os autores afirmaram que a união entre a resina e a liga de Titânio poderia falhar na interface entre metal e resina (falha adesiva) ou no próprio cimento (falha coesiva), e que a união entre os dois materiais seria influenciada pelo contato íntimo das superfícies. A condição da superfície seria um fator que alteraria este contato, dependendo do tipo de tratamento superficial utilizado (jateamento com óxido de Alumínio, abrasão a ar, condicionamento ácido ou recobrimento com Sílica). Ainda relatam que o uso de agentes de união ou *primers* a base de monômeros resinosos fosfatados (10-MDP) ou carboxílicos (4-META) melhorariam a resistência de união entre metal/resina composta. Os resultados mostraram que o valor obtido com a resina composta C&B utilizando *primer* a base de 4-META foi de $21,0 \pm 9,6$ MPa, com a resina composta Panavia 21 associada com o uso de *primer* a base de 10-MDP foi de $11,9 \pm 3,9$ MPa, com a resina Enforce sem utilização de *primer* foi de $10,4 \pm 2,4$ MPa e com utilização de *primer* a base de ácido penta-Acriloil di-penta-Ertritol fosfórico foi de $12,0 \pm 4,3$ MPa. Na maior parte dos corpos-de-prova, as falhas de união foram coesivas na resina composta. Os autores verificaram que o uso de *primers* a base de monômeros resinosos melhoraram a resistência à tração de resinas compostas unidas a uma liga de Titânio e afirmaram que a camada superficial de óxidos teria efeito positivo nesta união.

TAYLOR *et al.*, em 1998, ao compararem a resistência e propriedades da união obtidas no Titânio com solda de Tungstênio, afirmaram que a quantidade de Oxigênio intersticial aumenta durante a fusão do Titânio e suas ligas, devido a grande afinidade do metal por este elemento, formando uma camada de óxidos na superfície. A espessura desta camada dependeria da quantidade de Oxigênio disponível no ambiente e da temperatura utilizada para fusão do metal. Os autores ressaltaram propriedades do Titânio como biocompatibilidade, resistência à corrosão, baixa densidade, baixa condutividade térmica e propriedades mecânicas adequadas.

TAIRA *et al.*, em 1998, avaliaram a influência da camada superficial de óxidos na resistência ao cisalhamento de uma resina composta a base de Metil-Metacrilato e tri-Butil-Borano unida à superfície de Titânio comercialmente puro. Discos de Titânio foram fundidos e submetidos a diferentes tratamentos de superfície: 1- sem tratamento de superfície, 2- polimento com lixa granulação 600 e 3- polimento com lixa granulação 600 e jateamento com óxido de Alumínio 50 μm . Um condicionador superficial (*primer*) a base de 10-MDP foi aplicado na superfície do metal previamente à resina composta, sendo os discos unidos aos pares. Os autores relataram que o uso de condicionadores a base de monômeros com terminações fosfóricas ou carboxílicas, como o 10-MDP ou 4-META, formariam uniões com a camada superficial de óxidos presente no Titânio, aumentando a resistência de união de resinas compostas. Foram realizados grupos com Titânio recortado mecanicamente e sem a aplicação do condicionador como controle. Após teste de cisalhamento e análise

estatística, os resultados foram: Grupo 1 - $22,1 \pm 3,1$ MPa, Grupo 2 - $32,4 \pm 1,0$ MPa e Grupo 3 - $31,0 \pm 2,5$ MPa. A maior parte das falhas de união, após observação em microscópio óptico, foi do tipo mista. Os autores concluíram que a presença de grandes quantidades de oxigênio inibiria a união do 10-MDP com o Titânio pelo espessamento da camada de óxidos e que esta camada seria essencial para a união com o 10-MDP.

YILMAZ & DINÇER, em 1999, descreveram as desvantagens das ligas de metais básicos usadas na odontologia, tendo baixa biocompatibilidade, baixa resistência à corrosão e provocariam descoloração da porcelana. Por outro lado, o Titânio e suas ligas teriam vantagens como excelente biocompatibilidade, boa resistência à corrosão, baixo peso, baixa condutividade térmica e custo razoável. Porém, este metal teria alta reatividade com Oxigênio, Carbono, Hidrogênio e Nitrogênio em altas temperaturas, o que levaria à formação de uma camada superficial de óxidos. Os autores avaliaram a aderência desta camada de óxidos com o Titânio e encontraram que ela tem uma união da ordem de 39,1 MPa, o que foi considerada suficientemente forte para proporcionar união adequada de porcelanas ao Titânio.

CANAY *et al.*, em 1999, em um trabalho avaliando o desempenho clínico e resistência ao manchamento do Titânio, afirmaram que tratamentos superficiais melhorariam a resistência de união do Polimetil Metacrilato ao Titânio. Devido à alta reatividade com

elementos do ambiente, o Titânio teria excelente resistência à corrosão pela formação de uma camada superficial de óxidos (dióxido de Titânio) extremamente estável e que se formaria novamente, de maneira espontânea, se fosse removida mecanicamente da superfície do metal. Assim, próteses totais superiores para 10 pacientes foram confeccionadas em Titânio e avaliadas após 6 meses de uso. Foram observados o acúmulo de placa sobre a base das próteses e o comportamento eletroquímico do metal foi comparado a próteses de Titânio armazenadas fora do ambiente oral pelo mesmo período. Os autores encontraram que as próteses não usadas foram mais resistentes à corrosão do que as usadas pelos pacientes.

WATANABE *et al.*, em 1999, avaliaram a resistência ao cisalhamento de duas resinas compostas contendo os monômeros resinosos ácidos 10-MDP (Panavia 21) e 4-META (C&B Metabond), unidas à superfície de discos de Titânio comercialmente puro e da liga de Ti-6Al-4V. A superfície dos metais foi submetida a três tratamentos prévios à união: polimento com lixa 600, jateamento com óxido de Alumínio e a combinação destes dois tratamentos. Os corpos-de-prova foram unidos aos pares com a resina composta e submetidos ao teste de cisalhamento. Os resultados mostraram que as duas resinas compostas produziram valores médios de resistência ao cisalhamento de 31,0 MPa para o Panavia 21 e 28,9 MPa para o C&B Metabond. A maior parte dos corpos-de-prova unidos com o Panavia teve fratura do tipo adesiva entre metal e resina e os unidos com C&B Metabond tiveram falha mista (coesiva cimento/adesiva interface).

Com a intenção de comprovar a união química entre monômeros resinosos ácidos a base de carboxilatos, fosfatos ou silanos e os metais empregados em estrutura de próteses dentais, OHKUBO *et al.*, em 2000, avaliaram a resistência ao cisalhamento de uma resina de PMMA, usando cinco *primers* para metal, unida ao Titânio comercialmente puro, à liga de Titânio-Alumínio-Vanádio e à liga de Co-Cr. Discos de cada metal foram confeccionados, polidos com lixa 600 e submetidos ao jateamento com óxido de Alumínio. Os *primers* usados previamente à aplicação da resina de PMMA foram: Metal Primer (Metacriloiloxialquil Tiofosfato), Cesead Opaque Primer (10-MDP), Metal Base (4-META), Primer Experimental (10-epithiodecyl Metacrilato) e Siloc Bonding System (Metacriloxipropil Trimetoxisilano). Em um conjunto de discos não foi aplicado nenhum *primer*, sendo este considerado o Grupo controle. Após o teste de cisalhamento, os autores concluíram que todos os *primers* promoveram união efetiva entre a resina acrílica e os metais utilizados, sendo que para o Titânio comercialmente puro as médias de valores de resistência ao cisalhamento variaram de $21,3 \pm 2,0$ MPa para o Meta Base (4-META) até $28,1 \pm 2,0$ MPa para o Cesead Opaque Primer (10-MDP), o qual teve a maior média de resistência ao cisalhamento, mas somente se diferenciado estatisticamente do grupo do Meta Base e do Siloc Bonding System (24,6 MPa). Todos os grupos com utilização de *primer* tiveram valores médios de resistência ao cisalhamento estatisticamente maiores do que o grupo sem a utilização de *primer* (controle).

3 - PROPOSIÇÃO

Tendo em vista a evolução do Titânio como material restaurador indireto e a união efetiva das resinas compostas com metais não-nobres, através de monômeros resinosos ácidos, o objetivo deste estudo foi avaliar a resistência da união à tração de resinas compostas de ativação química e física ao Titânio comercialmente puro aos 10 minutos e 24 horas após a remoção da camada de óxidos para o procedimento de fixação. Adicionalmente, analisar os tipos de fratura ocorridos no teste de tração.

4 - MATERIAIS E MÉTODO

4.1 – MATERIAIS

Para a realização deste trabalho foram utilizadas duas resinas compostas indicadas para fixação de restaurações indiretas e de ativação dupla (química e física). Os lotes e fabricantes estão descritos na Tabela 1 e a composição está descrita na Tabela 2. Foi utilizado também o Titânio comercialmente puro grau 2, segundo a American Society for Testing and Materials (ASTM). A composição, propriedades e fabricante estão descritos na Tabela 3.

Tabela 1. Fabricantes e lotes das resinas compostas de ativação dupla para fixação.

Material	Fabricante	Lote
Panavia Fluoro Cement	Kuraray Corporation (Co.), Osaka, Japão	011127
Rely X ARC	3M Dental Products Division, Saint Paul, MN, EUA	BABA

Tabela 2. Composição das resinas compostas de ativação dupla para fixação.

Material	Composição*
Panavia Fluoro Cement	<p>Pasta A: Sílica coloidal, Bisfenol A Glicidil dimetacrilato (Bis-GMA), dimetacrilato hidrófilo e hidrófobo, Peróxido de Benzoíla.</p> <p>Pasta B: vidro de Bário silanizado, Óxido de Titânio, Fluoreto de Sódio, Sílica coloidal, Bis-GMA, dimetacrilato hidrófilo e hidrófobo, di-Etanol p-Toluidina, Sulfinato de Sódio tri-Isopropílico Benzênico.</p> <p>ED Primer A: Hidroxietil Metacrilato (HEMA), 10-Metacriloiloxidecil di-Hidrogênio Fosfato (MDP), NM ácido Aminosalicílico, di-Etanol p-Toluidina, água.</p> <p>ED Primer B: NM ácido Aminosalicílico, Sulfinato de Sódio tri-Isopropílico Benzênico, di-Etanol p-Toluidina, água.</p> <p>Alloy Primer: 6-n-4 Vinilbenzil Propilamino di-Tiona Triazina (VBATDT) e MDP.</p>
Rely X ARC	<p>Pasta A: Bis-GMA, tri-Etileno Glicol di-Metacrilato (TEGDMA), partículas de Zircônia/Sílica (68% em peso), fotoiniciadores, amina, pigmentos.</p> <p>Pasta B: Bis-GMA, TEGDMA, Peróxido de Benzoíla, partículas de Zircônia/Sílica (67 % em peso).</p> <p>Ceramic Primer: Gama-Metacriloxipropil tri-metoxi - silano, Etanol, água.</p>

* Informações do fabricante

Tabela 3. Composição, fabricante, lote e propriedades do Titânio comercialmente puro grau 2*.

Material	Composição (% em peso)	Fabricante	Lote	Propriedades**
Titânio comercialmente puro Grau 2*	Oxigênio: 0,18	Dentaurum,	100-101-20	- Módulo de elasticidade :
	Ferro: 0,03	Ispringen,		100 Giga Pascal (GPa).
	Hidrogênio:	Alemanha		- Limite proporcional:
	0,015			235 Mega Pascal (MPa)
	Carbono: 0,1			- Resistência à tração:
	Nitrogênio: 0,03			345 MPa
	Titânio: Balanço para 100%			- Densidade: 4,5 gramas por centímetro cúbico (g/cm ³)

* segundo classificação da ASTM

** adaptado de LAUTENSCHLAGER & MONAGHAN, 1993.

4.2 - MÉTODO

4.2.1 – Confeção das amostras

Foram confeccionados 120 discos em cera para fundição (Kerr) usando matriz metálica em forma de tronco de cone medindo 6 x 5 x 2mm (Figura 1 A e B). Os discos em cera foram fixados em base conformadora de cadinho por meio de bastões de cera, banhados com solução umectante (Anti-bolhas Excelsior) e posicionados no interior de um cilindro de silicone (Figura 2 A e B). Revestimento aglutinado por fosfato monoamônia (Rematitan® Plus - Dentaaurum) foi proporcionado na relação de 40 mililitros do líquido para 250 gramas do pó, espatulado sob vácuo por 60 segundos e vazado sob vibração para dentro do cilindro de silicone contendo os padrões de cera.

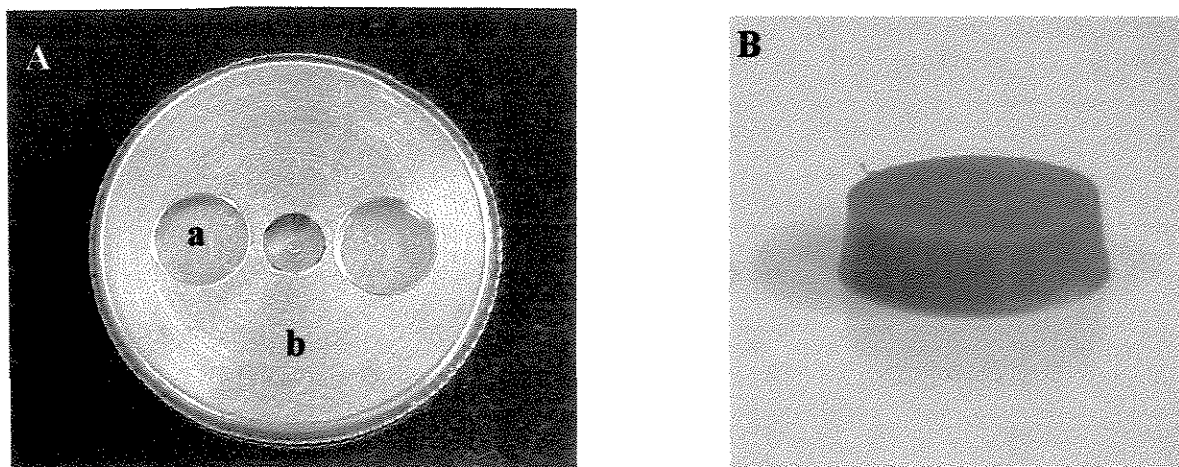


Figura 1 A e B. Sistema de confecção dos padrões de cera. A – Matriz metálica usada para confecção dos padrões de cera. a) Orifício cilíndrico para inclusão da cera plastificada; b) Tampa rosqueável. B - Padrão de cera.

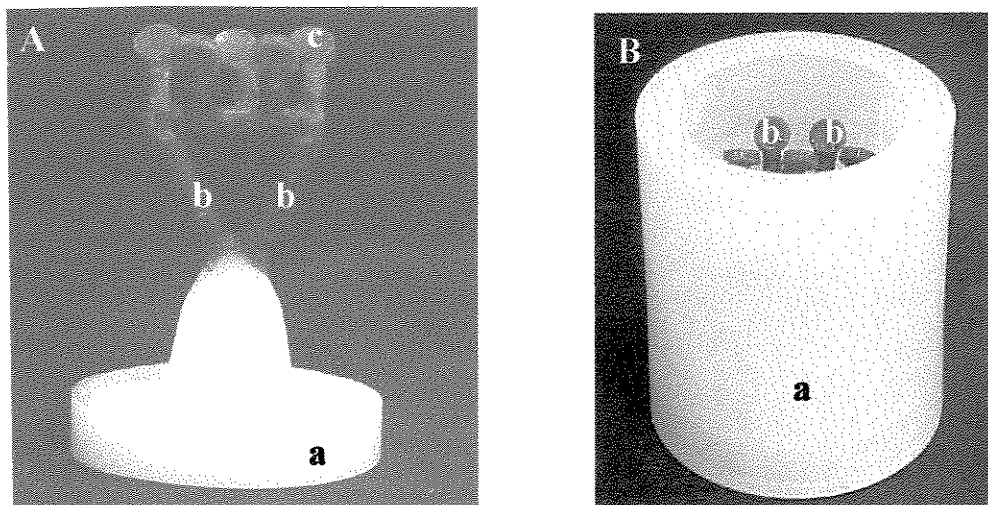


Figura 2 A e B. Fixação dos padrões na base conformadora de cadinho. A – Padrões de cera fixados nos condutos de alimentação e na base conformadora de cadinho. a) base conformadora de cadinho; b) conduto de alimentação; c) padrões de cera. B – Colocação do cilindro de silicone. a) cilindro de silicone; b) padrões de cera.

Após a presa inicial do revestimento (2 minutos), o cilindro de silicone foi removido e após a presa final (45 minutos), o revestimento contendo os padrões de cera foi posicionado no interior de um forno elétrico (EDGCON 5N- EDG Equipamentos) para realização do ciclo térmico de eliminação da cera e expansão do revestimento. O ciclo térmico consistiu de aumento da temperatura ambiente até 150 graus Celsius ($^{\circ}\text{C}$), a qual permaneceu por 90 minutos. Então, a temperatura foi aumentada de 150 $^{\circ}\text{C}$ para 250 $^{\circ}\text{C}$, permanecendo por mais 90 minutos. Em seguida, a temperatura foi aumentada para 1000 $^{\circ}\text{C}$ e permaneceu por 60 minutos. A seguir, a temperatura foi diminuída de 1000 $^{\circ}\text{C}$ para 550 $^{\circ}\text{C}$ e nessa temperatura o tempo de permanência foi de 120 minutos. A taxa de aumento e diminuição de temperatura foi de 5 $^{\circ}\text{C}$ por minuto. Ao fim deste ciclo, o Titânio comercialmente puro grau 2 (22 gramas para cada cilindro de revestimento) foi fundido em máquina de indução elétrica com atmosfera de gás argônio (Rematitan – Dentaureum). Na

parte superior da máquina realizou-se a fundição do metal na presença do gás e sob pressão de 2 atmosferas. Na parte inferior foi afixado o cilindro de revestimento onde, sob vácuo, foi injetado o metal liquefeito (Figura 3 A e B). Após a fundição, os discos foram separados dos ductos de alimentação e submetidos à limpeza por meio de jateamento com óxido de Alumínio (OXYKER DRY – F.MANFREDI) para a remoção dos resíduos de revestimento.

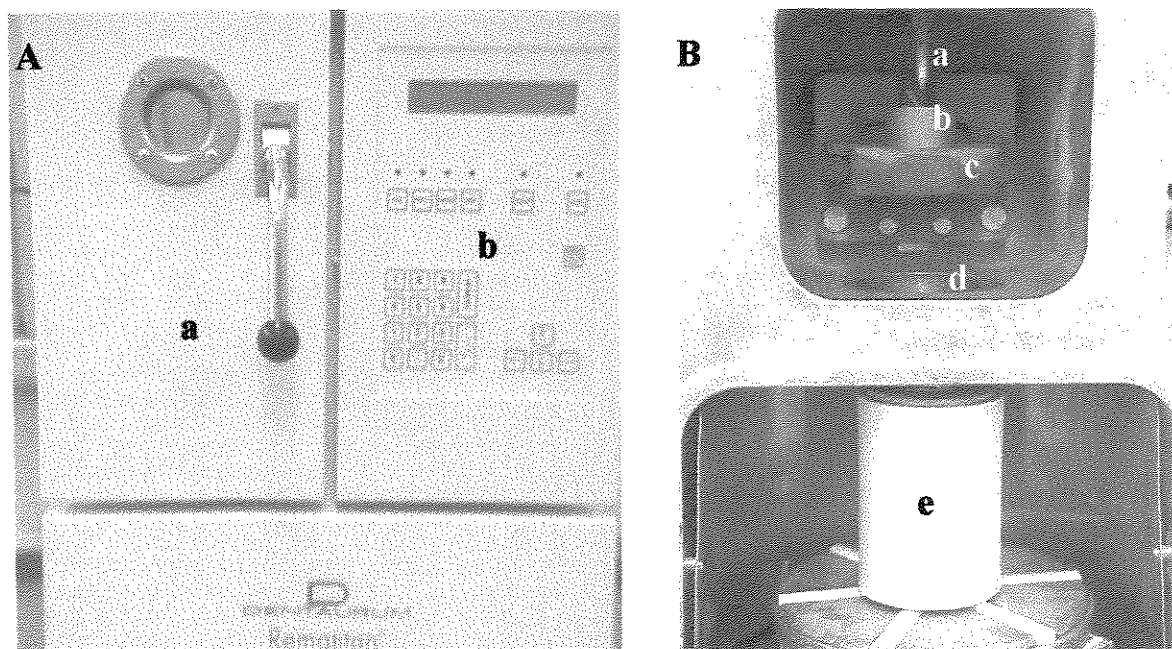


Figura 3 A e B. Máquina para fundição do Titânio. A – Forno de fundição por arco voltaico. a) porta do compartimento de fundição; b) painel de controle. B – Compartimento de fundição. a) eletrodo; b) cilindro de 22g de Titânio comercialmente puro; c) cacinho; d) funil de acesso ao cilindro de revestimento; e) cilindro de revestimento.

Os discos foram embutidos em cilindros de Polivinil Cloreto Rígido (PVC), medindo 25 mm de altura por 20 mm de diâmetro externo, com resina acrílica autopolimerizável e de maneira que a superfície de 5mm de diâmetro ficasse exposta e,

através de um papel guia contendo as marcações dos diâmetros do cilindro de PVC e do disco de Titânio, centralizada no cilindro de PVC. A extremidade desses cilindros foi desgastada em torno mecânico TR 600 (METALÚRGICA RIOSULENSE) para possibilitar os procedimentos de união. Os discos foram fixados em uma matriz metálica plana, planificados em politriz (AROTEC) sob refrigeração de água com lixa d'água de granulação 320 e polidos manualmente com lixas d'água 400 e 600. Na base dos cilindros foram confeccionados orifícios horizontais e paralelos ao solo com furadeira (FERRARI FG-13) para adaptação do sistema de tração (Figura 4 A e B).

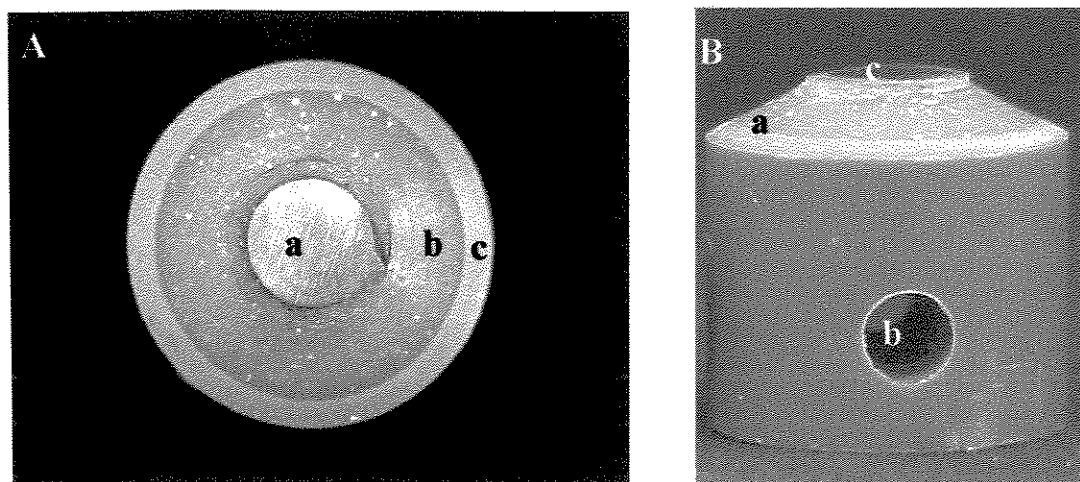


Figura 4 A e B. Discos de Titânio embutidos em cilindros de PVC com resina acrílica. A- Vista superior da amostra a) disco de Titânio; b) resina acrílica; c) cilindro de PVC. B – Vista lateral da amostra. a) resina acrílica e tubo de PVC cortados em torno mecânico; b) orifício para introdução do sistema de tração; c) disco de Titânio.

4.2.2. Preparação da superfície do Titânio para o procedimento de fixação

Após o polimento, uma região do disco de Titânio, determinada em 4 mm de diâmetro por meio de uma matriz plástica cilíndrica (20 x 5mm com orifício central de 4mm de diâmetro), foi jateada com óxido de Alumínio de 50 μ m (SANDBLASTER-DANVILLE ENGINEERING) por 5s, a 5mm de distância da superfície e com pressão de 80 PSI (Figura 5 A e B). Após a remoção dos excessos de óxido de Alumínio com jato de ar comprimido, os discos foram submetidos à limpeza em água sob ultra-som por 10 minutos.

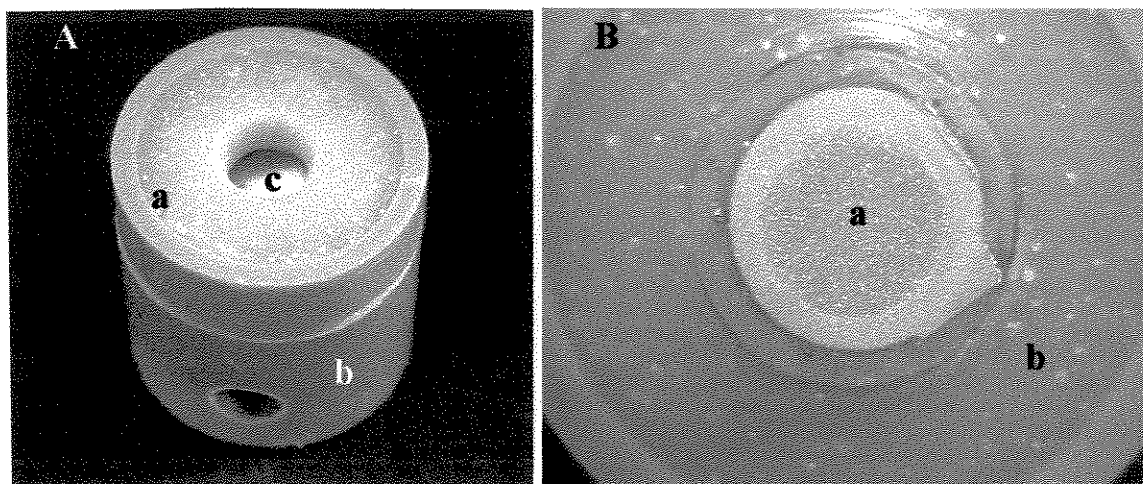


Figura 5 A e B. Sistema para jateamento dos discos de Titânio. A - Sistema de matrizes justapostas para delimitação da área de união. a) matriz plástica para padronização da distância e área de jateamento; b) cilindro de PVC; c) disco de Titânio. B-Disco de Titânio embutido em resina acrílica. a) Área de união delimitada no disco de Titânio e que recebeu jateamento. b) resina acrílica.

Os 120 discos de Titânio foram divididos em quatro Grupos contendo 30 discos em cada um. Para os Grupos 1 e 2 os discos de Titânio foram fixados com a resina para fixação Panavia Fluoro Cement e nos Grupos 3 e 4 foi usado a resina Rely X ARC. Nos Grupos 1 e 3 os procedimentos de fixação foram realizados 10 minutos após o

jateamento com óxido de Alumínio para remoção da camada de óxidos formada na superfície do Titânio. Nos Grupos 2 e 4 os procedimentos de fixação foram realizados 24 horas após a remoção da camada de óxidos. Nestes Grupos, os discos de Titânio foram armazenados por 24 horas em recipiente plástico em temperatura ambiente e apenas cobertos com papel absorvente (KLIM), imediatamente após os procedimentos de jateamento e limpeza em água sob ultra-som (THORTON, UNIQUE INDÚSTRIA E COMÉRCIO). As regiões dos discos que não receberam o jateamento com óxido de Alumínio foram isoladas com esmalte para unhas a fim de não influenciarem na fixação.

4.2.3 Procedimentos de fixação dos discos de Titânio

As recomendações dos fabricantes dos materiais foram seguidas durante os procedimentos de fixação. Assim, nos Grupos 1 e 2, após a remoção da camada de óxidos da superfície do Titânio nos tempos determinados, foi aplicado o condicionador de superfície *Alloy Primer* e, em seguida, partes iguais do ED *Primer A* e *Primer B* foram misturadas em um recipiente plástico e aplicadas na superfície do Titânio, deixando-os agir durante um minuto. Após a secagem da superfície, comprimentos iguais (3mm) da Pasta A e Pasta B da Resina Composta Panavia Fluoro Cement foram proporcionados e misturados por 10 segundos até a obtenção de uma massa com cor homogênea. A resina composta foi aplicada sobre a superfície dos discos de Titânio previamente embutidos em cilindros de PVC.

Em seguida, os cilindros de PVC contendo os discos de Titânio com resina aplicada na superfície foram posicionados em um dos lados de uma matriz plástica (50mm de altura com orifício interno de 20,2mm de diâmetro), a qual permitia a centralização e estabilidade pela perfeita adaptação dos cilindros contendo os discos de Titânio dentro da matriz, durante a fixação. No lado contrário da matriz um outro disco de Titânio embutido em cilindro de resina acrílica também foi posicionado. Os cilindros foram pressionados digitalmente um contra o outro. Marcações confeccionadas ao longo eixo do cilindro permitiram a manutenção da correta posição dos discos de Titânio durante o procedimento de fixação (Figura 6 A e B). Os excessos do material foram removidos com pincel. A seguir, a resina composta para fixação foi fotoativada durante 20 segundos em 4 posições diferentes através dos orifícios laterais produzidos na matriz plástica (Figura 7). Foi utilizado o aparelho fotoativador XL 3000 (3M Co.) com intensidade de luz de 500 miliwatts por centímetro quadrado previamente aferida. Finalmente, foi aplicado na região de interface entre os discos de Titânio o gel protetor Oxyguard II por 3 minutos, para evitar a ação do oxigênio no processo químico de polimerização da camada superficial da resina, sendo em seguida lavado com água para sua remoção.

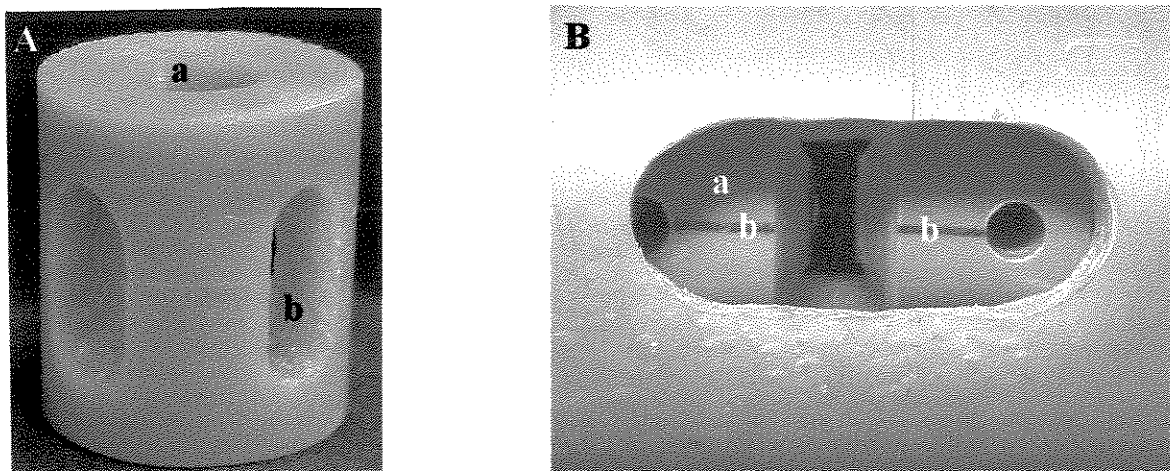


Figura 6 A e B . Sistema de fixação dos cilindros contendo os discos de Titânio. A- Matriz em acrílico usada para posicionamento dos cilindros contendo o disco de Titânio para o processo de fixação. a) orifício para inserção dos cilindros contendo os disco de Titânio; b) orifício para remoção dos excessos da resina e fotoativação. B – Amostras posicionadas no interior da matriz em acrílico para fixação. a) cilindros contendo os discos de Titânio; b) linhas de orientação para posicionamento dos discos de Titânio durante a fixação.

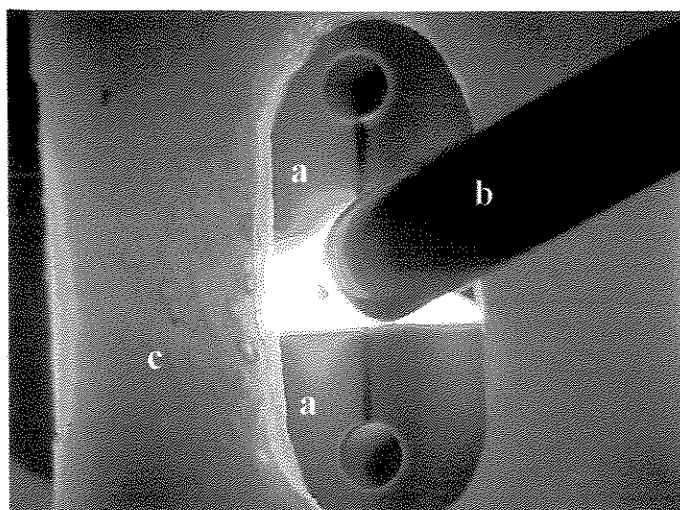


Figura 7. Ponta ativa do aparelho fotoativador posicionada na região de união dos discos de Titânio emitindo luz visível. a) cilindros contendo os discos de Titânio; b) ponta ativa do aparelho fotoativador; c) matriz acrílica.

Nos Grupos 3 e 4, seguindo o delineamento experimental , foi aplicada nos discos de Titânio a solução *Ceramic Primer* e em seguida seca com jatos de ar por 5 segundos. A resina composta para fixação Rely X ARC foi proporcionada em comprimentos iguais (3mm) das pastas A e B e misturadas até a obtenção de uma massa homogênea para aplicação na superfície do disco de Titânio. Os procedimentos de posicionamento dos cilindros, cimentação e remoção dos excessos foram realizadas de maneira idêntica ao da resina Panavia Fluoro Cement. A resina composta Rely X ARC foi fotoativada com luz visível emitida pelo aparelho XL 3000 (3M Co.) por 40 segundos, através dos orifícios laterais existentes na matriz plástica.

Ao término da polimerização das resinas compostas para fixação, os corpos de prova foram armazenados por 24 horas em água destilada a 37 ° C (Figura 8).

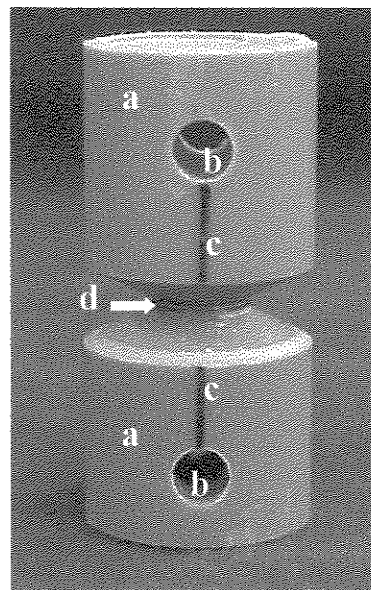


Figura 8.Corpo-de-prova. a) cilindros contendo os discos de Titânio; b) orifícios para inserção do sistema de tração usado; c) linhas de orientação para posicionamento do disco de Titânio; d) discos de Titânio unidos com as resinas compostas de ativação dupla para fixação.

4.2.4 Ensaio de Tração

Após armazenagem em água por 24 horas a 37 °C, os corpos-de-prova foram posicionados na máquina de ensaio universal (INSTRON modelo 4411) e submetidos à tração axial com velocidade de 0,5 milímetros por minuto (Figura 9 A e B). Os resultados de resistência à tração foram registrados em kilogramas-força (kgf). Para o cálculo da resistência à tração, os valores em kgf foram calculados de acordo com a seguinte equação matemática:

$$R_t = \frac{F}{A}$$

onde R_t é a resistência à tração, F é a força em kgf obtida no ensaio de tração e A é igual a área de união do disco de Titânio em milímetros quadrados (mm^2). Os valores resultantes foram transformados em MPa, segundo a relação de $1 \text{ kgf/mm}^2 = 9,807 \text{ MPa}$, e submetidos à análise estatística.

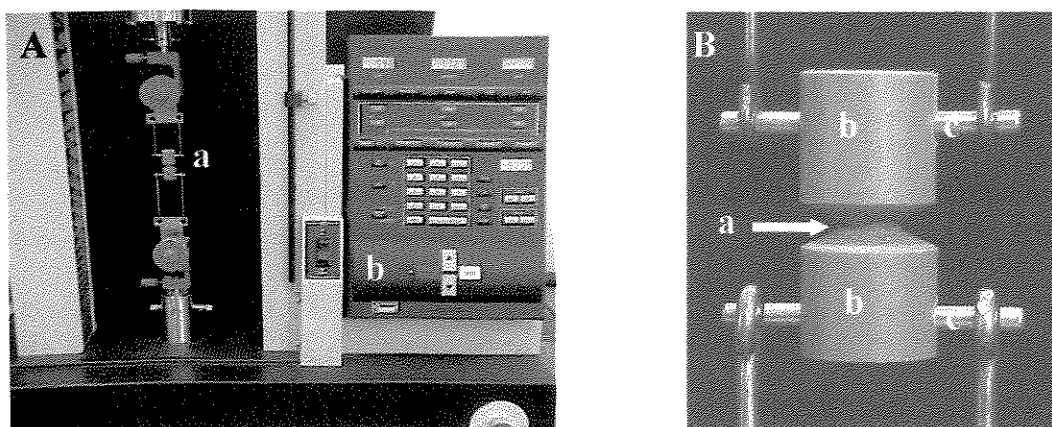


Figura 9 A e B. Máquina de ensaio universal e sistema de tração. A-Máquina de ensaio universal Instron 4411. a) sistema metálico adaptado ao mordente da máquina universal e usado para o ensaio de tração dos corpos-de-prova; b) painel de controle da máquina universal. B-Corpo-de-prova. a) região de interface de união entre os discos de Titânio fixados com as resinas de dupla ativação; b) cilindros contendo o disco de Titânio; c) barras metálicas usadas para o procedimento de tração.

4.2.5 Análise do tipo de fratura

Após o ensaio de tração, os discos de Titânio separados foram observados em lupa estereoscópica com aumento de 60 X (CARL ZEISS). Em seguida, os discos de Titânio foram removidos da resina acrílica, limpos em água sob ultra-som por 10 minutos e

secos com jato de ar. Após fixação em porta-amostras metálico, com fita de carbono adesiva, a superfície de fratura foi submetida à metalização com liga de Ouro-Paládio em aparelho metalizador BAL-TEC SCD 050. Em seguida, as regiões da superfície de fratura foram observadas e documentadas em microscópio eletrônico de varredura LEO 435 VP.

Os tipos de fratura foram classificados da seguinte forma:

- Fratura adesiva entre metal e resina composta;
- Fratura coesiva na resina composta;
- Fratura mista com predominância coesiva: falha coesiva na resina composta e adesiva entre resina composta e metal com predominância de falha coesiva na resina composta em mais de 50 % da área;
- Fratura mista com predominância adesiva: falha coesiva na resina composta e adesiva entre resina composta e metal com predominância de falha adesiva entre resina composta e metal em mais de 50 % da área.

5-RESULTADOS

5.1. Ensaio de resistência à tração

Os valores originais obtidos no ensaio de tração estão listados na Tabela 6 (Apêndice). Estes valores foram transformados pela razão:

$$\sqrt{X+0}$$

, onde X equivale ao valor numérico em MPa de cada corpo-de-prova submetido ao ensaio de tração. Os valores transformados foram submetidos à análise de variância multifatorial, onde os fatores tempo de armazenagem, material para fixação e a interação dos dois fatores foram analisados para todos os Grupos. Os fatores materiais para fixação e tempo de armazenagem, bem como a interação dos fatores não apresentaram diferença estatisticamente significativa em nível de 5% de probabilidade pelo teste F (Tabela 4).

Tabela 4. Análise de variância para os valores de resistência à tração dos discos de Titânio unidos com as resinas compostas para fixação.

CAUSAS DA VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
Material para fixação	1	0,5633769	0,5633769	0,7786	0,61484
Tempo de armazenagem	1	1,1581963	1,1581963	1,6006	0,20852
Interação dos fatores	1	1,1048372	1,1048372	1,5269	0,21948
RESIDUO	56	40,5206772	0,7235835		
TOTAL	59	43,3470877			

Média Geral = 3,808355

Coefficiente de Variação = 22,336 %

A maior média numérica foi obtida para o Grupo 4 (Rely X - 24 horas), seguido dos Grupos 2 (Panavia Fluoro Cement - 24 horas), 1 (Panavia Fluoro Cement – 10 minutos), e 3 (Rely X – 10 minutos) No entanto, os valores médios não apresentaram diferenças estatisticamente significantes entre si, pela análise de variância em nível de significância de 5%, conforme mostra a Tabela 4. A distribuição dos valores médios de resistência à tração de acordo com a superioridade numérica obtida está descrita na Tabela 5 e Figura 10.

Tabela 5 – Valores médios, em MPa, de resistência à tração das resinas compostas de dupla ativação unidas a discos de Titânio.

Grupos	Valores Médios de Resistência à Tração*
Rely X ARC – 24 horas (Grupo 4)	18,27 (7,34)
Panavia Fluoro Cement – 24 horas (Grupo 2)	14,76 (7,71)
Panavia Fluoro Cement – 10 minutos (Grupo 1)	13,96 (3,60)
Rely X ARC – 10 minutos (Grupo 3)	13,90 (6,08)

() Desvio Padrão

* Valores sem diferença estatisticamente significante à análise de variância e teste F com 5 % de significância

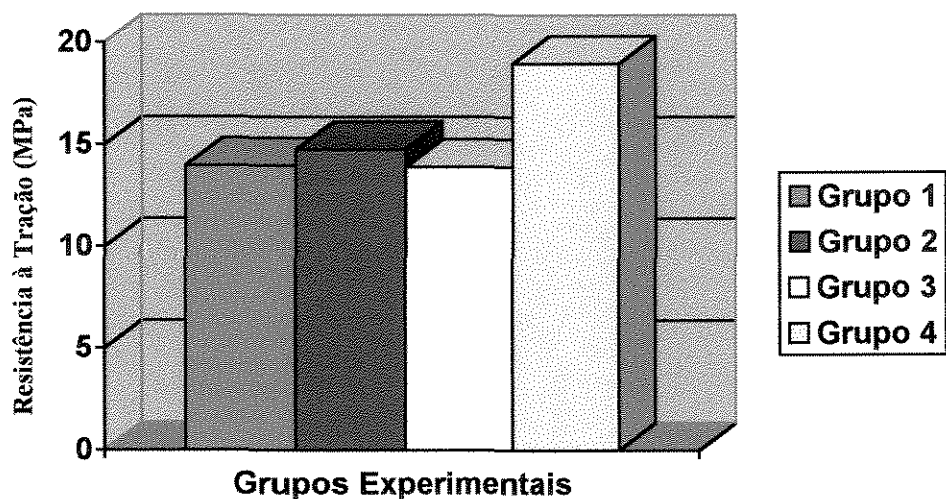


Figura 10. Ilustração gráfica dos valores médios de resistência à tração dos discos de Titânio unidos às resinas compostas para fixação.

5.2. Tipo de fratura dos corpos-de-prova após o ensaio de tração

Todos os corpos-de-prova apresentaram fratura do tipo mista, independentemente do material utilizado ou do tempo decorrido para remoção dos óxidos da superfície do Titânio. Assim, na região de fratura foi observado o rompimento coesivo da resina composta para fixação em uma parte da área de união e também a total desunião da resina composta com o metal no restante da área. Dessa forma, a característica morfológica da falha foi classificada como mista, conforme mostrado nas Figuras 11 (A e B) e 12 (A e B). Entretanto, nos Grupos 1 e 2, onde foi utilizada a resina Panavia Fluoro

Cement aos 10 minutos e 24 horas após a remoção de óxidos da superfície do Titânio, houve a predominância da fratura do tipo coesiva na superfície de união de todos os discos de Titânio (Figuras 11 A e B e 12 A e B). Nos Grupos 3 e 4, nos quais foi usada a resina Rely X, o percentual maior de falha predominante da área de união de todos os corpos-de-prova foi adesiva (Figuras 12 A e B). Também foi observada a presença de poros no interior das duas resinas fixadoras advindos da incorporação de bolhas de ar aprisionadas durante o processo de manipulação (Figuras 11 A e B, 12 A e B, 13 A e B e 14 A e B).

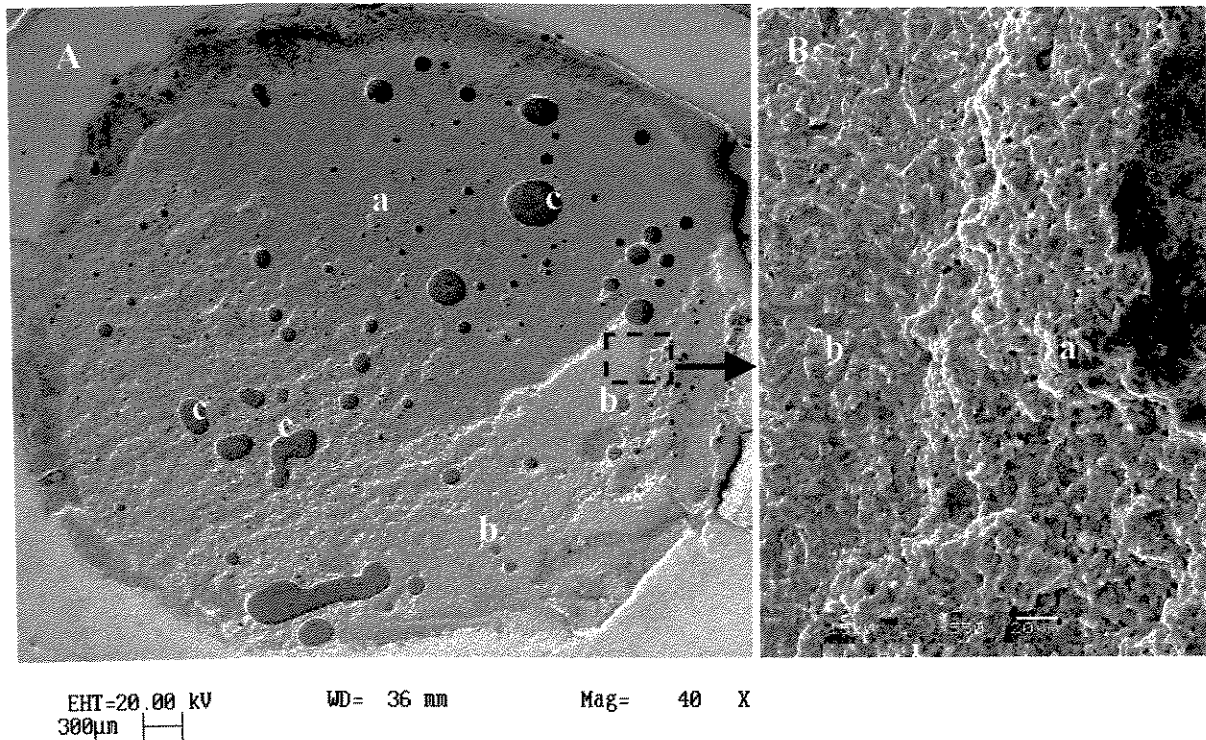


Figura 11 A e B. Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura da região de fratura do corpo-de-prova dos Grupos 1 e 2 nos quais foi usada a resina para fixação Panavia Fluoro Cement. A fratura é do tipo mista com predominância coesiva na resina. A- superfície do disco de Titânio com restos da resina. B- Fotomicrografia em maior aumento da área demarcada em A. a) área de fratura coesiva na resina composta; b) área de fratura adesiva; c) poros.

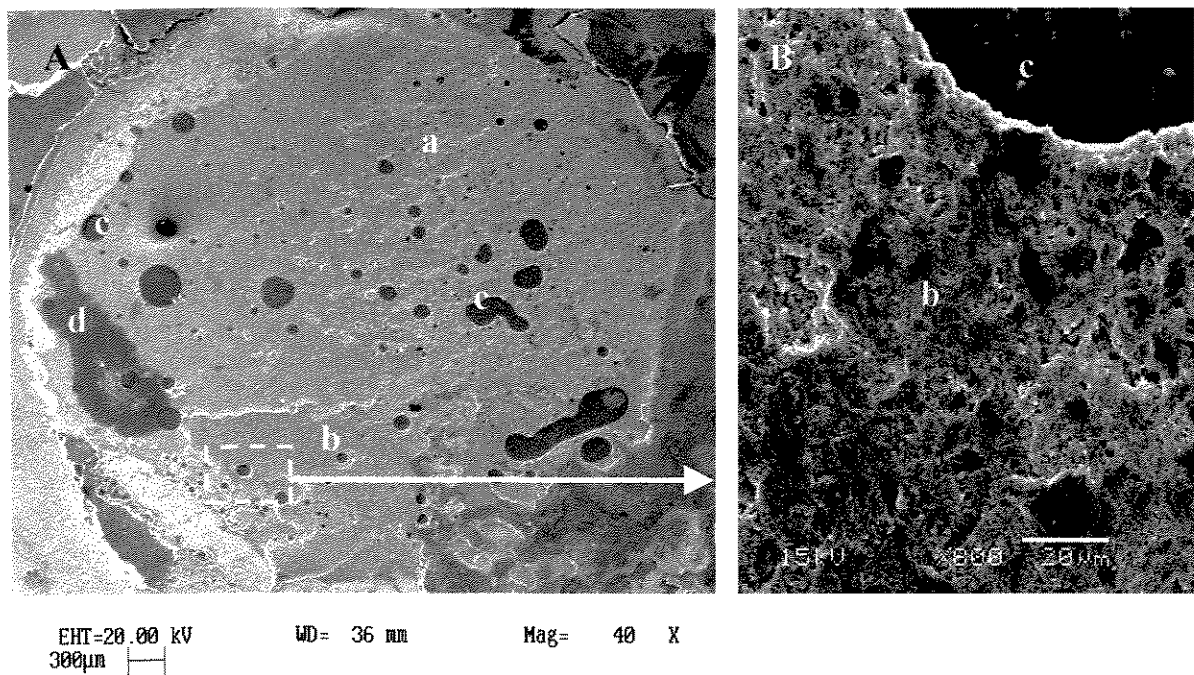


Figura 12 A e B. Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura da região de fratura do corpo-de-prova dos Grupos 1 e 2 nos quais foi usada a resina para fixação Panavia Fluoro Cement. A fratura é do tipo mista com predominância coesiva na resina. **A**-superfície do disco de Titânio correspondente ao lado oposto do disco da Figura 11 A. **B**- Imagem em maior aumento da área demarcada em **A**. a) área de fratura coesiva na resina composta; b) área de fratura adesiva; c) poros ; d) artefato advindo da preparação da amostra.

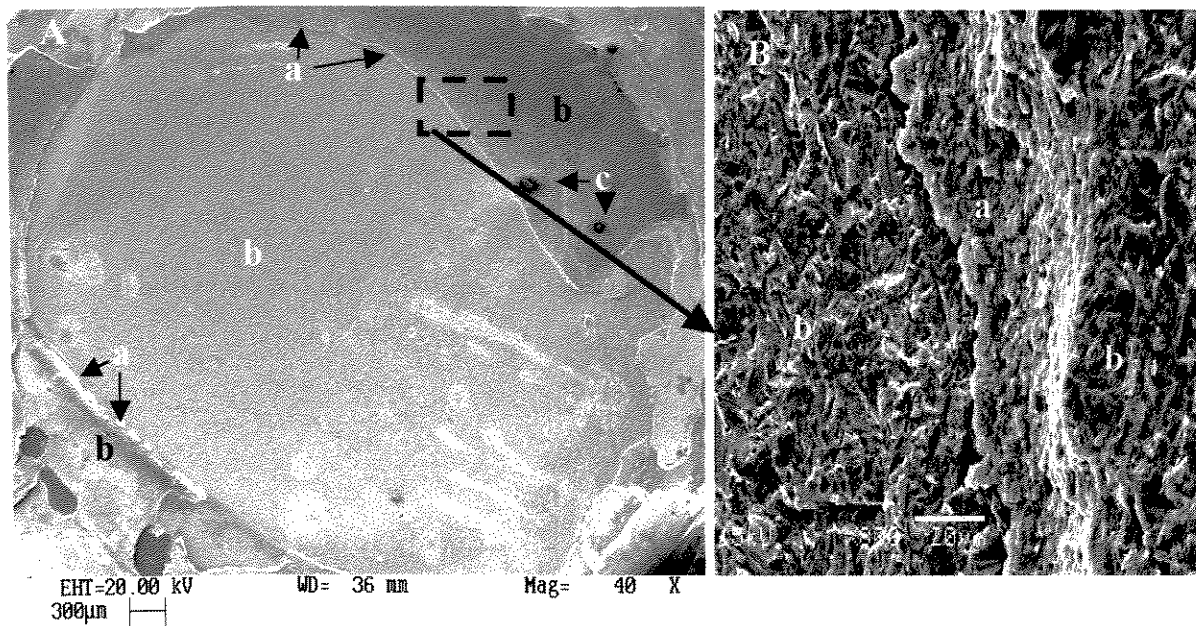


Figura 13 A e B. Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura da região de fratura do corpo-de-prova dos Grupos 3 e 4 nos quais foi usada a resina composta para fixação Rely X ARC. A fratura é do tipo mista com predominância adesiva. **A**-superfície do disco de Titânio com restos da resina. **B**. Imagem em maior aumento da área demarcada em **A**. a) área de fratura coesiva da resina composta; b) área de fratura adesiva; c) poros.

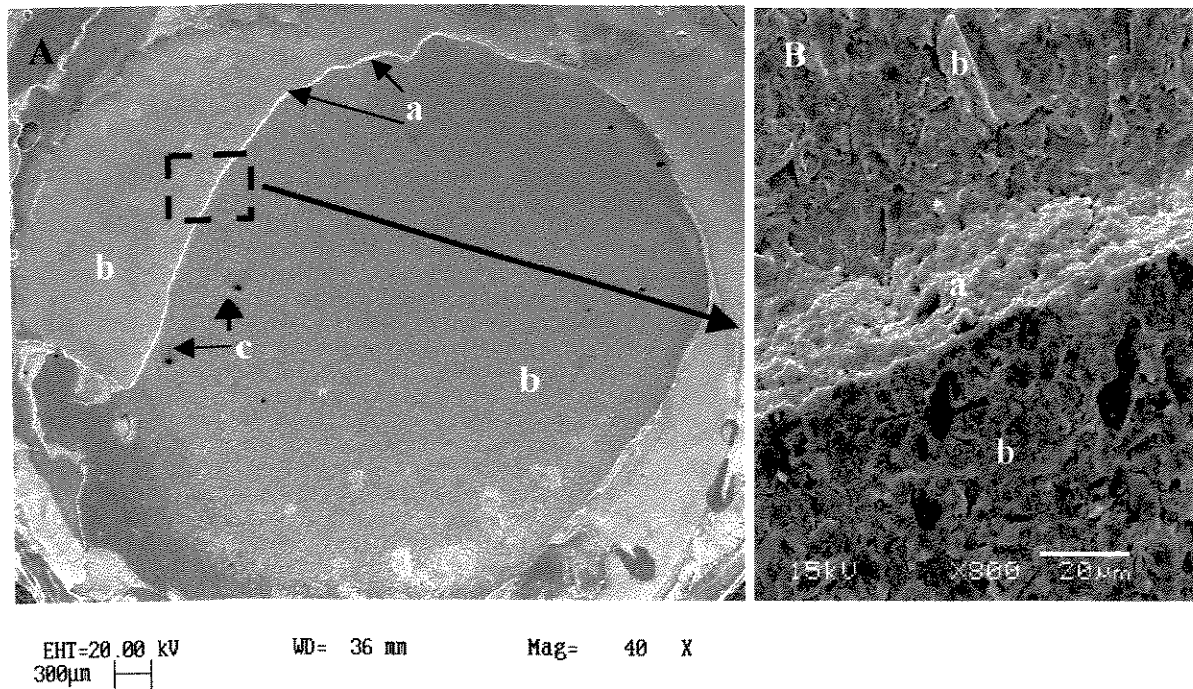


Figura 14 A e B. Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura da região de fratura do corpo-de-prova dos Grupos 3 e 4 nos quais foi usada a resina composta para fixação Rely X ARC. A fratura é do tipo mista com predominância adesiva. **A**-superfície do disco de Titânio com restos da resina. **B.** Superfície do disco de Titânio correspondente ao lado oposto do disco da Figura 13 A. a) área de fratura coesiva da resina composta; b) área de fratura adesiva; c) poros.

6- DISCUSSÃO

O Titânio, metal com excelentes propriedades mecânicas, alta resistência à corrosão e de baixa densidade, tem sido utilizado com sucesso pelas indústrias aeroespacial e militar desde o início dos anos 40. A observação do fenômeno da osseointegração (BRANEMARK *et al.*, 1969) aliada às propriedades físicas praticamente introduziram o Titânio na aplicação de implantes odontológicos (ADELL *et al.*, 1981). Dentre as demais áreas da odontologia, o Titânio passou a ser usado principalmente na prótese dental como subestrutura metálica em substituição às ligas nobres e não-nobres de coroas unitárias e próteses fixas múltiplas (WATANABE *et al.*, 1988; ANDERSON *et al.*, 1989; TAIRA *et al.*, 1989; BERGMAN *et al.*, 1990; SYVERUD & HERO, 1995).

Dessa forma, a utilização das resinas compostas para fixação de próteses confeccionadas com ligas alternativas também passou a ser utilizada com o Titânio comercialmente puro. As resinas compostas para fixação, quando utilizadas com monômeros resinosos ácidos, titanatos ou ainda silanos, possuem a capacidade de unirem-se aos metais através da camada de óxidos presente na superfície destes metais (FERRARI *et al.*, 1987; MATSUMURA *et al.*, 1988). A alta reatividade do Titânio com elementos do ambiente como Oxigênio, Carbono, Hidrogênio e Nitrogênio, proporciona a formação de uma camada superficial de óxidos durante o processo de fundição do metal (ADACHI *et al.*, 1990; KERN & THOMPSON, 1994; WANG & FENTON, 1996; CANAY *et al.*, 1998). Esta camada se formaria novamente, mesmo após a sua remoção total em

temperatura ambiente, em apenas alguns milésimos de segundo (10^{-9} s) (LAUTESCHLAGER & MONAGHAN, 1993). Em um segundo, a camada de óxidos no Titânio atingiria a espessura de 50 a 100 Ângstrons e estaria firmemente aderida ao metal, segundo HANSSON (1990) e FERENCZI *et al.* (1998). Estes autores consideraram que a espessura desta camada dependeria do tipo de óxido formado, do elemento reagente, da temperatura de fusão e tempo de exposição aos elementos reagentes, o que tornaria a armazenagem das peças feitas em Titânio um período crítico, podendo Ter influência na espessura da camada de óxidos e consequentemente na união com as resinas compostas para fixação.

A resina composta para fixação Rely X ARC tem como monômero base o Bis-GMA e foi desenvolvida para a união com todos os tipos de materiais restauradores indiretos (polímeros, metais ou porcelana). Neste estudo, a resina composta Rely X ARC apresentou os valores médios de resistência à tração de 13,9 MPa aos 10 minutos e 18,27 MPa 24 horas após a remoção da camada de óxidos. Como estes valores não apresentaram diferenças estatisticamente significantes, a remoção e a nova formação da camada de óxidos na superfície do Titânio não influenciou na resistência de união, apesar da diferença numérica superior apresentada no período de 24 horas. A característica autolimitante da formação da camada de óxidos na superfície do Titânio talvez tenha sido responsável pelos valores de resistência de união estatisticamente não diferentes entre si. Na realidade, a camada de óxidos, ao formar-se e aumentar a espessura, torna-se uma barreira protetora em

relação ao metal subjacente, impedindo assim o contato do Oxigênio com o Titânio, interrompendo a formação do óxido.

O mesmo fenômeno ocorreu com a resina composta para fixação Panavia Fluoro Cement. Apesar da superioridade numérica nos valores médios de resistência de união à tração dos 10 minutos para 24 horas após a remoção e nova formação da camada de óxidos (13,96 MPa e 14,76 MPa, respectivamente), estes valores também não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si.

A utilização de monômeros resinosos ácidos, como o MDP, produziria, conforme BARZILAY *et al.* (1990), IMBERY *et al.* (1991), SMITH *et al.* (1991), KERN & THOMPSON (1993), YOSHIDA *et al.* (1993 e 1997), FUJISHIMA *et al.* (1995), TAIRA *et al.* (1998) e OKHUBO *et al.* (2000), união mais efetiva e duradoura entre as resinas compostas para fixação e a superfície dos metais odontológicos. De acordo com estes autores, esta união dar-se-ia por ligações químicas entre as terminações fosfatadas (Figura 15 – Apêndice) deste monômero e a camada de óxidos formada nos metais básicos. Isto também explicaria a melhor efetividade na união deste monômero ao ser aplicado sobre metais básicos em relação aos metais nobres. Para OHNO *et al.* (1998), esta união ocorreria através do mecanismo de Bolger, onde aconteceria uma interação eletrostática entre os ácidos ou bases dos polímeros e os grupamentos hidroxila da superfície do metal, tendo como base os valores do ponto isoelétrico dos óxidos metálicos e a constante de dissociação ácida dos polímeros (Figuras 16 – Apêndice).

Apesar de diversos autores afirmarem a eficácia destes monômeros ácidos, como o MDP, na promoção de união química das resinas compostas com a superfície de metais não nobres, os valores de resistência de união à tração obtidos neste estudo para a resina composta Panavia Fluoro Cement, que utiliza na composição os monômeros MDP e VBATDT (*Alloy Primer*), não apresentaram diferença estatisticamente significativa em relação à resina composta Rely X ARC, que recomenda apenas a silanização antes do procedimento de aplicação da resina de fixação. Talvez a afinidade do Silício, principal elemento do monômero silano, com íons metálicos da camada de óxidos, favoreça promoção de uma união química, conforme relataram ABOUSH *et al.* (1991). Isto ocorreria de maneira similar à utilização do MDP e VBATDT pela resina Panavia. Além disso, a diferença numérica na resistência de união favorável à resina Rely X ARC pode ter ocorrido pela maior presença de bolhas de ar no interior da resina Panavia Fluoro Cement em decorrência do processo de manipulação da pasta base e reagente (Figuras 11 A e B e 12 A e B). A maior incorporação de bolhas no interior da resina composta Panavia Fluoro Cement é devida a sua maior viscosidade, o que proporciona um menor escoamento da resina no momento da espatulação e o conseqüente aprisionamento de bolhas de ar em seu interior. Na resina composta Rely X ARC isto ocorreu em menor grau devido a maior fluidez e melhor escoamento do material.

Embora as duas resinas compostas indicadas para fixação tenham apresentado similaridade na resistência de união à superfície do Titânio comercialmente puro, o tipo de fratura ocorrido nos corpos-de-prova da resina Panavia Fluoro Cement, independente do

tempo de armazenagem, foi sempre do tipo mista. No entanto, havia predominância de fratura coesiva da resina composta na área de união (Figuras 11 A e B e 12 A e B). A fratura do tipo mista também ocorreu em todos os corpos-de-prova da resina Rely X ARC, em ambos tempos de armazenagem, porém com predominância de falha adesiva na área de união (Figuras 13 A e B e 14 A e B). Esta diferença nos tipos de fratura apresentada também parece estar relacionada à capacidade de umedecimento promovido pelo VBATDT e MDP na superfície do Titânio, o que propicia uma melhora na área de contato da resina fixadora Panavia Fluoro Cement.

Dessa forma, apesar das pequenas diferenças inerentes à composição de cada material, a presença de óxidos na superfície do Titânio aos 10 minutos após a sua remoção ou após um período de 24 horas, não influenciou na resistência de união.

7- CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos neste estudo foi possível concluir que :

1. As resinas compostas para fixação Panavia Fluoro Cement e Rely X ARC unidas ao Titânio comercialmente puro após a remoção da camada de óxidos aos 10 minutos e 24 horas, apresentaram valores de resistência à tração que não diferiram estatisticamente entre si ($p>0,05$) .

2. Após o ensaio de tração, o tipo de falha encontrado foi do tipo mista em todos os corpos-de-prova. Nos corpos-de-prova da resina composta para fixação Panavia Fluoro Cement houve a predominância de fratura coesiva da resina na área de união. Na resina composta para fixação Rely X ARC predominou a fratura do tipo adesiva.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

1. ABOUSH, Y.E.Y, MUDASSIR, A., ELDERTN, R.J. Technical note : resin-to-metal bonds mediated by adhesion promoters. **Dent. Mater.**, Washington, v.7, p.279-280, Oct. 1991.
2. ADACHI, M. *et al.* Oxide adherence and porcelain bonding to Titanium and Ti-6Al-V alloy. **J. dent. Res.**, Washington, v.69, n.6, p.1230-1235, June 1990.
3. ADELL, R., *et al.* A 15-year study of osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. **Int. J. Oral Surg.**, Copenhagen, v.10, p.387-416, Feb. 1981.
4. ANDERSON, M. *et al.* Clinical results with Titanium crowns fabricated with machine duplication and spark erosion. **Acta odontol. scand.**, Oslo, v.47, p.279-286, Oct. 1989.
5. AQUILINO, S.A., DIAZ-ARNOLD, A.M., PIOTROWSKI, T.J. Tensile fatigue limits of prosthodontic adhesives. **J. dent. Res.**, Washington, v.70, n.3, p.208-210, Mar. 1991.

* De acordo com a NBR-6023 de 1989, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). Abreviaturas de periódicos de conformidade com a "World List of Scientific Periodicals"

6. ATTA, M.O., SMITH, G.N., BROWN, D. Bond strengths of three chemical adhesive cements adhered to a Nickel-Chromium alloy for direct bonded retainers. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.63, n.2, p.137-143, Feb. 1990.
7. BARZILAY, I. *et al.* Panavia and 4-META bond to amalgam and Ni-Cr alloy. **J. dent. Res.**, Washington, v.69, p.363, Mar. 1990. [Abstract 2038]
8. BERG, E. Dentist's opinions on aspects of cast Titanium restorations. **J. Dent.**, Oxford, v.25, n.2, p.113-117, Mar. 1997.
9. _____. *et al.* Hardness, strength and ductility of prefabricated Titanium rods used in the manufacture of spark erosion crowns. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.75, n.4, p.419-425, Apr. 1996.
10. BERGMAN, B. *et al.* A 2-Year follow-up study of Titanium crowns. **Acta odontol. scand.**, Oslo, v. 48, p. 113-117, Apr. 1990.
11. BESSING, C., BERGMAN, M. The castability of unalloyed Titanium in three different casting machines. **Swed. Dent. J.**, Jonkoping, v.16, p.109-113, Jun. 1992.

12. BLACKMAN, R., BARGHI, N., TRAN, C. Dimensional Changes in casting Titanium removable partial denture frameworks. **J prosthet Dent**, Saint Louis, v.65, n.2, p.309-315, Feb. 1991.

13. BOENING, K.W., WALTER, M.H., REPPPEL, P.D. Non-cast Titanium restorations in fixed prosthodontics. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v.19, p.281-287, May 1992.

14. BRANEMARK, P-I. *et al.* Intra-osseous anchorage of dental prostheses. I. experimental studies. **Scand. J. Plast. Reconstr. Surg.**, Copenhagen, v.3, p.81-100, 1969. *Apud* FRANSISCHONE, C.E., VASCONCELOS, L.W. **Osseointegração e as próteses unitárias**. São Paulo: Artes Médicas, 1998. p. 3 – 14. [Série EAP-APCD, 21]

15. BREEDING, L.C., DIXON, D.L. The effect of metal surface treatment on the shear bond strengths of base and noble metals bonded to enamel. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.76, n.4, p.390-393, Oct. 1996.

16. BURROW, M.F. *et al.* Early bonding of resin cements to dentin-effect of bonding environment. **Operative Dent.**, Oxford, v.21, n. 5, p.196-202, Sep. 1996.

17. CAEG, C. *et al.* Effectiveness of a method used in bonding resins to metal. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.64, n.1, p.37-41, July 1990.

18. CANAY, S. *et al.* Evaluation of Titanium in oral conditions and its electrochemical corrosion behavior. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v.25, p.759-764, Dec. 1998.
19. DIXON, D.L. *et al.* Comparison of shear bond strengths of two resins luting systems for a base and high noble metal alloy bonded to enamel. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.72, n.5, p.457-461, Nov. 1994.
20. FERRARI, M., CAGIDIACO, M.D., BRESCHI, R. Microscopic examination of resin bond to enamel and retainer with a phosphate monomer resin. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.57, n.3, p.298-301, Mar. 1987.
21. FERENCZI, A.M. *et al.* Casted Titanium for dental applications : an XPS and SEM study. **Biomaterials**, Oxford, v.19, n.16, p.1513-1515, Aug. 1998.
22. FUJISHIMA, A., FUJISHIMA, Y., FERRACANE, J.L. Shear bond strength of four commercial bonding systems to cp Ti. **Dent. Mater.**, Washington, v.11, p.82-86, Mar. 1995.
23. GIVAN, D.A. *et al.* Tensile fatigue of 4-META cement bonding three base metal alloys to enamel and comparison to other resins cements. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v. 73, n.4, p. 377-404, Apr. 1995.

24. HANSSON, O. Strength of bond with comspan opaque to three silicoated alloys and Titanium. **Scand. J. Dent. Res.**, Copenhagen, v.98, n.3, p.248-256, June 1990.
25. IMBERY, T.A., BURGESS, J.O., NAYLOR, W.P. Tensile strength of resin cements with various alloy surface treatments. **J. dent. Res.**, Washington, v.70, p.390, 1991 [Abstract 998].
26. ISIDOR, F. *et al.* Tensile bond strength of resin-bonded non-precious alloys with chemically and mechanically roughened surfaces. **Dent. Mater.**, Washington, v.7, p. 225-229, Oct. 1991.
27. KERN, M., THOMPSON, V.P. Tensile bond strength of nine adhesive systems to pure Titanium. **J. dent. res.**, Washington, v.72, p.368, 1993 [Abstract 2119].
28. _____, _____. Effects of sandblasting and silica-coating procedures on pure Titanium. **J. Dent.**, Oxford, v.22, n.2, p.300-306, Oct. 1994.
29. KING, A.W.C. *et al.* A comparison of the hardness of different types of Titanium and conventional metal ceramics. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.72, n.3, p.314-319, Sept. 1994.

30. KONONEN, M. *et al.* Titanium framework removable partial dentures used for patient allergic to other metals: a clinical report and literature review. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.73, n.1, p.4-7, Jan. 1995.
31. LAUTENSCHLAGER, E.P., MONAGHAN, P. Titanium and Titanium alloys as dental materials. **Int. Dent. J.**, Bristol, v. 43, n.3, p. 245-253, June 1993.
32. LIVADITIS, G.J., THOMPSON, V.P. Etched castings : an improved retentive mechanism for resin-bonded retainers. **J. Prosth. Dent.**, Saint Louis, v.47, n.1, p.52-58, Jan. 1982.
33. MATSUMURA, H., NAKABAYASHI, N. Adhesive 4-META / MMA-TBB opaque resin with poly(methyl methacrylate) - coated Titanium dioxide. **J. dent. Res.**, Washington, v.63, n.1, p.29-32, Jan.1988.
34. _____. *et al.* Adhesive bonding of Titanium with a titanate coupler and 4-META/MMA-TBB opaque resin. **J. dent. Res.**, Washington, v.69, n.9, p.1614-1616, Sep. 1990.
35. MAY, K.B. *et al.* 4-META polymethyl methacrylate shear bond strength to Titanium. **Operative Dent.**, Seattle, v.22, n.1, p.37-40, Jan. 1997.

36. MILLER, B.H. *et al.* Bond strength between cements and metals used for endodontics posts. **Dent. Mater.**, Washington, v.14, p.312-320, Sep. 1998.
37. MUDFORD, L., CURTIS, R.V., WALTER, J.D. An investigation of debonding between heat-cured PMMA and Titanium alloy (Ti-6Al-4V) **J. Dent.**, Oxford, v.25, n.5, p.415-421, Sep. 1997.
38. OHNO, H. *et al.* Adhesion of adhesive resin to dental precious metal alloys: part I – new precious metal alloys with base metals for resin bonding. **Dent. Mater. J.**, Tóquio, v.17, n.4, p.275-284, 1998.
39. _____. *et al.* Adhesion of adhesive resin to dental precious metal alloys: part II – the relationship between surface structure of Au-In Alloys and adhesive ability with 4-META resin. **Dent. Mater. J.**, Tóquio, v.17, n.4, p.285-293, 1998.
40. OKHUBO, C. *et al.* Shear bond strength of PMMA to cast Titanium and Co-Cr frameworks using five metal primers. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.83, n.1, p.50-57, Jan. 2000.
41. ROCHETTE, A.L. Attachment of a splint to enamel of lower anterior teeth. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.30, n.4, p.418-423, Oct. 1973.

42. SMITH, R.M. *et al.* Effect of environmental stress and surface treatment on resin-to-metal bonds. **J. dent. Res.**, Washington, v.70, p.391, 1991 [Abstract n° 999].
43. STRIETZEL, R., *et al.* In vitro corrosion of Titanium. **Biomaterials**, Oxford, v.19, p. 1495-1499, 1998.
44. SYVERUD, M., HERO, H. Mold filling of Ti castings using investments with different gas permeability. **Dent. Mater.**, Washington, v.11, p.14-18, Jan. 1995.
45. TAIRA, M., MOSER, J.B., GREENER, E.H. Studies of Ti alloys for dental castings. **Dent. Mater.**, Washington, v.5, p.45-50, Jan. 1989.
46. TAIRA, Y., IMAI, Y. Primer for bonding resin to metal. **Dent. Mater.**, Washington, v.11, p.2-6, Jan. 1995.
47. _____. *et al.* Adhesive bonding of Titanium with a metacrilate-phosphate primer and self-curing adhesives resins. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v.22, p.409-412, 1995.
48. _____, MATSUMURA, H., ATSUTA, M. Bonding of Titanium with acidic primers and a tri-n-butylborane-initiated luting agent. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v.24, p.385-388, May 1997.

49. TAYRA, Y. *et al.* Influence of surface oxidation of Titanium on adhesion. **J. Dent.**, Oxford, v.26, n.1, p.69–73, Jan. 1998.
50. TANAKA, T. *et al.* Surface treatment of non-precious alloys for adhesion-fixed partial dentures. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.55, n.4, p.456–462, Apr. 1986.
51. TAYLOR, J.C. *et al.* Effects of joint configuration for the arc welding of cast Ti-6Al-4V alloys rods in Argon. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.79, n.3, p.291–297, Mar. 1998.
52. WAKABAYASHI, N., MINORU, A. A short-term clinical follow-up study of superplastic Titanium for major connectors removable partial dentures. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.77, n.6, p.583–587, June 1997.
53. WANG, R.R., FENTON, A. Titanium for prosthodontic applications : a review of literature. **Quintessence int.**, Berlin, v.27, n.6, p. 401–408, Jun. 1996.
54. WATANABE, F., POWERS, J.M., LOREY, R.F. In vitro bonding of prosthodontic adhesives to dental alloys. **J. dent. Res.**, Washington, v.67, n.2, p. 479–483, Feb. 1988.

55. WATANABE, I. *et al.* Effect of surface contamination on adhesive bonding of cast pure Titanium and Ti-6Al-4V alloy. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.81, n.3, p.270-276, Mar. 1999.
56. WATERSTRAT, R.M., RUPP, N.W., FRANKLIN, O. Production of a cast Titanium-base partial denture. **J. dent. Res.**, Washington, v.57, p.254, Jan. 1978 [Abstract 717].
57. WORTHINGTON, P., LANG, B.R., LAVELLE, W.E. **Osseointegração na odontologia -uma Introdução.** São Paulo : Quintessence, 1995. p.11- 17.
58. YILMAZ, H., DINÇER, C. Comparison of the bond compatibility of Titanium and an Ni-Cr alloy to dental porcelain. **J. Dent.**, Oxford, v.27, p.215-222, Mar. 1999.
59. YOSHIDA, K. *et al.* Effect of adhesive metal primers on bonding a prosthetic composite resin to metal. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.69, n.4, p.357-362, Apr. 1993.
60. _____. *et al.* Effects of adhesive primers on bond strength of self-curing resin to Cobalt-Chromium alloy. **J. prosth. Dent.**, Saint Louis, v.77, n.6, p.617-620, June 1997.

APÊNDICE

Tabela 6. Valores e médias (MPa) obtidos no ensaio de tração dos Grupos testados

Corpos-de-prova	Grupos			
	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3	Grupo 4
1	11,44	7,788	5,376	27,821
2	15,569	30,233	12,634	17,785
3	15,147	16,981	6,933	27,179
4	10,566	23,014	9,614	21,718
5	17,223	6,916	15,327	20,072
6	16,162	12,619	22,866	12,221
7	11,3	14,609	3,942	13,672
8	11,862	5,8	15,538	29,343
9	12,79	7,336	19,834	22,655
10	20,111	5,156	23,476	14,148
11	8,99	10,441	15,249	6,886
12	21,086	15,49	15,015	5,35
13	14,031	20,54	18,214	12,494
14	13,407	19,775	16,716	22,764
15	9,723	24,754	7,804	20,056
Média	13,96047	14,76347	13,902533	18,277600

SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA
Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado
Instituto Agronômico de Campinas – IAC

CODIGO DO PROJETO : Tese

RESPONSÁVEL: Mario Fernando de Góes

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: Tração

TRANSFORMACAO DAS OBSERVACOES SEGUNDO RAIZ(X + 0)

NOME DOS FATORES

FATOR	NOME
A	MATERIAL
B	TEMPO

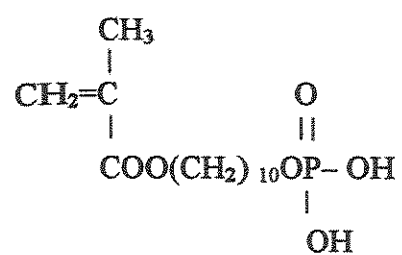
QUADRO DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA

CAUSAS DA VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
MATERIAL	1	0,5633769	0,5633769	0,7786	0,61484
TEMPO	1	1,1581963	1,1581963	1,6006	0,20852
MAT*TEM	1	1,1048372	1,1048372	1,5269	0,21948
RESIDUO	56	40,5206772	0,7235835		
TOTAL	59	43,3470877			

MÉDIA GERAL = 3,808355

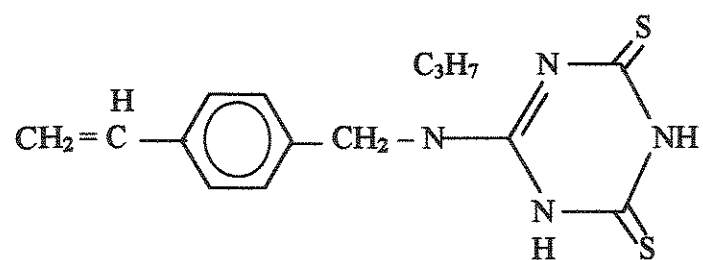
COEFICIENTE DE VARIAÇÃO = 22.,336 %

a)



MDP

b)



VBATDT

Figura 15. Estrutura química do 10-MDP e do VBATDT. a) MDP; b) VBATDT

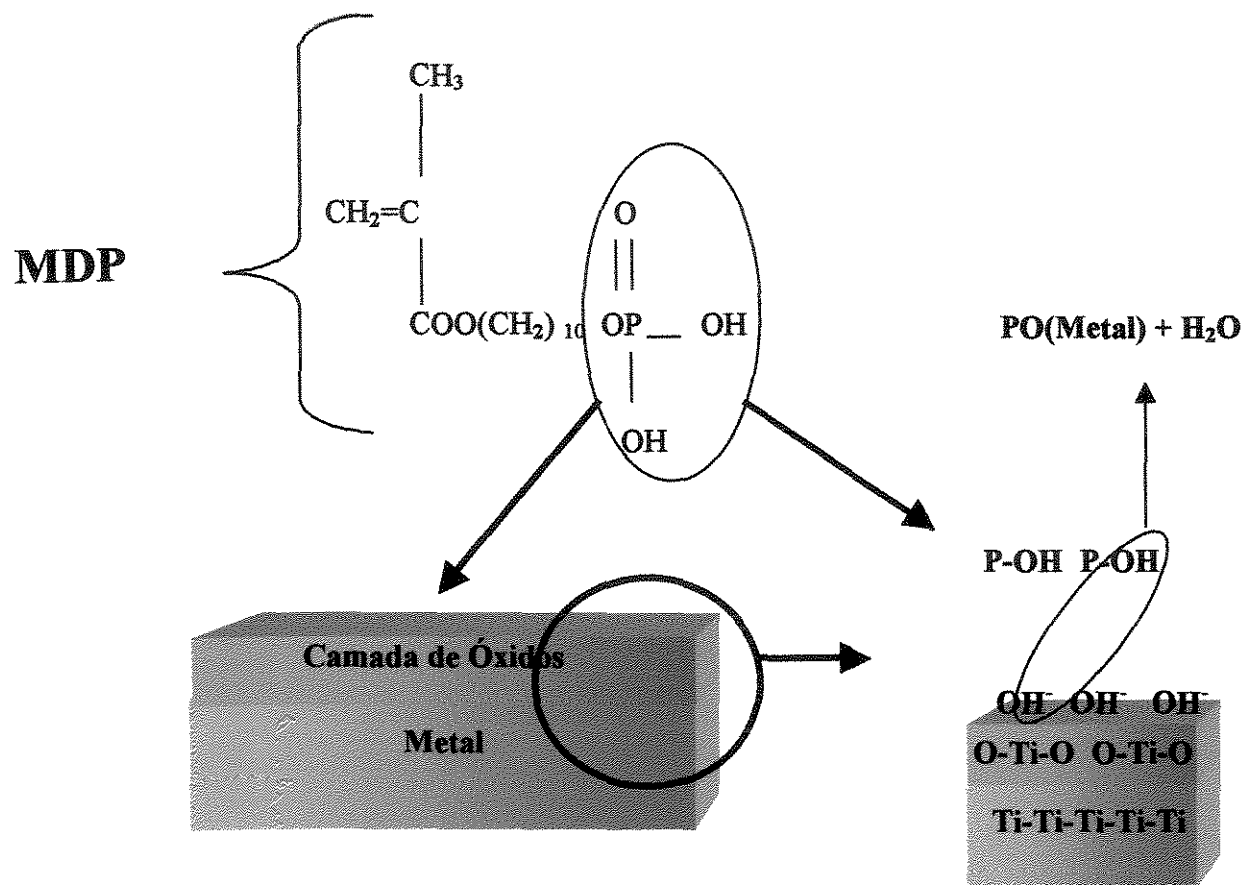


Figura 16. Ilustração esquemática da união do MDP com a camada superficial de óxidos do Titânio