WILSON JOSÉ GARBELINI
CIRURGIÃO-DENTISTA

AVALIAÇÃO DE SISTEMAS CERÂMICOS DE BAIXA FUSÃO COMBINADOS AO TITÂNIO GRAUS 2 E 5 POR ENSAIO DE FLEXÃO E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do título de Doutor em Clínica Odontológica, área de Prótese Dental.

PIRACICABA

- 2001 -

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

WILSON JOSÉ GARBELINI
CIRURGIÃO-DENTISTA

AVALIAÇÃO DE SISTEMAS CERÂMICOS DE BAIXA FUSÃO COMBINADOS AO TITÂNIO GRAUS 2 E 5 POR ENSAIO DE FLEXÃO E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.

Este exemplar foi devidamente corrigido, de acordo com a Resolução CCPG-036/83
CPG, 01/02/02
Assinatura do Orientador

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do título de Doutor em Clínica Odontológica, área de Prótese Dental.

ORIENTADOR: PROF. DR. GUILHERME ELIAS PESSANHA HENRIQUES

BANCA EXAMINADORA:
Prof. Dr. Guilherme Elias Pessanha Henriques
Prof. Dr. Altair Antoninha Del Bel Cury
Prof. Dr. Marcelo Ferraz Mesquita
Prof. Dr. Ricardo Alexandre Zavanelli
Prof. Dr. Marcos Frossard

PIRACICABA

2001

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL

UNIDADE FP
Nº CHAMADA T/UNICAMP
G163a
V
EX
TOMBO BC 48870
PROC 16.837/02
C
PREÇO R$ 11,00
DATA 08/05/02
Nº CPD

CM00167116-0

BIB ID 239295

Ficha Catalográfica

Garbelini, Wilson José.
G163a Avaliação de sistemas cerâmicos de baixa fusão combinados ao titânio graus 2 e 5 por ensaio de flexão e microscopia eletrônica de varredura. / Wilson José Garbelini. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2001.
xxi, 111p. : il.

Orientador : Prof. Dr. Guilherme Elias Pessanha Henriques.
Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Ligas de titânio. 2. Paládio. 3. Cerâmicas odontológicas. I. Henriques, Guilherme Elias Pessanha. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP.

DEDICO ESTE TRABALHO:

A *Deus,* que carregou-me no colo...

À minha *Mãe Terezinha*, minha eterna gratidão,
ao meu *Pai José* (*in memoriam).*

À minha esposa *Cássia*, presente em todos os momentos.

Aos meus filhos *Wilson e Patrícia*, sentido da vida.

Aos meus irmãos *Wanda, Wagner e Viviane.*

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao Prof. Dr. Guilherme Elias Pessanha Henriques,
meus sinceros agradecimentos, pelas orientações,
paciência, dedicação e principalmente me aceitando como
orientado, quando mais precisei.

"Um professor sempre afeta a eternidade.
Ele nunca saberá onde sua influência termina"
Harry Adams
(1838 – 1918)

AGRADECIMENTOS

À *Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas (FOP / UNICAMP)*, nas pessoas do *Prof. Dr. Wilson Antônio Sallum* (Diretor) e *Prof. Dr. Frab Norberto Bóscolo* (Diretor Associado), pelo suporte e acolhida.

À Profa. Dra. Altair Antoninha Del Bel Cury, Coordenadora Geral dos Cursos da Pós-Graduação da *FOP-Unicamp*, sempre atuante, pelo apoio e atenção.

Ao *Prof. Dr. Simonides Consani* da Àrea de Materiais Dentários da *FOP-Unicamp* pela utilização da máquina de ensaio.

Aos Professores, *Dr. Lourenço Correr Sobrinho, Dr. Mauro Antônio de Arruda Nóbilo e Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia*, pelas orientações no exame de qualificação.

Aos Alunos de Pós-Graduação, pelo alegre convívio; em especial aos colegas *Manoel Troia*, e *Ricardo Alexandre Zavanelli*, pela amizade e auxílio nas fundições.

Ao Colega e aluno de pós graduação em Materiais Dentários, *Gilberto Antônio Borges*, pelo auxílio na realização da Microscopia Eletrônica de Varredura e ao *Prof. Dr. Elliot Kitajima,* do Núcleo de Apoio à pesquisa da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"- USP- pela permissão de uso do microscópio.

Aos Profs. Dr. *Marcelo Ferraz Mesquita e Mauro Antonio de Arruda Nóbilo,* do Departamento de Prótese da Faculdade de Odontologia de Piracicaba / da *FOP-Unicamp*, pelo apoio e amizade.

À secretária do Departamento de Prótese e Periodontia, *Eliete Righetto*, pela atenção.

À *Sra. Joselena Lodi, (Dona Jôse)*, do laboratório de Prótese Parcial Removível, sempre solícita.

Aos Técnicos *Marcos Blanco Cangiani* do Departamento de Materiais Dentários e *Eduardo Pinez Campos* do Laboratório de produção, da *FOP-Unicamp,* pelo apoio e atenção.

Ao SENAI / Piracicaba, na pessoa do *Professor Andriota Rosa*, bem como do seu *Presidente, Sr. Orlando*, pela ajuda na retificação de nossas amostras.

Aos Colegas e *Profs. Marcos Frossard, Maurício Sella, Toshihiko Tan, Rene R. Fabbri, Bunji Shibayama, Paulo R. Boer, Alcides Gonini* do Departamento de Prótese da Faculdade Estadual de Londrina / UEL e Universidade Norte do Paraná / Unopar, por todo apoio, principalmente o de retaguarda, para que pudesse vencer mais esta etapa.

Ao *Prof. Dr. José Carlos Dalmas*, da Universidade Estadual de Londrina / UEL, pelo apoio, assim como pela análise estatística deste trabalho.

E também àquelas pessoas da *FOP-Unicamp*, as quais não pude destacar (Biblioteca, Manutenção, Auxiliares etc), que fizeram com que o trabalho caminhasse, o meu muito obrigado.

SUMÁRIO

Capítulo	Página
LISTAS DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SIGNIFICADOS	xix
RESUMO	1
ABSTRACT	3
1 INTRODUÇÃO / PROPOSIÇÃO	5
2 REVISÃO DA LITERATURA	11
3 METODOLOGIA	45
3.1 Material	45
3.2 Método	47
4 RESULTADOS	73
5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	85
6 CONCLUSÃO	93
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	95
ANEXOS	103

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SIGNIFICADOS

ABREVIATURAS / SIGLAS	SIGNIFICADOS
Al	Alumínio
A.D.A.	Associação Dentária Americana
C	Carbono
cm^3	Centímetro cúbico
cm	Centímetro
Co.	Companhia
D.M.S.	Diferença mínima significante
TiO_2	Dióxido de Titânio
TiO	Óxido de Titânio
VHN	Vickers Hardness Number (Número de dureza Vickers)
Etc	e as demais coisas (abreviatura de etecetera)
et al.	e outros (abreviatura de et alii)
EUA	Estados Unidos da América
g / cm^3	Grama por centímetro cúbico
G	Grama
ºC / min	Grau Celcius por minuto
ºC	Grau Celcius
º	Grau
H	Hidrogênio
Kgf	Quilograma força
Kg	Quilograma
Ltda.	Limitada
LFC	Low Fusing Ceramics (Porcelanas de baixa fusão)

MPa	Mega Pascal
μm	Micrometro
M.E.V.	Microscópia Eletrônica de Varredura
Ml	Mililitro
mm / min	Milímetro por minuto
mm	Milímetro
min	Minuto
Ni-Cr	Níquel-cromo
N	Nitrogênio
NBR	Norma Brasileira
N°	Número
Au	Ouro
O	Oxigênio
Pd-Ag	Paládio prata
%	Porcento
p>0,05	Probabilidade maior que 5 porcento
p<0,05	Probabilidade menor que 5 porcento
Prof.	Professor
r.p.m.	Rotação por minuto
Na	Sódio
Ti-6Al-4V	Titânio alumínio vanádio
Ti-5	Titânio grau 5
Ti-2	Titânio grau 2

RESUMO

O Titânio e ligas derivadas apresentam excelente biocompatibilidade, resistência à corrosão, baixo peso específico, custo reduzido e propriedades mecânicas que os aproximam das ligas nobres, justificando seu uso em peças protéticas. Contudo, carecem estudos comparativos que avaliem as combinações com porcelanas de baixa fusão disponíveis. O propósito deste estudo foi avaliar a influência de dois substratos metálicos (titânio comercialmente puro, Ti-2 ou grau 2 e a liga de Ti-6Al-4V, Ti-5 ou grau 5) combinados a 3 sistemas cerâmicos de baixa fusão comercialmente disponíveis, sobre a resistência de união, por ensaio de flexão de três pontos e natureza da fratura metal-porcelana, por microscopia eletrônica de varredura (M.E.V.) e comparar os resultados com a combinação da liga Paládio-Prata (Pd-Ag) com a porcelana convencional VMK 68 Duceram. Foram confeccionadas 60 tiras de metal medindo 25x3x05mm, sendo 30 de Ti-2 e 30 de Ti-5, e no centro de uma das faces, foi aplicado porcelana nas dimensões de 8x3x1mm. Para os dois metais, em 10 amostras foi aplicada a porcelana Vita Titankeramik, em outros 10 porcelana Triceram e em outros 10 porcelana Duceratin. O grupo controle consistiu de 10 corpos-de-prova da liga Pd-Ag com porcelana Duceram VMK 68. Realizou-se a análise estatística pelo método da análise de variância e teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. Os resultados mostraram que a resistência de união apresentada pelo grupo controle Pd-Ag / Duceram (47,98MPa), foi significantemente superior ao dos substratos em Ti-2./ Vita titankeramik (30,82MPa); Ti-2 / Triceram (26,58MPa); Ti-2 / Duceratin (22,72MPa) e das ligas Ti-5 / Vita titankeramik (27,18); Ti-5 / Triceram (25,53MPa); Ti-5 / Duceratin (22,90MPa). Por outro lado, para ambos os substratos, Ti-2 ou Ti-5, a combinação com a porcelana Duceratin (22,72MPa e 22,90MPa respectivamente) foi estatisticamente diferente à combinação Ti-2 / porcelana Vita Titankeramik (30,82MPa). A análise por microscopia eletrônica de varredura, mostrou fraturas predominantemente adesivas para os todos os substratos de Ti-2 e Ti-5 e fraturas predominantemente coesivas para o grupo controle Pd-Ag.

ABSTRACT

Titanium and its alloys have an excellent biocompatibility, corrosion resistance, low specific gravity, low cost and mechanical proprieties that are nearly equal to those of dental gold alloys, justifying its use in prostheses appliance. However, there is a lack of comparative studies that measure the combination with available low fusing porcelain. The purpose of this study was to evaluate the influence of two different metal substrates (commercially pure titanium, Ti-2 or grade II and alloy Ti-6Al-4V, Ti-5 or grade V) combined to three distinct low fusing ceramic systems commercially available on bond strengh and nature of porcelain-metal fracture, and to compare the results to a combination of palladium-silver (Pd-Ag) alloy/VMK 68 Duceram porcelain. Three point bending strength and scanning electron microscopy (SEM), were used to determine the bond strength and nature of porcelain-metal fracture. Sixty metal strips measuring 25x3x0.5mm were made – 30 of titanium grade II and 30 of titanium grade V, and on one side of their central portion it was applied a porcelain amount whose dimensions were 8x3x1mm. In both groups of metal strips, ten specimens received Vitatitankeramik porcelain, ten Triceram porcelain, and ten Duceratin porcelain. The control group consisted of ten specimens Pd-Ag alloy/ VMK68 porcelain Duceram. Statistical analysis were made by one way analysis of variance (ANOVA) and Tuckey test at 5% significance level. Results showed that the bond strength of the control group was statistical higher (47.98Mpa) then the group of Ti grade II respectively, Vitatitankeramik 30.82MPa, Triceram 26.58MPa, Duceratin 22.72MPa and Ti grade V respectively, Vitatinkeramik 27.18MPa, Triceram 25.53MPa and Duceratin 22.90MPa. In the other hand, for both substrates, when Duceratin porcelain was applied - Ti grade II (22.72MPa) and Ti grade V (22.90 MPa), the results were statistically diferents then Ti grade II / Vitatitankeramik (30.82MPa). The analysis of SEM indicated a predominance of adhesive fractures for the groups Ti grade II and Ti grade V, and cohesive fracture for control group Pd-Ag / Duceram.

1 INTRODUÇÃO / PROPOSIÇÃO

Titânio foi assim denominado por Klaproth, 1795, em homenagem aos Titans da mitologia grega. Foi isolado há mais de 200 anos (1791) por Gregor enquanto trabalhava com areia magnética (menachita). Sua produção comercial, a partir do tetracloreto de titânio, iniciou-se em 1940 com Wilhelm Kroll. É o quarto metal mais abundante na crosta terrestre, precedido pelo alumínio, ferro e magnésio, o que o torna, juntamente com suas propriedades mecânicas e resistência à corrosão, um dos metais mais importantes para o uso industrial (GEGEL & HOCH, 1973).

A norma técnica ASTM (Americam Society of Testing and Materials-1992) lista o titânio em diferentes graus, conforme a pureza, que é avaliada pela quantidade de oxigênio presente. Os graus de 1 a 4 referem-se ao titânio comercialmente puro e o grau 5, às combinações de elementos e sistemas de ligas.

Dentre as várias ligas de titânio, o sistema titânio-aluminio-vanádio (Ti-6Al-4V), Ti-5 ou grau 5 é o mais utilizado devido as melhores

propriedades físicas e mecânicas em comparação ao titânio comercialmente puro, Ti-2 ou grau 2 (LAUTENSCHLAGER & MONAGHAN, 1993). Apresenta respectivamente maior resistência à flexão, (890MPa, contra 340MPa), maior dureza (350VHN contra 210VHN), e com coeficientes de expansão térmica em torno de 8,8-9,2x$10^{-6}/^{0}C$, para ambos (OKA et al., 1996). O Ti-2 e o Ti-5 apresentam, respectivamente, densidades de 4,5g/cm^3 e 4,43g/cm^3 valores menores que os das ligas áureas e paladio-prata (18,3 e 10,7 g/cm^3) e dos sistemas Ni-Cr e Co-Cr (8,0 e 9,0 g/cm^3).

O titânio e suas ligas requerem equipamentos, procedimentos e materiais especiais, para fundição como forma de prevenir contaminações. Em altas temperaturas, reagem com elementos gasosos como o oxigênio, nitrogênio e hidrogênio. Devem ser manipulados em ambiente controlado, para evitar a formação de camada de óxido de elevada espessura que tende a reduzir a resistência e a ductilidade das estruturas obtidas. Além disto, durante a fundição, passam por uma transformação de estrutura cristalina hexagonal compacta, chamada de fase alfa, para uma estrutura cúbica de corpo centrada (fase beta) a $883^{0}C$ (PARR et al., 1985), permanecendo assim até a fusão ($1672^{0}C$). Esta mudança na estrutura cristalina tem influência direta nas propriedades do metal

(LAUTENSCHLAGER & MONAGHAN, 1993; KÖNÖNEN & KIVILAHTI, 2001).

O despertar com relação às pesquisas e as aplicações do titânio nos vários ramos da Odontologia, iniciou-se com Branemark e colaboradores na década de 1960, quando estudavam microcirculação em osso de coelho através da microscopia ótica "*in vivo*" (ALBERKTSSON, 1983). Sua biocompatibilidade e alta resistência à corrosão devem-se à formação de uma camada passivadora à base de óxido de titânio que praticamente inibe o ataque eletrolítico. (LAUTENSCHLAGER & MONAGAN, 1993). Estas características fizeram-no o material de primeira escolha na confecção de implantes dentários.

Almejando explorar as propriedades que o indicam à fabricação de implantes além da busca por ligas substitutas às ligas nobres ou do sistema níquel cromo – seja pelo elevado custo ou alergias (WANG & FENTON, 1996) – o titânio e suas ligas tornaram-se atrativos para o emprego em próteses dentárias. Entretanto, para a fundição odontológica, devido ao seu baixo peso específico, a injeção do metal liqüefeito no molde de revestimento exige cuidados especiais como o uso de câmara de vácuo. O desenvolvimento da tecnologia e de materiais específicos para fundição

(IDA et al., 1980) permitiu o avanço de pesquisas que culminaram com temas como a adaptação marginal de coroas de titânio (BERG, 1997; WALTER et al., 1999).

Por outro lado, a procura por restaurações estéticas levou ao desenvolvimento de sistemas cerâmicos para serem associados ao titânio e suas ligas (ADACHI et al., 1990; PROBSTER et al., 1996). Do ponto de vista técnico, a queima da porcelana sobre o titânio requer protocolo especial (ADACHI et al., 1990; KIMURA et al., 1990; DÉRANT & HERO, 1992; GILBERT et al., 1994; WANG & FENTON,1996; ORUÇ & KAMA,1999). A exposição do metal a temperaturas que excedam os 800°C leva à absorção de oxigênio e nitrogênio, proporcionando a formação de uma camada espessa de óxido superficial que pode atingir até 1μm de espessura, prejudicando a união da cerâmica ao substrato (MENIS et al., 1986; ADACHI et al., 1990;. KIMURA et al., 1990). Assim foram desenvolvidas as porcelanas de baixa fusão (Low Fusion Ceramics) (MENIS et al., 1986) que apresentam temperaturas de fusão próximas à 760°C (TOGAYA et al., 1983), estabilidade de cor (RAZZOG et al, 1994; ESQUIVEL et al., em 1995), resistência flexural e solubilidade química (ESQUIVEL et al, 1996), semelhantes as porcelanas convencionais e coeficiente de expansão térmica próximo ou ligeiramente menor ao do

titânio, reduzindo as tensões na interface e permitindo satisfatória união dos elementos (TOGAYA et al., 1983).

As pesquisas sobre o comportamento de substratos de titânio puro, combinados às cerâmicas de baixa fusão, iniciaram-se na última década, sendo assunto pouco explorado na literatura. Já a utilização da liga Ti-6Al-4V como substrato para combinações cerâmicas, permanece indisponível. Assim, a introdução contínua de novos sistemas cerâmicos de baixa fusão específicos para titânio instiga comparações e novas pesquisas, fazendo com que os propósitos deste estudo fossem:

a) Avaliar a resistência de união entre dois substratos metálicos à base de titânio (Ti-2 e Ti-5) combinados a três sistemas cerâmicos de baixa fusão disponíveis comercialmente (Vita Titankeramik, Triceram e Duceratin) mediante ensaio de flexão;

b) Observar a interface de união entre os substratos metálicos e as porcelanas após o teste de flexão, através de microscopia eletrônica de varredura;

c) Comparar os resultados com amostras obtidas da combinação liga paládio-prata (Pors-On 4) / cerâmica Duceram (grupo controle).

2 REVISÃO DA LITERATURA

GEGEL & HOCH, em 1973, descreveram que o titânio tinha sido assim denominado em homenagem aos Titans da mitologia grega, por Klaproth, um químico alemão, no ano de 1795. No entanto, atestaram ter sido Wilhelm Kroll quem desenvolveu o processo metalúrgico para a produção comercial do titânio puro metálico. Em uma fase inicial, dióxido de titânio era aquecido a uma temperatura de 500°C em presença de gás clorídrico, obtendo-se o tetracloreto de titânio, cloro, cloridrato de ferro e outras impurezas. O método idealizado por Kroll permitiu a produção em grande escala do titânio comercialmente puro ou de grau 2, com a finalidade principal de construir estruturas mais leves e resistentes para a indústria aeroespacial. Afirmaram que era o quarto metal mais abundante na crosta terrestre, precedido pelo alumínio, ferro e magnésio, o que o tornava, juntamente com suas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão, um dos metais mais viáveis para o uso industrial.

A complexidade das uniões metalocerâmicas levou CAPUTO et al., em 1977, a proporem um teste de resistência transversal (flexão). Foi utilizado uma lâmina metálica recoberta de cerâmica em sua porção central. As suas extremidades foram apoiadas sobre um dispositivo de sustentação,

ao passo que um carregamento axial incidia na parte central superior, empurrando a mesma para baixo até que fosse observada a falha de união da porcelana ao metal. Os resultados preliminares, usando a técnica proposta, indicaram a delaminação da porcelana abaixo. Assim criava-se um ensaio mecânico, onde tensões complexas eram induzidas à interface metal / cerâmica, gerando uma melhor análise do comportamento da mesma quando submetida a esforços.

IDA et al., em 1980, investigaram as propriedades do titânio e de suas ligas, avaliando suas aplicações para uso odontológico através do desenvolvimento de uma nova máquina de fundição denominada "Castamatic". Foram preparados e fundidos corpos de prova em titânio puro e outras ligas, incluindo o níquel, cobalto, cromo ou alumínio, como composições binárias ou ternárias. Foram estudadas as propriedades como: temperatura de fusão, resistência mecânica, dureza, fundibilidade e manchamento. Coroas e pontes de titânio, que jamais haviam sido usadas no âmbito odontológico foram passíveis de inclusão e fundição. Foi observado que a fusibilidade e as propriedades mecânicas do titânio foram tão satisfatórias quanto as das ligas de cromo-cobalto e níquel-cromo. Entretanto, afirmaram que este metal apresenta uma fundição dificultada, dada pela reatividade química a altas temperaturas, reação com o cadinho

devido à facilidade de oxidação. Algumas ligas de titânio também mostraram ter propriedades boas o suficiente, para aplicações em próteses dentárias.

ALBREKTSSON, em 1983, relatou que Branemark e seus colegas estudaram o tecido ósseo por microscopia ótica *"in vivo"* no início dos anos 60. Fabricaram câmaras metálicas e a implantaram na tíbia de coelhos. Por razões não inteiramente conhecidas, o metal escolhido foi o titânio puro. Os estudos iniciais se concentraram sobre as relações funcionais entre a medula e os tecidos ósseos durante a regeneração dos defeitos ósseos induzidos por trauma. Quando os pesquisadores tentaram remover a câmara de titânio do animal cobaia, foi feita uma importante observação: a câmara ótica metálica havia se incorporado ao tecido ósseo e estava intimamente aderente às minúsculas irregularidades da superfície do titânio. Como conseqüência desta observação, foram realizadas experiências que culminaram no desenvolvimento de um implante de titânio na forma de um parafuso. Em continuidade, foram realizados estudos de longo prazo em animais.

TOGAYA et al., em 1983, estudaram a aplicação do Ti puro na união com diferentes porcelanas, com o propósito de investigar sua

fundibilidade. O grupo controle foi composto de ligas de ouro (Au) e níquel-cromo (Ni-Cr). Nessas ligas convencionais, utilizou-se revestimento fosfatado. Para titânio, revestimento com magnésio, em razão de sua alta resistência à temperatura. Ao todo, foram empregadas oito tipos de porcelanas, sendo: três comerciais (Shofu Dental, Mfg. Co., Ltd.; Ceramco, Inc.; Vita Zahnfabrik), duas misturas destas comerciais e outras três porcelanas de baixa fusão, preparadas especialmente para o experimento, com temperaturas de cocção próximas a 760°C. Foi verificado o coeficiente de expansão térmica, as propriedades de oxidação, a resistência de união das porcelanas aos diferentes metais, e suas propriedades mecânicas. Sabendo que o coeficiente de expansão térmica do titânio é de 9,41 x $10^{-6}/^{0}$C, no intervalo de 25°C a 400°C, considerado mais baixo que as ligas de Au e Ni-Cr, observaram que, para as três porcelanas comerciais, o coeficiente de expansão térmica não coincidiu com o do titânio puro, sendo maior. Para as duas porcelanas comerciais misturadas entre si, encontraram valores próximos às do titânio, assim como para as porcelanas especialmente preparadas para o experimento. Quanto ao teste de resistência de união entre os metais e as porcelanas, os resultados mostraram que quando havia uma grande discrepância no grau de expansão térmica, a resistência de união era baixa e quando a discrepância era considerada leve, a resistência de união do titânio puro para algumas

porcelanas tornava-se maior que 160kg/cm^2. Finalizam os autores afirmando que as baixas temperaturas de fusão das porcelanas são desejáveis para evitar o excesso de oxidação na superfície do metal.

PARR et al., em 1985, comentaram aspectos importantes a respeito do titânio e suas ligas. Foram relatadas propriedades singulares como força, resistência à fratura, biocompatibilidade e resistência à corrosão, e que o Ti estava presente de forma abundante na crosta terrestre, sendo que a maior parte deste metal extraído era convertido em pigmento para tintas, e que apenas 5 a 10% estava sendo utilizado como metal. Foi comentado que uma transformação de fase ocorria a 882°C e o titânio poderia existir em três formas: alfa, beta e alfa-beta. A adição de elementos como o vanádio e o alumínio produziam uma solução sólida verdadeira. O vanádio estabilizava a fase beta e o alumínio estabilizava a fase alfa. Outra importante propriedade do titânio relatada, é que o único metal que podia ser colocado em contato com outros metais e não perder sua passividade. A estabilidade e a inércia da camada de óxido da sua superfície concorria para proteger o titânio da quebra de corrosão quando usado no corpo humano.

MENIS et al., 1986, estudaram a aderência da porcelana de baixa fusão ao titânio a temperaturas de aproximadamente 800°C. As características de oxidação e baixo coeficiente de expansão térmica do titânio, fizeram com que houvesse necessidade de porcelanas com temperaturas de cocção e expansão térmica menores (*"low fusion ceramics"*). Embora os autores tenham encontrado força de união da cerâmica ao metal nominalmente comparável a união cerâmica e liga de níquel-cromo, concluíram que a porcelana separou-se do titânio na interface metal-óxido.

YOUNG et al., em 1987, avaliaram o efeito de três desenhos de condutos de alimentação sobre a fundibilidade de três ligas usualmente utilizadas na confecção de restaurações metalocerâmicas: prata-paládio, níquel-cromo e ouro-paládio. Os autores demonstraram que a fundibilidade da liga - ou a habilidade de reproduzir os detalhes do padrão de cera - era um fator crítico para o sucesso da restauração, sendo esta afetada por muitos fatores como: a seleção da liga, a técnica e o desenho dos condutos, o material de inclusão, o procedimento de eliminação da cera e o processo de fundição. Foi realizado um total de 45 fundições, usando uma malha de poliéster com 24x30x0,3mm de diâmetro como padrão. Foram confeccionados desenhos de condutos seguindo o modelo proposto por

Runner (um conduto primário e dois condutos saindo deste, unidos à malha), por Reservoir (2 condutos plásticos pré-fabricados com reservatórios redondos unidos à malha) e por Russeau (uma barra principal angulada em 70^0, com 2 condutos unidos à malha). Os padrões foram incluídos em revestimento fosfatado e fundidos. Após a fundição, os blocos foram desincluídos e jateados com oxido de alumínio (50μm) para remover os resíduos. O número total de corpos de prova fundidos foi verificado, contado e registrado visualmente. Com qualquer uma das três ligas utilizadas, o desenho, segundo o modelo de Russeau, teve o melhor desempenho, sendo observado que a formação de ângulos vivos deveria ser evitada em qualquer tipo de desenho.

ADACHI et al., em 1990, analisaram a união de uma porcelana experimental de baixa fusão e de baixo coeficiente de expansão (alfa = 7,1 x $10^{-6}/^0$C) ao titânio puro e à liga Ti-6Al-4V através de espectrometria por raio-X, medindo a área coberta com porcelana. A adesão do óxido ao Ti puro e Ti-6Al-4V oxidadas a 750°C e 1000°C também foi mensurada. O efeito da oxidação posterior que poderia ocorrer durante a queima da porcelana também foi avaliado pela queima simulada sem aplicação de porcelana. A região da interface de união porcelana / titânio puro e Ti-6Al-4V foi examinada em um microscópio eletrônico de varredura (MEV), após

ensaio mecânico. Os resultados mostraram que a porcelana foi quase totalmente delaminada do substrato metálico, permanecendo menos de 1% de superfície coberta. A aderência ao óxido a 750°C foi adequada, mas as amostras oxidadas a 1000°C exibiram baixa aderência. Os tratamentos de oxidação simulada, produziram significante diminuição de aderência. Os tratamentos de oxidação a 750°C produziram camada de óxido fina para ser visualizada ao MEV. Contudo a 1000°C, esta camada foi de 1μm de espessura. A mais baixa aderência ao óxido foi encontrada, quando a camada produzida, alcançou a espessura de 1μm, ocorrendo a completa delaminação da porcelana.

BERGMAN, em 1995, em seu manual de fundição de peças dentais confeccionadas em Ti, fez considerações acerca deste assunto. Relatou que uma liga contendo 99,5% de Ti, também denominada de Ti comercialmente puro, passava por uma transformação de estrutura cristalina hexagonal compacta (fase alfa) para uma estrutura cúbica de corpo centrado (fase beta) a 883°C. Esta mudança de estrutura cristalina, segundo o autor, estava diretamente relacionada com as propriedades do metal. A temperatura de transformação de fase podia ser aumentada ou diminuída pela adição de certos elementos. Desta forma, era possível estabilizar a fase requerida por um certo campo de aplicação. O Ti era um

metal muito reativo, mas a delgada película que se formava instantaneamente e espontaneamente sobre sua superfície em contato com o ar, o transformava de uma condição ativa para passiva. A película de óxido era razoavelmente protetora contra o ataque químico. Contudo, soluções ácidas que eram redutoras por natureza, ambientes com alto poder oxidante e a presença de íons fluoretos diminuíam a qualidade protetora da película de óxido e o fenômeno corrosivo podia ocorrer. Assim, o Ti apresentava uma resistência à corrosão dependente da estabilidade e do poder de reparação da camada de óxido na superfície e a presença de íons fluoretos reduzia esta natureza protetora. Foi ressaltado pelo autor que apenas os agentes profiláticos com fluoretos ácidos afetavam a superfície do Ti e não as soluções de fluoretos de sódio neutro.

KIMURA et al., em 1990, investigaram a influência de vários tratamentos térmicos sobre a reação que ocorria na interface porcelana / titânio, resistência de união e dureza Vicker. Amostras de titânio puro nas dimensões 20 x 18 x 1mm^3 sofreram um tratamento de queima a 600, 700, 800, 900 e 1000°C sob efeito do vácuo e do ar. A identificação da formação do óxido sobre as superfícies foi conduzida por um difractometria de raio X. Os resultados destas análises em ambos os padrões mostraram apenas a fase alfa do titânio nos estágios iniciais, ou seja, à temperatura de 600°C.

Quando as temperaturas estiveram entre 700 e 800°C, a intensidade da fase alfa diminuiu levemente e óxido de titânio (TiO_2) foi identificado. A intensidade do TiO_2 foi muito grande quando a temperatura chegou próximos a 900°C. Quanto aos meios ar-vácuo, não foram verificadas diferenças significantes entre as amostras. Os valores da resistência de união, foram altos para temperaturas abaixo dos 600°C, e para temperatura próxima e acima dos 900°C foram baixos. Os resultados da dureza Vicker nos tratamentos térmicos, mostraram que esta aumentou quando a temperatura também aumentou, especialmente acima de 900°C.

Segundo a norma da ASTM (*"American Society of Testing and Materials"*) de 1992, o titânio foi identificado como elemento metálico por Gregor na Inglaterra em 1971. Muitos anos mais tarde, Klaproth na Alemanha nominou-o titânio a partir dos Titans da mitologia grega. O titânio é apresentado em diferentes graus conforme a pureza, avaliada pela quantidade de oxigênio presente. Os graus de 1 a 4 referem-se ao titânio puro e o grau 5, às combinações de elementos e sistemas de ligas. Dos graus avaliados, o grau 2 (Ti-2) é normalmente usado para aplicações de baixa solicitação enquanto a liga Ti-6Al-4V ou de grau 5 (Ti-5), é empregada para em construções que requeriam alta resistência. O titânio tornar-se alotrópico a aproximadamente 885°C, trocando de estrutura cristalina

hexagonal compacta (fase alfa), para uma estrutura cúbica de corpo centrado (fase beta). Esta transformação é fortemente influenciada por elementos intersticiais como oxigênio, nitrogênio e carbono, chamados de alfa estabilizadores.

DÉRAND & HERO, em 1992, estudaram a resistência de união das porcelanas às superfícies de titânio usinadas e fundidas, a partir do teste de flexão de quatro pontos. Sobre as superfícies foram aplicados dois tipos de porcelanas (O'Hara e Duceratin). As amostras em titânio fundidas receberam dois tratamentos, para produzir variações no nível de impureza antes da aplicação da cerâmica, com jatos de óxido de alumínio de partículas de 250 e 50μm e aplicação de um agente de união denominado "*goldbond*". A análise das fraturas entre o titânio e porcelana apresentou traços de porcelana sobre o metal. O lado da porcelana voltado aos espécimes fraturados, mostrou evidências de titânio ou óxido de titânio, onde a superfície se apresentava negra ou cinza. Nenhuma diferença significativa quanto à resistência de união foi encontrada entre as porcelanas ou entre o titânio fundido e usinado, após jateamento com óxido de alumínio de partículas de 250μm. Entretanto, valores significantemente mais baixos, foram encontrados para os espécimes somente limpas e jateadas com partículas de 50μm.

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

AKAGI et al., 1992, pesquisaram diversas propriedades de combinações entre titânio e cerâmicas. Prepararam quatro ligas para avaliação originárias de uma liga padrão, cujas composições continham as seguintes porcentagens: 10,06 titânio (Ti), 78,95 níquel (Ni), 9,02 paládio (Pd) e 1,77 estanho (Sn), com e sem a presença de irídio. A outra liga era composta de 89,81 (Ti), 8,75 (Ni), 1,03 (Pd) e 0,18 (Sn), com e sem a presença de irídio. Os resultados foram comparados a uma liga de metal nobre denominada (TPW), a uma liga de metal em níquel-cromo (Ni-Cr), ao titânio puro e liga Ti-6Al-4V. Observaram a dureza Vicker's, temperatura de fusão, resistência de união (MPa), módulo de elasticidade e alongamento, coeficiente de expansão térmica e cobertura de óxido superficial. Verificaram diferenças no coeficiente de expansão térmica e na camada de óxido formada. Afirmaram que diferenças no coeficiente de expansão térmica deviam ser ao redor $\pm 1x10^{-6o}C$, para que houvesse compatibilidade térmica e, consequentemente, alta resistência de união. O titânio puro produziu a maior quantidade de óxido, ao redor de $109,4x10^{-4}$ mg/mm^2, seguido pela liga Ti-6Al-4V com $56,3x10^{-4}$ mg/mm^2 .

LAUTENSCHLAGER & MONAGHAN, em 1993, fizeram um levantamento a respeito das propriedades do titânio (Ti), lembrando que

desde 1950, foi referendado por aqueles que trabalhavam na industria aeroespacial como o "maravilhoso metal" por duas razões: por suas raras e desejáveis propriedades e pelo importante papel na construção de artefatos protéticos, fios ortodônticos e limas endodonticas na Odontologia, além da área médica. Ressaltaram que o titânio era abundante na crosta terrestre, compreendendo cerca de 0,6%, sendo milhões de vezes mais abundante do que o Ouro (Au) e com processo de extração mais barato. Não se encontrava em seu estado elementário, mas na forma de óxido de titânio- (TiO_2) rutile ou ilmenite ($FeTiO_3$). Propriedades como baixos peso e densidade ($4,5g/cm^3$), módulo de elasticidade comparável ao Au, combinado com a alta resistência fazia do Ti e suas ligas um dos metais com as melhores proporções resistência / peso. Lembraram ainda que o Ti passava por uma transformação da fase alfa (hexagonal) para a fase beta (estrutura cúbica centrada) a $883^{O}C$, permanecendo nesta forma cristalográfica até a fusão a $1672^{O}C$. Podia ser fundido com uma gama de elementos sem alteração de suas propriedades, melhorando o desempenho. Elementos como alumínio, gálio, estanho, mais os elementos intersticiais como carbono, oxigênio e nitrogênio, podiam estabilizar a fase alfa, resultando em bom desempenho a altas temperaturas. Elementos como vanádio, nióbio, tantálio e molibdênio estabilizavam a fase beta, a qual tendia a ser completamente maleável. Neste sentido, a liga mais

popular era a Ti-6Al-4V contendo, em peso, 90% titânio, 6% de alumínio e 4% de vanádio. Com respeito ao uso em próteses fixas, lembraram que pesquisas adicionais eram necessárias para aperfeiçoar as técnicas de união do titânio à cerâmica.

KÖNÖNEN & KIVILAHTI, em 1994, estudaram os problemas básicos da queima da porcelana sobre o titânio comercialmente puro (Ti-2). Fundiram uma porcelana de baixa fusão (Duceratin), com duas camadas de opaco (0,3mm), duas camadas de dentina e "*glaze*" (1,2mm), perfazendo espessura de 1,5mm sobre 100mm^2 de área em tiras de titânio medindo 20x10x1,7mm. Previamente à aplicação da porcelana, as tiras foram polidas mecanicamente. Um grupo sofreu jateamento de óxido de alumínio (50μm, a 2atm), o outro grupo foi polido eletroliticamente em solução de ácido perclorídrico. As regiões interfaciais entre a cobertura de cerâmica e o titânio foram analisadas usando um microscópio acústico de varredura (MAV) e um microscópio eletrônico de varredura (MEV), após os teste de flexão. Os resultados do MAV deram evidências que a integridade das junções entre a porcelana e o titânio era melhor nas amostras jateadas que naquelas amostras polidas eletroliticamente, onde os defeitos foram maiores. As análises de MEV, confirmaram os achados da MAV. Pouca quantidade de porcelana aderida foi observada. Concluíram que como as

camadas de reação foram contínuas nas amostras polidas eletroliticamente, a propagação das fraturas, foi mais rápida nestas amostras durante os procedimentos de resfriamento.

HANAWA et al., em 1994, investigaram a difusão de elementos químicos procedentes das porcelanas, em direção à camada de óxido formada sobre a superfície do titânio. Utilizaram-se de três tipos de porcelanas comerciais conformadas em discos nas dimensões de 15mm de diâmetro por 2mm de espessura, sobre as quais foram depositadas o titânio sob vaporização. As amostras foram queimadas de acordo com a orientação do fabricante e por espectroscópio eletrônico de raio X, a difusão de elementos químicos foi observada. Os elementos químicos sódio, potássio e bário foram detectados, formando óxidos complexos com o titânio. Estes poderiam estar envolvidos dentro da união entre o titânio e a porcelana.

Com a introdução no mercado de um agente próprio de união da porcelana de baixa fusão ao titânio que, segundo os fabricantes, facilitaria esta união sob o ponto de vista técnico, GILBERT et al., em 1994, avaliaram os efeitos deste agente de união, pelos testes de cisalhamento e resistência de união por teste flexão de três pontos, em amostras padrões feitas de três

combinações de materiais: a) agente de união com o titânio usinado e a porcelana; b) titânio e porcelana sem agente de união; c) fundição da porcelana convencional em liga de paládio. Os corpos-de-prova para o teste de cisalhamento foram constituídos de cilindros de porcelana de 6mm de diâmetro por 8mm de extensão, unidos por fundição a cilindros de metal de 6mm de diâmetro por 13mm em extensão. Para o teste de flexão, foram fabricadas barras de metal de 25x3x0,5mm, sendo a porcelana, aplicada no centro nas dimensões de 8x3x1mm. Concluíram que quando utilizaram agente de união, a resistência de união da porcelana fundida ao titânio usinado foi baixa, porém significativamente maior que união da porcelana convencional à liga de paládio determinada tanto pelo teste de flexão, como o de cisalhamento. Já para as amostras de titânio sem o agente de união, a resistência ao cisalhamento diminuiu significativamente, porém não sendo observada diferença significativa pelo teste de flexão.

RAZZOG et al., 1994, investigaram a estabilidade de cor de duas diferentes porcelanas, uma convencional de alta fusão (Ceranco) e outra de baixa fusão (Procera). Amostras de titânio de 20mm diâmetro, serviram de substrato para as amostras de 2mm de espessura de porcelana de baixa fusão, nas cores A3, A3,5, C3 e D3. Cinco cores de igual número de ligas (Olympia) foram fundidas nas mesmas dimensões para a porcelana

comercial de alta fusão. A cor de cada uma das amostras, após a queima e glaze, foi mensurada pela escala Minolta (Minolta Inc., Osaka, Japan) e quantificada pelo uso de um colorímetro. As leituras dos resultados foram feitas antes e após a exposição de 100, 300 600 e 900 horas de simulação de aceleração de envelhecimento. Embora as comparações demonstrassem diferenças de trocas de cores entre as porcelanas, quanto à estabilidade de cor, conclui o autor, nenhuma das porcelanas testadas, tiveram notáveis trocas após 100, 300, 600 e 900 horas de aceleração de envelhecimento.

ESQUIVEL & WOZNIAK, em 1995, examinaram a resistência de cor entre 2 porcelanas de baixa fusão (Procera e Duceratin) para uso com o titânio puro e uma porcelana convencional feldspática (Vita VMK 68), através do método visual, de acordo com o protocolo da ADA n° 69. O desvio de cor também foi quantificado com o uso de um calorímetro. As amostras de cada produto foram preparadas usando as instruções do fabricante e foram divididas em 2 grupos de 20 cada. Um grupo de 10 amostras foi imerso em azul de metileno (com e sem glaze) e o outro em água destilada, para controle (com e sem glaze). Os valores de cor para cada amostra foram previamente registrados. Discernimento visual de alteração de cor esteve presente nas amostras sem o glaze para as três

porcelanas imersas em azul de metileno. Quanto à cobertura com glaze, a comparação da resistência de cor das três porcelanas, após imersão em azul de metileno, não apresentaram valores estatisticamente significantes. Já, para as amostras imersas em água destilada, com ou sem glaze, nenhuma alteração de cor foi detectada visualmente.

Em 1996, ESQUIVEL et al., pesquisaram a contração térmica linear, resistência à flexão e a solubilidade química de duas porcelanas de baixa fusão (Procera, Duceratin) para união com o titânio e compararam os resultados com uma porcelana convencional (Vita VMK 68) para o sistema cerâmico / metal, analisando também, as microestruturas fraturadas dos espécimes através de um microscópio eletrônico de varredura. Todos os espécimes foram fabricados de acordo com as instruções de cada fabricante. Os resultados mostraram que, as médias do desvio padrão de contração térmica linear obtidos para Vita VMK 68, Procera e Duceratin foram de 11,51%, 14,74% e 11,69%, respectivamente, sendo a contração linear térmica significantemente maior para a porcelana convencional VMK 68 em relação às outras duas. As médias e desvios padrão de resistência flexural obtidas para as cerâmicas Vita VMK 68, Procera e Duceratin foram de 130,00 MPa (21,43), 134,30 MPa (15,58), e 142,42 MPa (31,45), respectivamente, indicando que não houve diferença significante entre os

três sistemas de porcelana. Quanto às análises de solubilidade química, os resultados também mostraram que não houve diferença entre as três porcelanas. Ao microscópio eletrônico de varredura, a topografia da superfície da Vita VMK 68, mostrou ser mais áspera que as duas outras porcelanas, embora bem condensada, a análise mostrou a presença de pequenos números de vãos com tamanhos em torno de 10 a 40 um. A porcelana Procera mostrou evidências de defeitos internos na ordem de 20 a 70 um e estavam dispersas em toda a superfície das amostras. A porcelana Duceratin teve menores porosidades e as dimensões variaram de 20 a 60 um, não sendo estatisticamente significante em relação às demais.

PANG et al., em 1995, compararam a resistência de união entre a liga de paládio-cobre combinada à porcelana VMK 68, o titânio puro à porcelana Duceratin e da combinação titânio usinado / porcelana Procera, observando a causa da falha na união. Também foram investigados os efeitos das múltiplas queimas, em relação à força de união titânio / porcelana. Às tiras de metal nas dimensões de 25x3x0,5mm, foram aplicadas as porcelanas em espessura uniforme de 1,0x8mm em extensão. Os espécimes foram submetidos ao teste de flexão de três pontos. A comparação da resistência de união entre os três sistemas, indicou valores de 13,412N, 8,296N e 7,383N, respectivamente, para paládio-cobre /

porcelana VMK 68, titânio / duceratin e titânio / procera, ocorrendo diferenças superiores estatisticamente para a liga paládio-cobre em relação às porcelanas com substratos de titânio. Entre os dois sistemas de porcelanas combinados ao titânio, não foram verificadas diferenças. A falha na união paládio-cobre / porcelana VMK 68 aconteceu dentro da porcelana, indicando que houve falha coesiva. A fotomicrografia das fundições de titânio / porcelana Duceratin, após a fratura, indicou tanto falha coesiva como adesiva, principalmente adesiva entre o titânio e a porcelana. No titânio usinado, verificaram fratura na interface entre o agente de união e superfície de metal, indicando que a causa da falha de união deste sistema era principalmente adesiva entre o metal e a porcelana. Verificam também que em relação ao teste de múltiplas queimas não houve diferenças na resistência de união entre a porcelana e o titânio puro ou de grau 2.

PRÖBSTER et al., em 1996, compararam através do teste de flexão de três pontos, três sistemas cerâmicos disponíveis no mercado para aplicação sobre o titânio, comparando os resultados com a combinação liga níquel-cromo (Ni-Cr) e cerâmica convencional Vita VMK 68. Padrões de cera de 30x5x0,7mm foram fundidos em titânio puro. Após fundição, no centro de cada um deles, aplicaram as cerâmicas Vita Titanium (Ti / V), Detrey (Ti / DT= Tibond) e Duceratin (Ti / DUC), nas dimensões de

10x5x1mm. Um grupo de seis amostras de cada um dos sistemas foi submetido a um processo de envelhecimento. Os resultados indicaram que a união entre titânio e cerâmica era possível, contudo a resistência de união, em relação à combinação, envolvendo a cerâmica convencional, foi menor, variando em torno 38 a 58%. O valor para resistência de união foi de 13,60MPa para o sistema Ti / Vita que não usou agente de união, o qual pode ter sido a razão da mais fraca resistência de união durante o teste de flexão. Segundo os autores, o agente de união prevenia a formação da camada de óxido durante a queima. No sistema Ti / Vita, observaram somente falhas do tipo adesiva, que ocorreram na interface metal / cerâmica. Nos outros dois sistemas foram detectadas falhas coesivas, que ocorrem no interior das cerâmicas. Entretanto, quanto à resistência à flexão, não houve diferenças entre os três sistemas. Concluíram os autores que seria interessante investigar também a aplicação do agente de união para a combinação no sistema titânio / porcelana Vita.

WHITE et al., em 1996, avaliaram a resistência da camada de porcelana fundida a barras de titânio para determinar o tipo de falha e observar a interface porcelana / titânio. Amostras foram divididas em grupos compostos de barras de titânio, titânio / porcelana, porcelana / titânio e porcelana pura. As amostras foram submetidas ao teste de flexão de três

pontos. Segundo os autores, este teste produz maior tensão de cisalhamento que o teste de flexão de quatro pontos, além de ser adequado como teste para fratura de amostras. Especificamente, para o sistema porcelana / titânio, a resistência de união foi de 26MPa. As observações ao microscópio eletrônico de varredura e análise por energia dispersiva de raio-X demonstraram que a união titânio / titânio foi diminuída, devido à delaminação da fina camada de óxido.

WANG & FENTON, em 1996, realizaram uma extensa revisão de literatura sobre as aplicações do titânio em aparelhos protéticos, fixos e removíveis. Comentaram que a aplicação e evolução do titânio na medicina e, sobretudo em implantes dentais, aumentaram drasticamente nos últimos anos em razão da biocompatibilidade, resistência à corrosão e propriedades mecânicas e físicas. Relembraram que o titânio havia sido isolado por volta de 200 anos atrás, tendo tornado conhecido nos últimos 40 anos. Estava disponível em 4 diferentes graus. A liga mais empregada era a de titânio / alumínio / vanádio (Ti-6Al-4V) devido às características mecânicas. A resistência de união do titânio comercialmente puro e da liga Ti-6Al-4V girava em torno de 240 e 890MPa, respectivamente, e a microdureza, na ordem de 210 Vicker. O titânio e suas ligas desenvolviam uma camada de óxido estável e com alta integridade, tenacidade e

aderência, a qual se restaurava imediatamente frente a algum dano, na presença de ar ou de água. Lembraram que alguns autores haviam feito relatos de problemas com a fundibilidade, porosidade, união à porcelana e soldas. Outros mostraram ser clinicamente aceitáveis as fundições de titânio. Finalizaram atestando que a substituição de ligas de ouro por titânio no uso em próteses dentais vinha sendo um lento processo e que o uso de restaurações de titânio era baixo pela deficiência de conhecimentos entre dentistas e pela carência de estudos longitudinais. Afirmaram que o futuro do titânio na Odontologia parecia promissor.

OKA et al. em1996, avaliaram os efeitos que poderiam ocorrer na resistência de união titânio / porcelana, com a presença de diferentes conteúdos de bário na composição da porcelana. Amostras de porcelana foram fabricadas para verificação do coeficiente de expansão térmica e para os testes de flexão. O coeficiente de expansão térmica verificado na porcelana foi constante e de $10x10^{-6}/^{O}C$ – determinado abaixo dos $480^{O}C$ - e de $30x10^{-6}/^{0}C$ - acima de $480^{O}C$ - com a adição de bário. A força de união da porcelana ao titânio aumentou com o aumento do bário. Após os testes de flexão, verificaram que a porcelana não fraturou no corpo, mas na interface entre o titânio e o óxido de titânio. Concluíram que a adição de

bário na porcelana aumentava a força de união em razão da sua difusão no óxido de titânio durante a queima.

Fazendo uso de um questionário, BERG em 1997, estudou a opinião de vários dentistas, a respeito do uso clínico de restaurações de titânio. A pesquisa foi realizada de 1988 até 1995, por um único laboratório na Noruega, cuja produção de coroas e próteses removíveis de titânio era estimada em mais de 10.000 unidades. O questionário foi endereçado a 72 dentistas. Sete destes não responderam, um entregou incompleto e 64 completaram, representando 89% do montante. Dentre as conclusões a que chegou o pesquisador, a relacionada ao comportamento clínico das restaurações de titânio, foi considerado satisfatória. Alguns problemas relacionados à parte técnica e estética também foram observados. A vantagem relatada neste estudo, foi com relação ao baixo custo do material comparado com as restaurações convencionais.

Preocupados com a união titânio / porcelana - problema ainda não resolvido até o momento para o uso corrente de restaurações - WANG & FUNG, em 1997, propuseram determinar os efeitos possíveis da cobertura de cromo sobre a formação do óxido de titânio. Foram comparadas as combinações da cobertura salpicada e método eletroplatina para aplicação

de cromo. Amostras em titânio foram divididas em 5 grupos de 30. Cada grupo teve sua superfície modificada por um dos cinco métodos abaixo, com exceção do grupo controle: a) eletroplatina com Cr por 10 minutos; b) eletroplatina com Cr por 15 minutos; c) cobertura salpicada com Cr por 20 minutos; d) cobertura salpicada com Cr por 20 minutos e eletroplatina por 10 minutos; e) cobertura salpicada por 20 minutos mais eletroplatina por 15 minutos. Para as amostras com superfícies não modificadas, os resultados mostraram que o óxido formado sobre o titânio, nas temperaturas de sinterização das porcelanas foi poroso, não protetivo, não aderente e inadequado para união da porcelana; a cobertura salpicada foi insuficiente para proteger o titânio da oxidação nas temperaturas de sinterização da porcelana. Os espécimes que mostraram os melhores resultados foram aqueles que combinaram o método de cobertura, a temperatura de 750^0C. Concluíram que o método de eletroplatinização requeria mais investigação e desenvolvimento para que camada uniforme de cromo pudesse ser depositada sobre o titânio.

ANUSAVICE, em 1998, discorreu que a resistência à flexão, resistência transversa ou módulo de ruptura, é essencialmente o teste de resistência de uma barra apoiada em ambas as extremidades, quando submetida à flexão de três pontos, cuja fórmula matemática para o cálculo

da resistência à flexão é: $\sigma = 3Pl / 2bd^2$, onde σ é a resistência à flexão, l a distância entre os corpos, b a largura do corpo-de-prova, d a espessura do corpo-de-prova e P, é a carga máxima no ponto de fratura. As unidades de tensão são força sobre a área, comumente fornecidas em unidades internacionais de megapascais. Este teste é, de certo modo, uma mensuração coletiva de tensões de tração, compressão e cisalhamento simultaneamente. Entretanto, para corpos-de-prova finos o suficiente, é denominado por tensões de tração que se desenvolvem ao longo da superfície inferior. Quando uma carga é aplicada, o corpo-de-prova flexiona. A deformação resultante é representada pela diminuição em comprimento da superfície superior de um corpo-de-prova em forma de barra e um aumento de comprimento da inferior. Consequentemente, as tensões principais na superfície superior são compressivas, enquanto aquelas na superfície inferior, são de tração. Para materiais friáveis, como as cerâmicas, o teste de flexão é preferível ao teste de compressão diametral, pois os testes de flexão simulavam de modo mais aproximado as distribuições de tensões em próteses dentais, de elementos múltiplos e de cantiléver.

Como as falhas que ocorriam em restaurações de titânio / cerâmica, eram de interesse na Odontologia clínica, WANG et al., em 1998,

procuraram simular fissuras internas e defeitos da não aderência da interface titânio / porcelana, observando-as através de microscópio acústico de varredura (MAV) e microscópio eletrônico de varredura (MEV), após teste de flexão. Foram usadas as seguintes amostras: 1- titânio e porcelana sem agente de união; 2- titânio e porcelana com cobertura de paládio; 3- titânio e porcelana com cobertura de cromo, como barreira de difusão do oxigênio; 4- titânio e porcelana com agente de união, como grupo controle. As análises do MAV e MEV foram correlacionadas com os resultados de teste de flexão. Concluíram que as amostras de titânio com cobertura de paládio apresentaram maior resistência de união, menor quantidade de fissuras internas e maior quantidade de porcelana aderida que o grupo controle. A utilização do cromo sobre o titânio, não produziu diferença em relação ao grupo controle. Sem agente de união, o grupo constituído de titânio apresentou a menor resistência de união, com o mais alto grau fissuras e menor quantidade de porcelana aderida.

A influência da termociclagem e um método de união adequado e durável para o tratamento da superfície do titânio, foram tema de investigação de TAIRA et al., em 1998. Constituíram 2 grupos: um obtido por usinagem do titânio, os quais foram submetidos ao tratamento térmico e o outro por fundição que foram submetidos ao seguinte tratamento: a)

polimento com esmeril; b) jateamento com óxido de alumínio após polimento com esmeril. Todos os substratos foram unidos a uma amostra de resina acrílica em forma de roda e submetidos ao teste de cisalhamento. Os resultados da termociclagem, não mostraram diferenças significativas entre os grupos. Os resultados para as comparações entre os tratamentos com polimento e esmeril e jateamento apontaram que, embora ambos tivessem sido efetivos, nas amostras jateadas ocorreu o menor decréscimo na força de união, sendo que o excesso de óxido de titânio na superfície pode ter sido o causador da menor resistência de união.

WALTER et al., em 1999, acompanharam por 6 anos, próteses fixas de três e de quatro elementos e coroas unitárias, feitas em titânio, em ouro, com e sem cobertura de cerâmica. O estudo foi baseado em um total de 47 pacientes. As infra-estruturas em titânio foram fabricadas com titânio puro ou de grau 2, sobre as quais aplicaram a cerâmica Duceratin. As próteses fixas em liga de ouro foram fundidas em Degudent U, com cobertura em cerâmica Vita VMK 68. O acompanhamento não mostrou a ocorrência de falhas no grupo de próteses em ouro, apenas uma no grupo contento coroas. No grupo do titânio, foram detectadas 9 falhas, quatro delas em coroas e cinco para os pônticos. O grupo em titânio referente às

próteses, mostrou-se inferior estatisticamente em relação ao grupo com liga de ouro, o mesmo não ocorrendo em relação às coroas.

ORUÇ & KAMA, em 1999, investigaram a microinfiltração entre o titânio e a porcelana. Fabricaram 60 discos, sendo metade em titânio puro (Grupo Ti) e a outra metade em cobalto-cromo (Remanium CS - Grupo RCS). Cada grupo foi dividido em três subgrupos, contendo 10 amostras cada para que fossem submetidos a diferentes ciclos de queima da porcelana. Para aumentar a resistência de união dos sistemas, as amostras foram limpas e jateadas com óxido de alumínio com granulação de 50μm e agente de união aplicado sobre a superfície do metal. Todas as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 2 semanas e submetidas a 100 ciclos com temperaturas de variação de 5 a 55°C, a cada 30 segundos. Para o teste de microinfiltração, as amostras foram armazenadas em solução de fuccina básica por 2 dias. Observaram que ocorreu grande microinfiltração nas amostras do grupo Ti e Remanium. Os diferentes ciclos de queima não afetaram a quantidade de microinfiltração em ambos os grupos. Entretanto, a quantidade de microinfiltração nas amostras do grupo Ti foi significantemente mais baixa que nas amostras do grupo Remanium.

UNICAMP

YILMAZ & DINÇER, em 1999, investigaram a compatibilidade de união entre o titânio e a porcelana (Vita titanKeramik), através dos testes de flexão de 3 pontos e aderência do óxido e expansão térmica e compararam os resultados com o sistema convencional de liga de níquel-cromo (Ni-Cr) e porcelana (Vita VMK 68). O teste de flexão foi avaliado em amostras de metal nas dimensões de 25x3x0,5mm, com porcelana aplicada no centro nas dimensões 8x3x1mm de acordo com a norma DIN 13927. As superfícies fraturadas entre o metal e a porcelana foram examinadas microscopicamente. Os resultados após teste de flexão de 3 pontos, das amostras em titânio mostraram diferenças inferiores estatisticamente em relação às da liga de Ni-Cr. Apesar disto, a resistência de união estava dentro dos padrões aceitáveis clinicamente de 25 N/mm^2. Os resultados de resistência de aderência dos óxidos de titânio e Ni-Cr formados são suficientemente aderentes aos seus metais, para desta maneira produzir uma adequada aderência da porcelana. Segundo os autores, a tensão residual e as fraturas estão diretamente relacionadas à diferença de expansão térmica entre o substrato metálico e a porcelana. Não observaram compatibilidade térmica para a combinação Ti-2 / Vitatitankeramik, pois os coeficientes de expansão térmica detectados foram 7,9 x 10^{-6}°C para o opaco e 6,3 x 10^{-6}/°C para o corpo da porcelana, valores muito abaixo do titânio - 9,2 x 10^{-6}/°C. Entretanto a somatória dos testes mostrou que a

compatibilidade da união titânio / porcelana foi similar ao sistema convencional Ni-Cr / porcelana.

WANG et al., em 1999, propuseram investigar se a cobertura de nitrato de silício (Si_3N_4) sobre o titânio (Ti) / porcelana produziria resultados que superassem o óxido aderente durante a queima da porcelana. Uma cobertura de 1μm de espessura de Si_3N_4 foi aplicada à superfície de amostras de titânio. Vários cortes foram realizados na região da interface Ti / Si_3N_4. Para o estudo da efetividade desta camada, utilizaram microscopia eletrônica e análise dispersiva de energia de raio-X. Verificaram que a cobertura de Si_3N_4 permitia aumento significativo na união titânio / porcelana. Os testes de resistência de união indicaram que a cobertura de Si_3N_4 sobre o titânio com e sem ciclos térmicos tiveram valores mais altos e diferentes estatisticamente das amostras não protegidas com a cobertura proposta. As análises de microscopia eletrônica de varredura e dispersiva de energia de raio-X, mostraram a bem sucedida adesão da porcelana ao substrato de titânio com cobertura de Si_3N_4.

SUANSUWAN & SWAIN, em 1999, se propuseram avaliar a característica de união do sistema metal / porcelana, através da determinação da taxa de tensão de energia liberada, associada com a

fratura na interface de união do titânio comercialmente puro (Ti-2) e três ligas comerciais convencionais fabricadas em ouro (Au), paládio (Pd) e níquel-cromo (Ni-Cr). As amostras foram submetidas inicialmente a uma ruptura prévia e controlada na interface porcelana e metal, que segundo os autores diminuía a sobrecarga inicial durante o teste, não delaminando totalmente a porcelana do metal. A interface foi examinada por microscópio eletrônico de varredura, após os testes de flexão. Os resultados mostraram que o grau de tensão de energia liberada para as amostras de Au e Pd foi o maior, seguido pelas ligas de Ni-Cr e, por ultimo, as de titânio. As fotografias ao microscópio eletrônico de varredura mostraram que a localização das fraturas ocorreu da interface para o interior da porcelana, exceto para o grupo do titânio.

ZAVANELLI & HENRIQUES, em 2000, avaliaram a resistência à fadiga do titânio puro (Ti-2) e liga Ti-6Al-4V (Ti-5) em diferentes meios de armazenagem. Corpos-de-prova em forma de halteres foram avaliados quanto à resistência à fadiga em temperatura ambiente, saliva artificial e saliva artificial fluoretada. Previamente aos testes, as amostras foram radiografadas para identificação de porosidades. A resistência à fadiga foi significativamente reduzida para ambos materiais ensaiados em saliva artificial e saliva artificial fluoretada, provavelmente devido à formação de

pontos de corrosão causados por reação na superfície. Os autores relataram que a liga de Ti-5 exibiu maior resistência à fadiga que o Ti-2.

KÖNÖNEN & KIVILAHTI, em 2001, relatam numa revisão de literatura, as propriedades do titânio, o óxido de titânio (TiO_2) como camada natural formada sobre o metal, a adição de elementos titânio-silício e titânio-silício-oxígênio como estabilizantes de fase, os problemas da união entre a porcelana e o titânio, os efeitos químicos interfaciais do sistema titânio / porcelana, os efeitos da tensão residual, da textura de superfície, além do comportamento mecânico na interface titânio / cerâmica. Relembraram que o titânio foi conhecido como biometal em razão da biocompatibilidade e comportamento mecânico. No entanto, reagia fortemente com elementos gasosos como oxigênio, hidrogênio e nitrogênio. A alta reatividade causava problemas, por exemplo, quando o titânio era unido à porcelana. Afirmaram que o sistema titânio / porcelana estava sendo progressivamente usado em próteses dentárias, mas pouco se sabia a respeito da microestrutura e composição do sistema. Melhor compreensão das reações químicas na combinação titânio / cerâmica é necessário para que uniões mecanicamente resistentes sejam desenvolvidas.

3.1 MATERIAL

Foram utilizados nesta pesquisa, os seguintes materiais apresentados nos quadros 1 a 3:

QUADRO 1

Ligas metálicas, fabricantes e composição química

Ligas	Fabricantes	Composição química
Ti-2 (Tritan)	Dentaurum -J.P. Winkelstroeter KG Pforzheim – Alemanha *	99,5% Ti; 0,25% O_2; 0,03% N; 0,30% Fe; 0,10% C e 0,015% H
Ti-5	Brodene Dahl A/S- Oslo – Noruega **	Ti: bal.; Al;6,15%; V:4,08% 0,0026% C; 0,21% Fe; 0,009% N;
Liga Pd-Ag (Pors-On 4)	Degussa-Hüls - Hanau – Alemanha***	57,8% Pd; 28,2% Ag; 6% Sn; 2% Zn; 4% In, 2% Rt.

* Distribuída no Brasil por Medental Comercial Ltda; ** Distribuída no Brasil por Villares Metais S/A; *** Distribuída no Brasil por Degussa-Hüls Ltda.

QUADRO 2

Porcelanas, fabricantes, componentes

Porcelanas	Fabricante	Componentes
Vita Titankeramik	Vita Zahnfabrick -Sackinger- Alemanha *	Bonder, Líquido para opaco A-3, Líquido de modelagem, Dentina opaca A-3
Triceram	Dentaurum -J.P. Winkelstroeter KG Pforzheim – Alemanha**	Bonder, Líquido para opaco A-3, Líquido de modelagem, Dentina opaca A-3
Duceratin	Degussa-Hüls – Hanau Alemanha ***	Bonder, Líquido para opaco A-3, Líquido de modelagem, Dentina opaca A-3
Duceram	Degussa-Hüls – Hanau Alemanha ***	Líquido para opaco A-3, Líquido de modelagem, Dentina opaca A-3

* Distribuída no Brasil por Wilcos Ind e Com. Ltda; **Distribuída no Brasil por Medental Comercial Ltda; *** Distribuída no Brasil por Degussa-Hüls Ltda.

QUADRO 3

Revestimentos e fabricantes

Revestimentos	Fabricantes
Pó-Rematitan Plus	Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG- Pforzheim- Alemanha *
Líquido- Rematitan plus- Crows / Bridges	Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG- Pforzheim- Alemanha *
Pó – Deguvest Impact	Degussa – Hüls – Hanau – Alemanha **
Líquido – Spezial Flüssigkeit	Degussa – Hüls – Hanau – Alemanha **

* Distribuído no Brasil por Medental Comercial Ltda.; **Distribuído no Brasil por Degussa-Hüls Ltda.

3.2 MÉTODO

3.2.1 CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS PARA LIGAS DE Ti-2 E Ti-5

3.2.1.1 Padrões em resina

Nesta pesquisa, foi utilizada uma matriz metálica bipartida de aço inoxidável contendo 10 compartimentos padronizados, de formato retangular, medindo 60mm de comprimento, por 3mm de largura e 1mm de espessura (FIG.1). Uma porção de monômero e outra de polímero

autopolimerizável (Duralay-Reliance Dental Mfg Co.-Worth-USA), foi manipulada em pote Dappen e vertida na fase arenosa no interior da matriz de cada compartimento. Após a polimerização da resina, os padrões de resina foram retirados e examinados visualmente, selecionando-se os, uniformes, planos e livres de falhas. Cada padrão foi seccionado em duas partes iguais de 25x3x1mm, utilizando-se um disco de papel (E.C.Moore Company, Dearborn, Michigan 48126-USA), acoplado a um motor de mesa em baixa rotação, sendo as sobras descartadas.

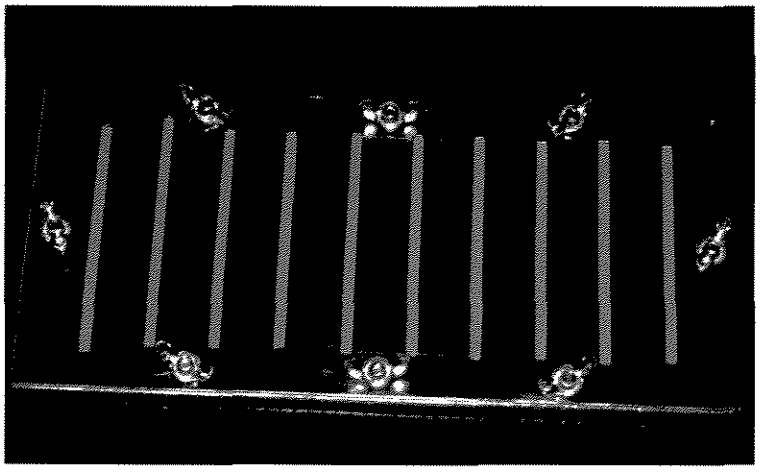


FIGURA 1 – Matriz bipartida

3.2.1.2 Montagem e inclusão dos padrões para fundição dos metais de Ti-2 e Ti-5

Sobre uma superfície plana, 5 padrões de resina foram colocados, com suas extremidades adaptadas perpendicularmente a condutos de

alimentação laterais de 5mm de diâmetro. A esse conjunto, dois condutos de alimentação principais de 5mm (Was Wire for Casting Sprues – Dentaurum – Pforzheim – Alemanha) foram adaptados aos laterais, evitando a formação de ângulos vivos nas intersecções que pudessem dificultar a injeção da liga liquefeita no interior do molde de revestimento (YOUNG et al. 1987). Em seguida, os condutos de alimentação principais foram unidos à base cônica do anel inclusor de silicone nº 6 (Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG – Pforzheim – Alemanha), (FIG 1). Antes da inclusão em revestimento propriamente dita, o conjunto foi pulverizado com líquido surfatante (Waxit, Degussa AG – Hanau – Alemanha) e deixado à temperatura ambiente por 5min para secagem da solução (FIG.2).

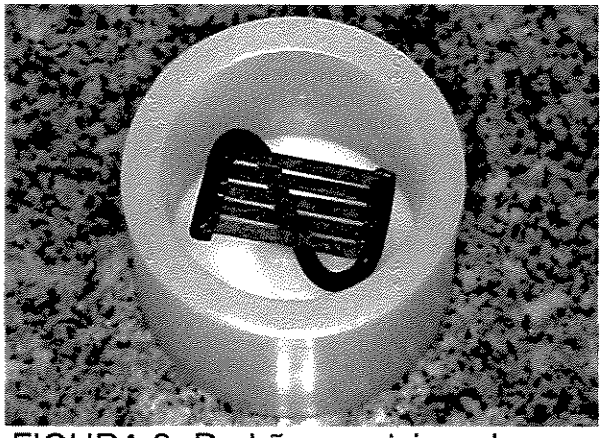


FIGURA 2 -Padrões posicionados no anel e unidos pelos condutos de alimentação

A seguir, o revestimento (Rematitan Plus – Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG – Pforzheim – Alemanha) foi proporcionado de acordo

com as instruções do fabricante (80ml de líquido específico e 500g de pó) espatulado mecanicamente a vácuo por 30 seg. num espatulador elétrico (Multivac 4, Degussa AG – Hanau – Alemanha). Após a manipulação, a massa foi vazada sob vibração e deixada à temperatura ambiente até o início da reação de cristalização, momento no qual o anel foi removido (FIG.3).

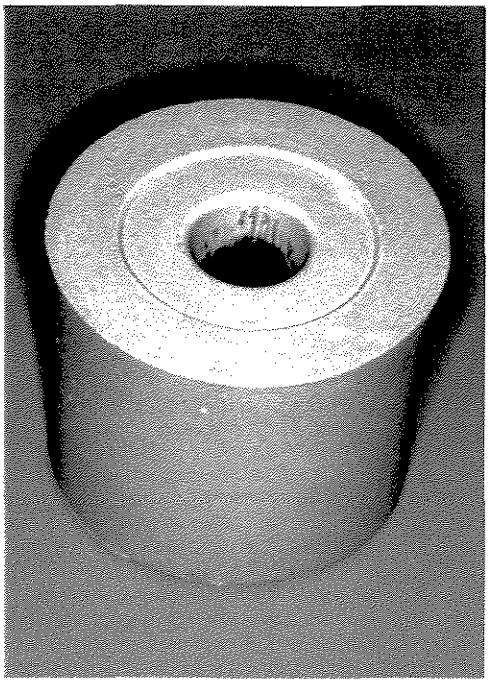


FIGURA 3 – Bloco de revestimento

3.2.1.3 Processo de fundição dos padrões

Decorridos 60 minutos do início da manipulação do revestimento, o bloco cristalizado foi colocado em um forno elétrico de pré aquecimento

com a base formadora de cadinho voltada para baixo, evitando a penetração de impurezas (7000 – EDG Equipamentos e Controles Ltda – São Carlos), com os ciclos especificados no (Quadro 4).

QUADRO 4

Ciclos de temperatura, velocidade e tempo de aquecimento para revestimento Rematitan Plus*

Ciclo	Temperatura (°C)	Velocidade de aquecimento (°C/min)	Tempo de aquecimento (min)
CICLO 1	150	5	90
CICLO 2	250	5	90
CICLO 3	1000	5	60
CICLO 4	420	5	120

*Recomendações do fabricante

Após a conclusão dos ciclos de aquecimento do forno, o aparelho de fundição a vácuo (Rematitan – Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG – Pforzheim – Alemanha) (FIG 4), foi programado para receber 22g de liga, ajustando-se automaticamente o tempo de fundição e a corrente elétrica a ser descarregada, sendo constituído por duas câmaras: uma superior, de fundição, contendo um cadinho de cobre refrigerado e um eletrodo de Wolfrânio, e uma parte inferior, que abrigava o bloco de revestimento (FIG 4

e 5). Essas câmaras foram conectadas por meio de uma abertura, sendo que o selamento para a ocorrência do vácuo provinha de uma junta de cerâmica colocada sobre a base formadora de cadinho no bloco de revestimento imediatamente à fundição. A fusão da pastilha de metal ocorria quando automaticamente o gás argônio injetado na câmara superior, criava um ambiente inerte, e ao mesmo tempo, uma descarga elétrica, atuava sobre a pastilha de liga, fundindo-a à temperatura de 1672°C. Agora, por uma diferença de pressão entre as câmaras, o cadinho voltava-se para a abertura inferior, sendo neste momento injetada a liga no molde abaixo, que fora ajustado a esta abertura, através de um elevador hidráulico (FIG. 5)

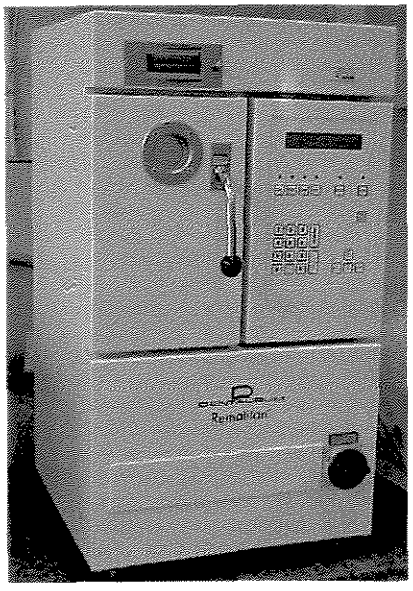


FIGURA 4-Máquina de fundição (Rematitan).

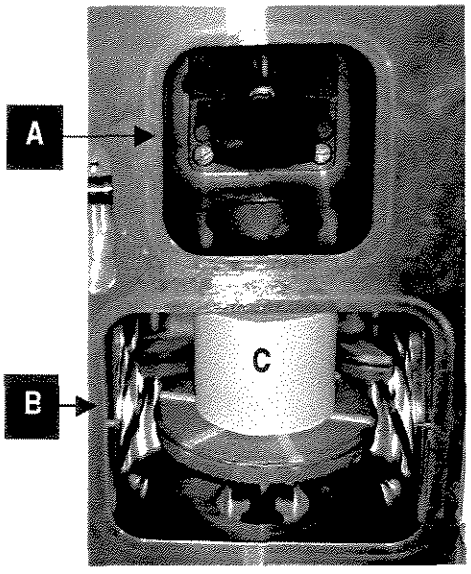


FIGURA 5-Vista interna da máquina de fundição: (A) câmara superior de fundição; (B) câmara inferior; (C) molde de revestimento.

3.2.1.4 Desinclusão das amostras de Ti-2 e Ti-5

Após a fundição, o bloco de revestimento foi imediatamente imerso em um pote com água, para sofrer resfriamento rápido, evitando a contaminação, como recomendação do fabricante (BERGMAN, 1995). O bloco foi fraturado manualmente e o conjunto metálico com restos de revestimento aderido, removido com auxílio de um desinclusor pneumático (Silfradent – F.L.L.I Manfred – Itália) e jateadas com micro esferas de vidro em um jateador elétrico (Oxyker Dry / AM 28 – F.L.L.I. Manfred – Itália).

Em seguida, os condutos de alimentação foram cortados com disco de carborundum montado em torno de bancada (Knebel – Knebel Produtos Dentários Ltda.- São Paulo - S.P.). O corte dos condutos foi executado de forma que as tiras metálicas permanecessem agrupadas e mantidas unidas aos condutos de alimentação laterais, conforme figura 6. As tiras foram radiografadas (Spectro 70X – Dabi Atlante do Brasil - Ribeirão Preto - S.P.) para a identificação de defeitos internos, que quando detectados, ocasionavam a eliminação da amostra comprometida (ZAVANELLI *et al.*, 2000).

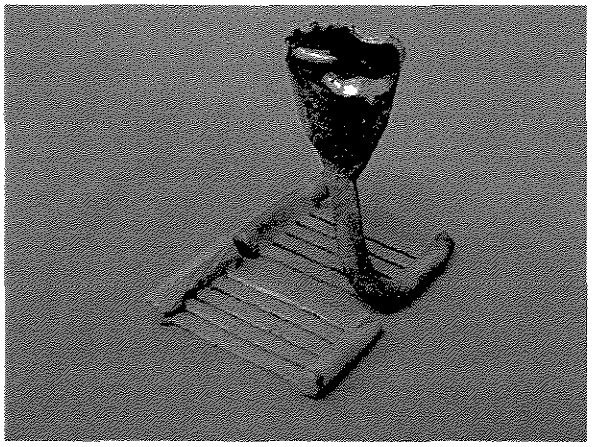


FIGURA 6-Padrões fundidos, antes e após a remoção parcial dos condutos de alimentação.

3.2.2 PADRÕES PARA FUNDIÇÃO DA LIGA Pd-Ag (GRUPO CONTROLE)

Os procedimentos para confecção e montagem dos padrões em resina acrílica autopolimerizável (Duralay - Reliance Dental Mfg Co. –Worth – U.S.A.), do grupo controle, foram semelhantes ao da descrição no item 3.2.1.1. e 3.2.1.2, exceção feita aos condutos de alimentação secundários, com diâmetro de 3mm (Wax Wire Casting Sprues – Dentaurum – Pforzheim – Alemanha) e condutos de alimentação principais, com diâmetro de 4mm (Wax Wire Casting Sprues – Dentaurum – Pforzheim – Alemanha)

3.2.2.1 Inclusão dos padrões para fundição

O conjunto montado após pulverização com líquido surfatante (Waxit - Degussa Hüls - Hanau - Alemanha) e com o anel de silicone em posição, foi preenchido com revestimento (Deguvest Impact - Degussa - Hüls – Hanau - Alemanha), na proporção de 300g de pó para 69ml de líquido diluído (52,5ml de líquido Spezial Flüssigkeit para 16,5ml de água destilada), conforme instruções do fabricante, espatulado a vácuo (Multivac 4 - Degussa Hüls - Hanau - Alemanha) e vazado sob vibração. Terminado o vazamento, o molde de revestimento foi deixado sobre a bancada durante 40min.

A eliminação da cera e a expansão térmica do revestimento foram realizadas em forno elétrico (EDGCON 5P–E.D.G.Equipamentos e Controles Ltda.- São Carlos -S.P) com os ciclos especificados no Quadro 5.

QUADRO 5

Ciclos de expansão térmica utilizados para o revestimento Deguvest-Impact (grupo controle)

Ciclo	**Temperatura final (°C)**	**Velocidade de aquecimento (°C/min)**	**Tempo de permanência (min)**
1	300	30	40
2	900	7	40

3.2.2.2 Processo de fundição dos padrões

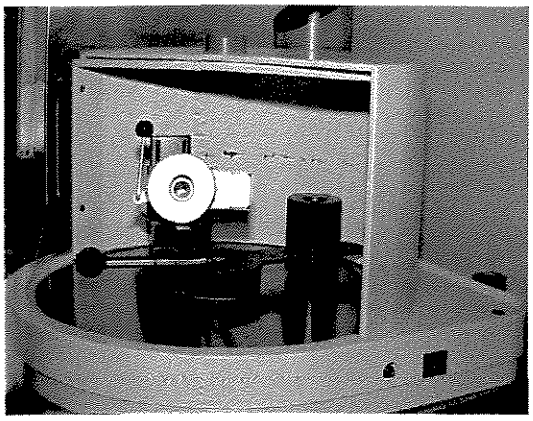
A fundição das amostras em Pd-Ag foi realizada em uma máquina de fundição automática equipada com mufla elétrica (Multicast – Degussa-Hüls - Hanau - Alemanha) e centrifugação automática horizontal (FIG. 7).

Para a realização da fundição, utilizou-se 17,6g de liga e 5g de fundente (Flubmittel - Degussa-Hüls - Hanau - Alemanha), tendo sido colocados dentro de um cadinho cilíndrico, adaptado à mufla elétrica da máquina de fundição.

A máquina foi programada para 1400°C. Atingida esta temperatura, aguardou-se cerca de 5min até a completa fusão da liga, conforme preconizado pelo fabricante. A máquina foi acionada e a centrifugação realizada por 3min. O molde depois retirado, foi deixado esfriar à temperatura ambiente.

O conjunto fundido foi desincluído com martelete pneumático (M 320 – Flli Manfredi - Sofia - Itália), sendo jateada com óxido de alumínio 110μm em jateador pneumático (Oxyker Dry – Flli Manfredi - Sofia - Itália).

Os condutos de alimentação principais foram cortados com disco de carborundo montado em torno de bancada (Knebel – Knebel Produtos Dentários Ltda.-São Paulo-S.P.), permitindo que tiras permanecessem unidas aos condutos secundários (FIG. 8).



URA 7-Máquina de fundição Multicast

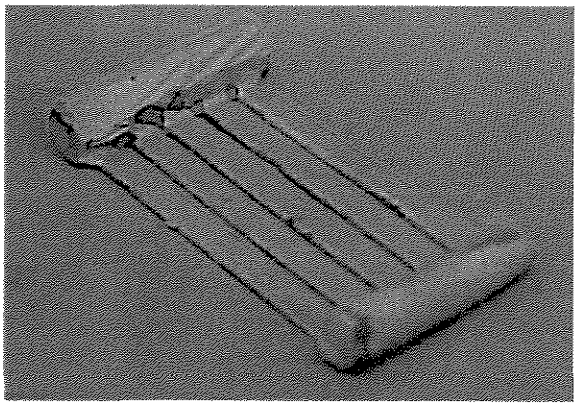


FIGURA 8-Padrões em Pd-Ag após jateamento e corte dos condutos de alimentação principais.

3.2.3 ACABAMENTO DAS AMOSTRAS DE Ti-2, Ti-5 e Pd-Ag

Cada um dos conjuntos metálicos compostos de 5 tiras de liga e condutos de alimentação laterais, tiveram a porção das amostras voltada para baixo desgastadas (Politriz - APL-4 – Arotec S.A. Indústria e Comércio - São Paulo - SP) com lixas de óxido de alumínio de granulometria 100, 120 e 220μm (Norton Abrasivos Ltda - São Paulo – SP), refrigerada à água, em

cerca de 0,2mm da espessura inicial, apenas para que assentassem uniformemente sobre um dispositivo de retenção, previamente ao processo de retificação.

3.2.3.1 Retificação das amostras

Foi realizada a retificação das amostras, para obter padrão uniforme em suas espessuras. Para tal procedimento, foi confeccionada uma matriz plana em aço inoxidável de 250mm de comprimento, por 50mm de largura e 10mm de espessura e que continha em uma das faces planas duas ranhuras paralelas entre si, de 5mm de largura, por 5mm de profundidade, no sentido dos seus comprimentos, distantes uma da outra em 25mm (FIG.9). A matriz foi retificada em uma retificadora plana (TR 600 – 80 / 2560 rpm – Metalúrgica Riosulense S/A- Senai-Piracicaba), nas suas duas faces. Sobre a matriz as amostras foram fixadas com resina acrílica autopolimerizável (Duralay- Reliance Mfg Co.- Worth-USA) para que não se soltassem durante o processo de retífica (FIG.10).

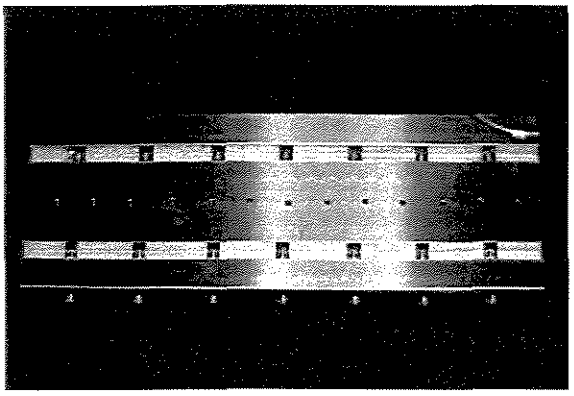


FIGURA 9-Dispositivo de retenção.

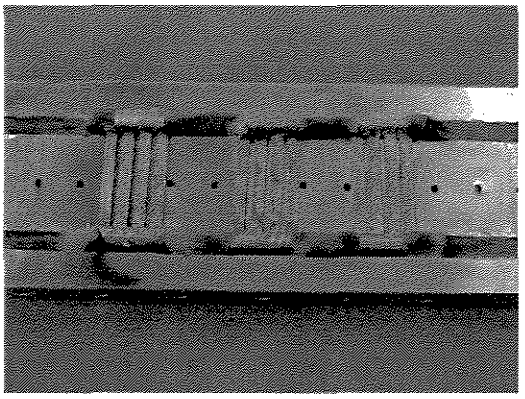


FIGURA 10-Tiras metálicas fixadas ao dispositivo.

Para realização do procedimento, a máquina foi equipada com rebolo abrasivo (Norton Abrasivos Ltda. - São Paulo - SP) de dimensões de 254 x 19mm e ajustada para 1.280rpm. Para cada liga desgastada, foi utilizado um tipo de rebolo, considerando-se as características de dureza do material e as instruções do fabricante (Quadro 6).

QUADRO 6

Rebolos utilizados na retificação do Ti-2, Ti-5 e Pd-Ag.

Material	**Dureza (Vicker)***	**Granulometria do rebolo (Ra)**	**Velocidade retificação (mm/min)**	**Classificação do rebolo abrasivo****
Ti-2	210	120	0,05	GC60
Ti-5	350	120	0,03	AA60
Pd-Ag	260	120	0,05	AA60

*Fonte: WANG & FENTON (1996). **Fabricado por Norton Abrasivos Ltda.

A translação do abrasivo foi realizada pela movimentação da mesa móvel da retífica que corria paralelamente à superfície de desgaste. A máquina foi calibrada para realizar a remoção de sobremetal de 0,3mm até que se obtivesse 0,5mm de espessura desejada para cada tira. Para refrigeração e diminuição do atrito durante a retificação, o conjunto foi refrigerado com óleo solúvel (FIG. 11 e 12).

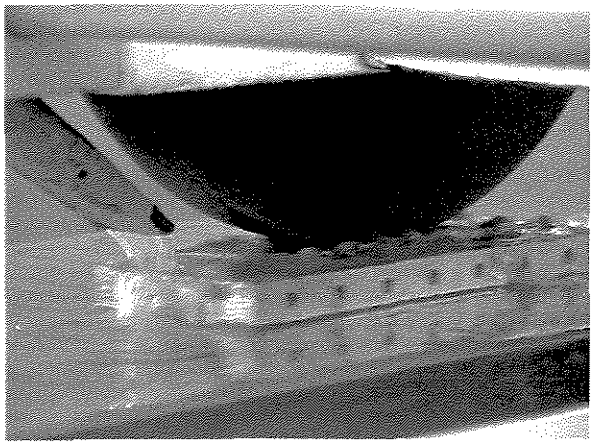


FIGURA 11-Retificação de tira metálica.

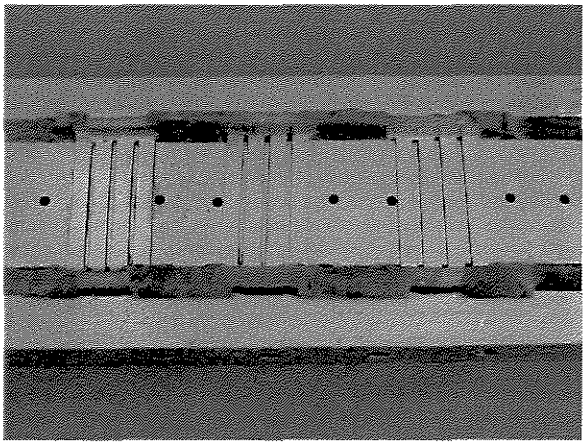


FIGURA 12-Tiras metálicas após retificação.

Após a retificação, removeu-se a resina de fixação com ponta montada (Edenta – Indústria e Comércio Ltda. - São Paulo - SP) e as tiras retificadas foram separadas dos condutos de alimentação mediante uso de disco de carborundo em torno de bancada. O comprimento das tiras foi ajustado para 25mm, mediante desgaste com disco de carborundo e uso de paquímetro digital com resolução de 0,01mm (Starrett – Microtec –

Instrumentos de Precisão e Projetos M.E.- São Paulo / SP). Ao final do processo, foram obtidas 30 tiras de Ti-2 e 30 de Ti-5 e 10 tiras de Pd-Ag do grupo controle, todas contendo 25mm de comprimento, 3mm de largura e 0,5mm de espessura.

3.2.3.2 Tratamento de superfície das amostras

Previamente ao processo de ceramização, as amostras receberam tratamento prévio de superfície, conforme instruções dos fabricantes (Quadro 8).

QUADRO 7

Tratamento prévio das amostras para aplicação das porcelanas

Ligas	**Distância das amostras ao jato* (mm)**	**Pressão (kgf/cm^2)**	**Tamanho das partículas em (υm)**	**Ângulo do jato (0)**	**Ultrassom** meio / tempo**
Ti-2	10	3,06	150	45	H_2O destilada 10min
Ti-5	10	3,06	150	45	H_2O destilada 10min
Pd-Ag	10	5,1	110	45	H_2O destilada 10min

*Óxido de alumínio – Pasom Ind. e Com. de Materiais Odontológicos Ltda. - São Paulo – SP. **Thornton – Inpec Eletrônica Ltda. - São Paulo - SP.

3.2.3.3 Aplicação das porcelanas nas ligas de Ti-2 e Ti-5

Foi utilizado um pincel nº 12 (LeFranck & Bourgeois Co. – Marginot - França), umedecido em água destilada e esgotado em lenço de papel absorvente. O tempo decorrido para o início da aplicação dos bonders para o Ti-2 e liga Ti-5, não foi superior a 30 minutos (nota dos fabricantes). No centro de uma das faces das tiras metálicas, foram aplicadas as cerâmicas específicas de cada grupo (Vita Titankeramik, Triceram e Duceratin), mediante adaptação de matriz delineadora sobreposta, (FIG.13 e FIG.14), de modo que apresentasse as dimensões finais de 8x3x1mm.

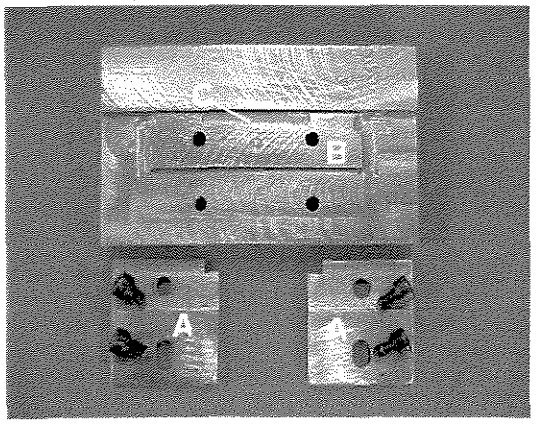


FIGURA 13-Matriz para aplicação das porcelanas; (A) máscaras metálicas; (B) base; (C) rebaixo de 0,5mm.

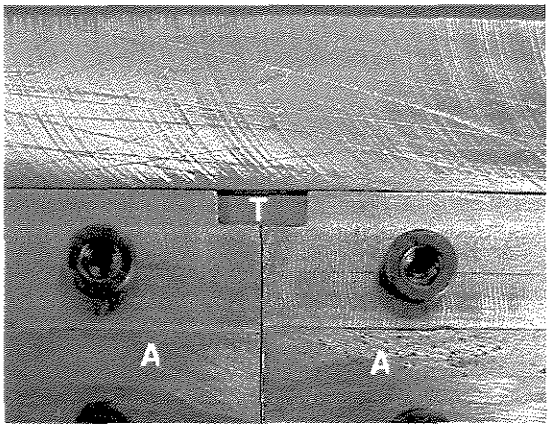


FIGURA14-Tira metálica (T) posicionada sob as máscaras (A).

As aplicações das cerâmicas obedeceram pela ordem as instruções de cada um dos fabricantes, sendo conduzidas em um forno elétrico (Dekema - Degussa AG - Hanau - Alemanha) após cada fase da ceramização (Quadros 8, 9 e 10).

QUADRO 8

Ciclos de temperatura do forno para as fases de cobertura cerâmica / Vita titankeramik

Fases de cobertura	**Temp. inicial (°C)**	**Tempo de secagem (min)**	**Aumento da temp/ min (°C)**	**Temp. final (°C)**	**Tempo de espera (min)**	**Tempo de resfriamento (min)**
Cobertura do bonder	400	4	60	800	1	0
Cobertura do opaco	400	4	110	790	1	0
Cobertura da dentina	400	5	50	770	1	0
Cobertura de correção	400	5	50	770	1	0
Glaze	400	4	110	770	1	0

QUADRO 9

Ciclos de temperatura do forno para as fases de cobertura cerâmica / Triceram

Fase de cobertura	**Temp. inicial (°C)**	**Tempo de secagem (min)**	**Aumento da temp/ min (°C)**	**Temp final (°C)**	**Tempo de espera (min)**	**Tempo de resfriamento (min)**
Cobertura do bonder	600	2	65	795	1	0
Cobertura do opaco	600	2	65	795	1	0
Cobertura da dentina	600	6	55	755	1	0
Cobertura de correção	600	4	55	755	1	0
Glaze	600	2	55	755	1	0

QUADRO 10

Ciclos de temperatura do forno para as fases de cobertura cerâmica / Duceratin

Fase de cobertura	Temp. inicial (°C)	Tempo de secagem (min)	Aumento da temp/ min (°C)	Temp final (°C)	Tempo de espera (min)	Tempo de resfriamento (min)
Cobertura do bonder	450	3	99	830	1	0
Cobertura do opaco	450	3	55	725	1	0
Cobertura da dentina	450	3	55	725	1	0
Cobertura de correção	450	2	55	715	1	0
Glaze	450	3	55	710	1	0

3.2.3.4 Aplicação da porcelana sobre a liga de Pd-Ag / grupo controle

Procedeu-se inicialmente pela oxidação das tiras, de acordo com o recomendado pelo fabricante. As tiras foram posicionadas na matriz delimitadora e uma camada de opaco aquosa ("wash") aplicada. Seqüencialmente, foram liberadas da matriz delimitadora, para se submeterem ao ciclo de queima correspondente (Quadro11). Em seguida, foram reposicionadas na matriz e o opaco (2ª camada) aplicado, apresentado após as queimas, espessura total de 0,2mm, medidos com

paquímetro eletrônico digital (Mitutoyo - Resolução: 0,01mm Japan).

QUADRO 11

Ciclos de queima da porcelana Duceram, aplicada sobre as tiras de Pd-Ag / grupo controle

	Oxidação	**Wash**	**Opaco**	**Dentina**	**Dentina (correção)**	**Glaze**
Temperatura inicial (ºC)	575	575	575	575	575	575
Temperatura final (ºC)	980	990	930	920	910	900
Aumento de temperatura (min)	55	90	75	75	75	75
Tempo de cocção (min)	10:00	1:00	1:00	1:00	1:00	1:00
Vácuo (bar)	---	4	4	7	7	---

Para cada nova aplicação de porcelana, a tira metálica foi reposicionada na matriz delimitadora (FIG.15). Ao final do glazeamento, as dimensões finais da porcelana sobre as tiras de Pd-Ag / grupo controle foram de 8x3x1mm, identicamente àquelas aplicadas ao Ti-2 e Ti-5 (PROBSTER et al. 1996), (FIG.16).

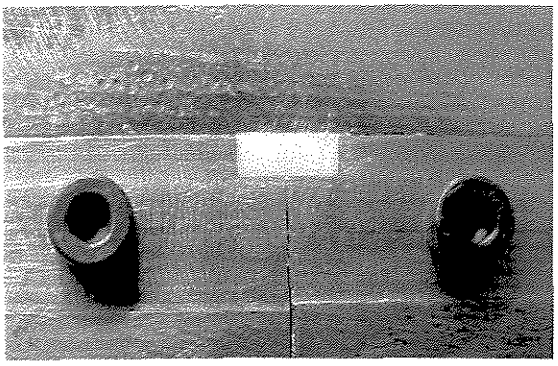


FIGURA 15-Porcelana aplicada e delimitada pela matriz

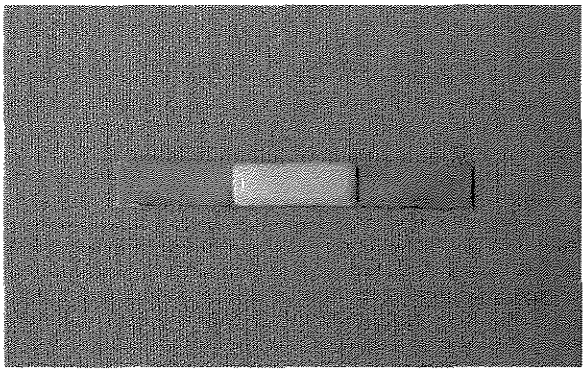


FIGURA 16-Aspecto final após os ciclos de queima.

3.2.4 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

Após a realização dos procedimentos descritos, os corpos de prova foram divididos conforme Quadro 12.

QUADRO 12

Ligas, porcelanas e número de amostras

PORCELANAS	**METAIS**		
	Ti-2	**Ti-5**	**Liga Pd-Ag**
Vita Titankeramik	10 amostras	10 amostras	
Triceram	10 amostras	10 amostras	
Duceratin	10 amostras	10 amostras	
Duceram			10 amostras

Previamente ao teste de flexão, os corpos de prova foram mantidos a 37ºC e umidade controladas em estufa (Modelo 002 CB – FANEM Ltda.- São Paulo - SP).

3.2.5 ENSAIO DE FLEXÃO

As amostras foram submetidas ao teste de flexão de 3 pontos para a avaliação da resistência de união cerâmica / substrato metálico. O teste foi realizado em uma máquina de ensaios universal (Instron Sistem I.D. 4411 – England), da seguinte maneira: previamente ao teste, o aparelho era regulado a uma velocidade constante de carregamento de 0,5mm/min, com célula de carga de 50Kgf. As amostras foram posicionadas sobre um cavalete, com a superfície que continha a cerâmica voltada para baixo, em dois apoios horizontais circulares de 6,3mm, distantes um do outro em 20mm. Sobre a superfície superior da amostra, o elevador do aparelho foi acionado até haste da seção transversal circular de 6,3mm, encostar-se no centro, sem contudo, acarretar pressão inicial sobre a mesma, zerando os valores do aparelho automaticamente (FIG.17). A partir deste momento, o aparelho foi acionado. À medida que a pressão foi exercida sobre a amostra, o aparelho registrou digitalmente os valores obtidos, sendo

desligado pela queda brusca da maior força suportada, indicando fratura da porcelana abaixo (FIG.18).

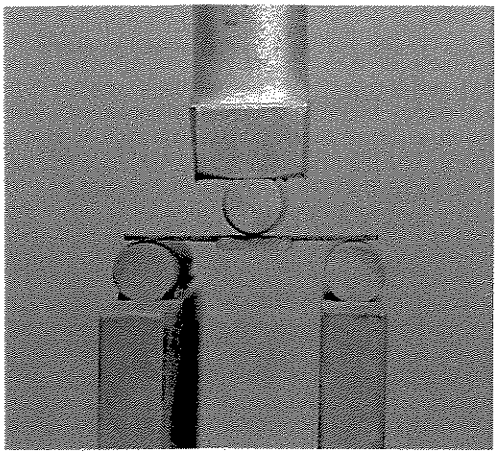


FIGURA 17-Configuração do ensaio de flexão

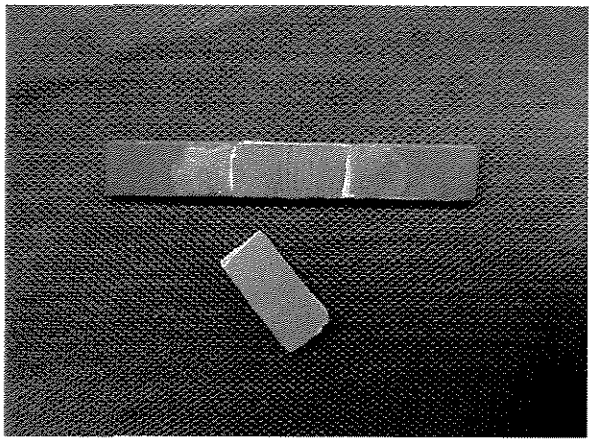


FIGURA 18-Corpo-de-prova após o teste.

3.2.6 ANÁLISE EM MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Nos corpos-de-prova onde houve a completa separação entre porcelana e metal após o teste de flexão, foi realizada observação em Microscópio Eletrônico de Varredura (LEO 440 - Leica Zeiss - Köln - Alemanha) com o objetivo de se caracterizar o tipo e a morfologia da fratura. As superfícies das tiras metálicas anteriormente cobertas por porcelana foram metalizadas com liga de ouro-paládio sob alto vácuo (Balzers - SCD

Sputter Coater - Fürstentum Liechtenstein - Alemanha) e selecionadas amostras mais representativas, sendo fotografadas em 34 e 500 vezes de aumento.

3.2.7 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os valores de força máxima para a ruptura da porcelana/substrato metálico foram obtidos em quilograma-força (kgf) e convertidos para Newtons (N). Foi calculada mediante a aplicação de fórmula, a tensão (resistência à flexão) e os valores obtidos em MPa (N/mm^2), conforme preconizado por ANUSAVICE (1998).

$$\text{Resistência à flexão} = \frac{3.P.l}{2.b.d^2}$$

onde: *P*, é a carga máxima no ponto de fratura;

l, a distância entre os suportes;

b, a largura do corpo de prova;

d, a espessura do corpo de prova.

Os dados referentes a resistência de união dos sistemas cerâmicos de baixa fusão aplicados ao titânio e suas ligas foram analisados por meios paramétricos. Foram obtidas médias e comparação de variáveis

significativas pela análise de variância (ANOVA). Variáveis com diferenças significativas foram analisadas pelo teste de Tukey, adotando o nível de 5% de significância.

4 RESULTADOS

4.1 ENSAIO DE FLEXÃO

Os valores originais do ensaio de flexão encontram-se descritos no anexo. As médias e desvios padrões para cada um dos experimentos, foram calculados e submetidos à análise de variância (ANOVA), considerando os fatores (titânio comercialmente puro, Ti-6Al-4V e liga Pd-Ag controle) e tratamentos (combinação às cerâmicas Vita Titankeramik, triceram, Duceratin e Duceram, como controle).

Verificaram-se diferenças significativas para os fatores e tratamentos, sendo os valores, submetidos ao teste de Tukey ao nível de significância de 5% de probabilidade (descritos e tabelados no anexo).

Na TAB. 1 Foram observadas as médias e os desvios padrão da resistência de união (em MPA) para os substratos de titânio compostos das diferentes combinações.

TABELA 1

Média e desvio padrão da resistência de união em MPa para os substratos Ti-2 e Ti-5 e tratamentos cerâmicos

Substratos e tratamentos	**Resistência de união (MPa)**	
	Média	Desvio padrão
Ti-2 Vita Titankeramik	30,820[a]	6,210
Ti-2 Triceram	26,584[ab]	3,130
Ti-2 Duceratin	22,729[b]	4,075
Ti-5 Vita Titankeramik	27,183[ab]	3,287
Ti-5 Triceram	25,533[ab]	3,816
Ti-5 Duceratin	22,908[b]	4,311
Pd-Ag Duceram	47,980[c]	3,985

Médias seguidas por letras iguais não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

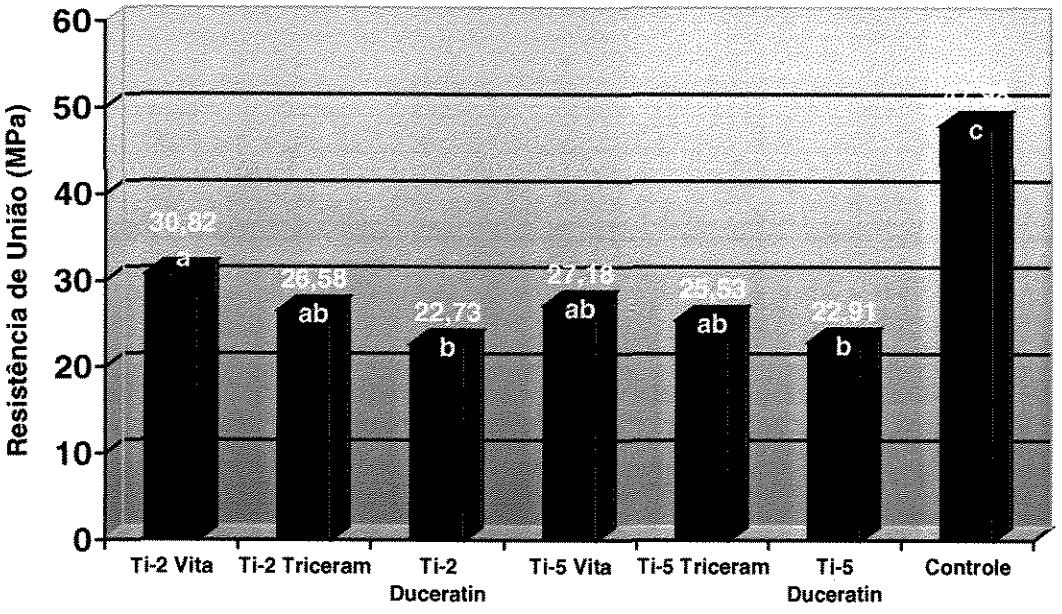


FIGURA 17 – Representação gráfica das médias da resistência de união (em MPa) para os seis substratos metalo-cerâmicos e controle.

Foram verificadas diferenças estatisticamente significativas em relação à resistência de união (em MPa) entre o grupo controle (Pd-Ag / Duceram) e as combinações titânio (Ti-2 e Ti-5) e cerâmicas (Vita Titankeramik, Triceram e Duceratim). Dentre as combinações envolvendo substratos em titânio (Ti-2 e Ti-5), a combinação Ti-2 – Vita Titankeramik, mostrou-se diferente estatisticamente ao Ti-2 – Duceratin e Ti-5 Duceratin.

4.2 ANÁLISE DA REGIÃO FRATURADA EM MEV

Tanto para as combinações envolvendo o Ti-2 como para aquelas onde a liga Ti-5 estava presente, foram observadas poucas ilhas de porcelana residual aderidas à superfície metálica do substrato, sugerindo a ocorrência de falhas predominantemente adesivas (FIG. 18, 20, 22, 24, 26, 28) e corroborando com os menores valores de resistência mecânicas obtidos. Sob maiores aumentos, irregularidades superficiais no substrato metálico podem ser evidências, evocando a conseqüência do tratamento preliminar com jato de óxido de alumínio (FIG. 19, 21, 23, 25, 27, 29).

Pela análise do grupo controle representado pela combinação liga de Pd-Ag e porcelana Duceram, diferencia-se a maior quantidade de ilhas de porcelana residual aderidas à superfície metálica do substrato, sugerindo a ocorrência de fraturas do tipo coesivas no corpo da cerâmica, observações que atestam o melhor desempenho mecânico desta combinação (FIG. 30, 31).

A observação das amostras no ensaio de resistência à flexão entre a combinação Ti-2–Vita Titankeramik, Ti-2–Duceratin e Ti-5–Duceratin, sob MEV, trouxe indícios que reforçassem os valores numéricos.

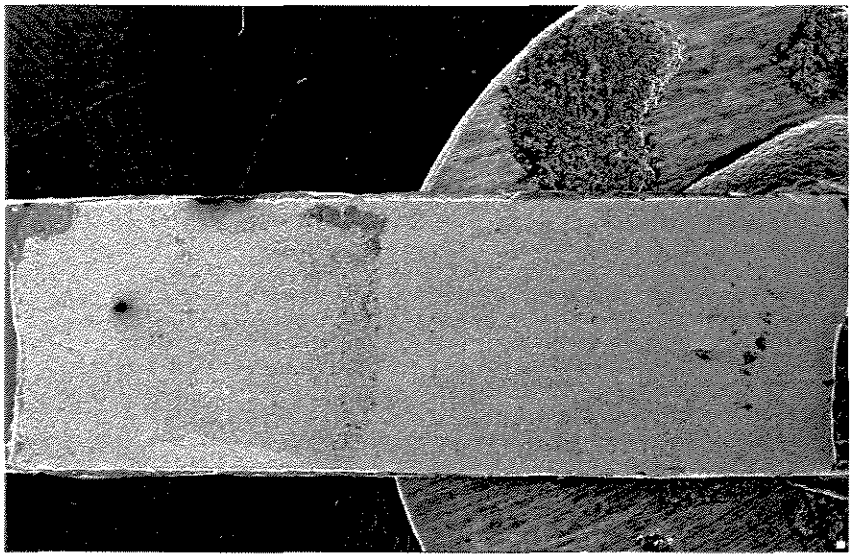


FIGURA 18 - Aspecto do corpo de prova Ti-2 / Vita, fraturado com 31,19MPa, na região anteriormente recoberta com porcelana. As áreas claras representam o Ti-2 e os pequenos pontos escuros representam ilhas de porcelana residual. Aumento de 35 vezes

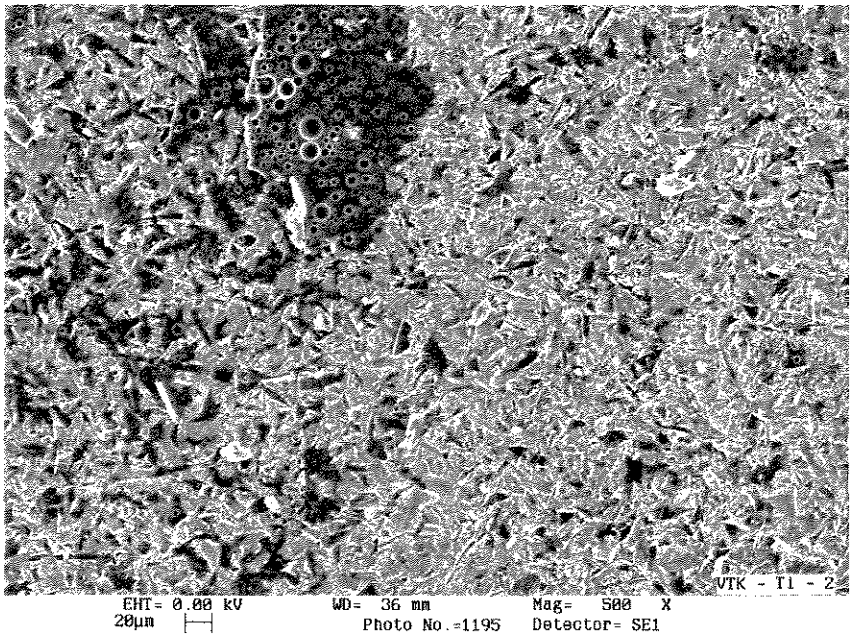


FIGURA 19 - Observa-se com maior nitidez, no corpo de prova Ti-2 / Vita em aumento de 500 vezes, a ilhas de porcelana aderidas assim como a superfície do substrato onde as irregularidades observadas correspondem ao jateamento com óxido de alumínio.

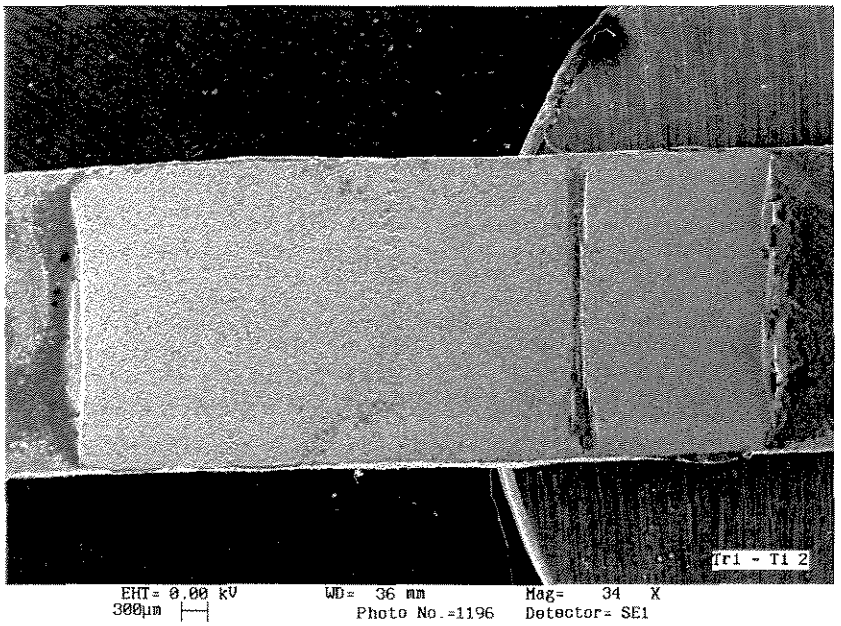


FIGURA 20 - Aspecto do corpo de prova Ti-2 / Triceram, fraturado com 30,53MPa, na região anteriormente recoberta com porcelana. As áreas claras representam o Ti-2 e os pequenos pontos escuros representam ilhas de porcelana residual. Aumento de 34 vezes.

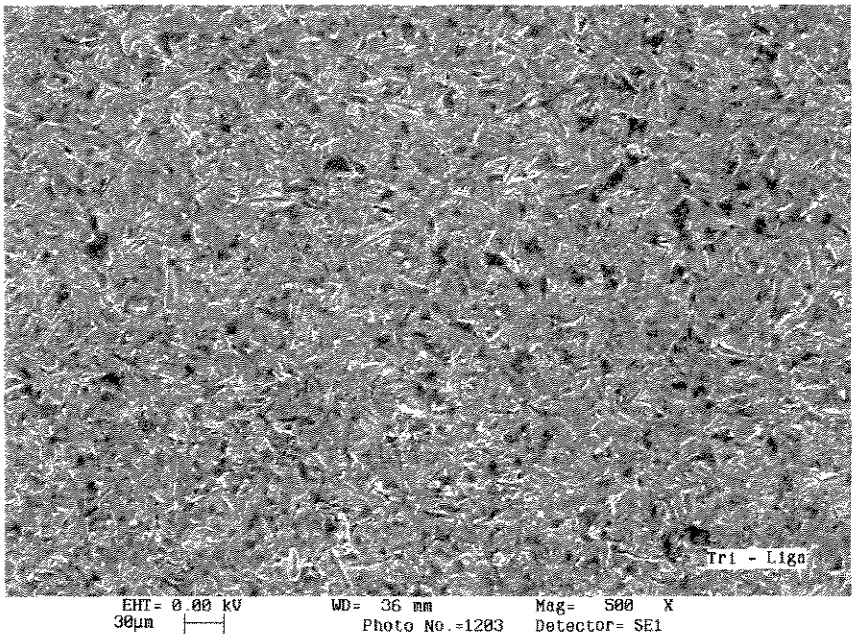


FIGURA 21 - Corpo de prova Ti-2 / Triceram em aumento de 500X, as ilhas de porcelanas aderidas, assim como a superfície do substrato, onde as irregularidades observadas correspondem ao jateamento com óxido de alumínio.

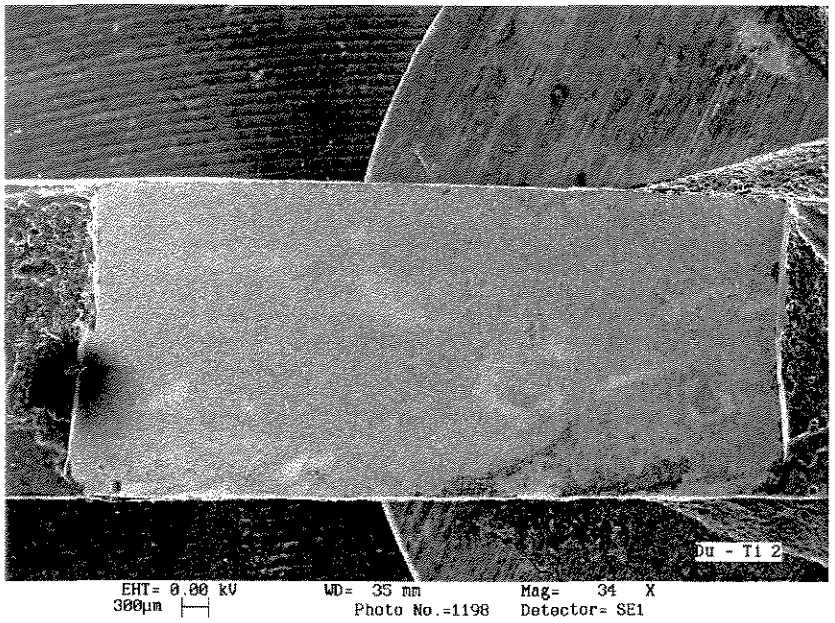


FIGURA 22 - Corpo-de prova Ti-2 / Duceratin fraturado com 26,64MPa, na região anteriormente recoberta com porcelana. As áreas claras representam o Ti-2 e os pequenos pontos escuros representam ilhas de porcelana residual. Aumento de 34 vezes.

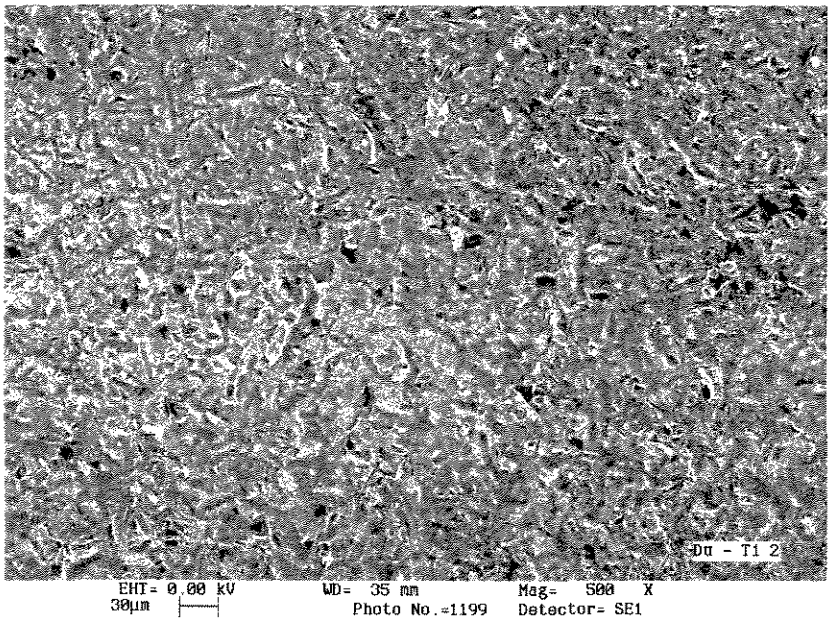


FIGURA 23 - Corpo de prova Ti-2 / Duceratin em aumento de 500 vezes, as pequenas quantidades de ilhas de porcelanas aderidas, assim como a superfície do substrato, onde as irregularidades observadas correspondem ao jateamento com óxido de alumínio.

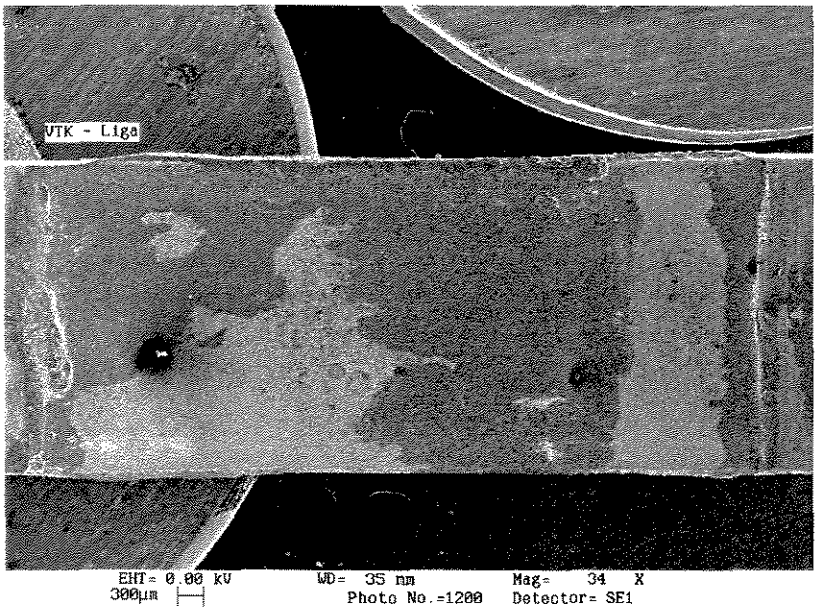


FIGURA 24 - Corpo-de prova, liga Ti-5 / Vita, fraturado com 32,44MPa, na região anteriormente recoberta com porcelana. As áreas claras representam o Ti-2 e os pequenos pontos escuros representam ilhas de porcelana residual. Aumento de 34 vezes.

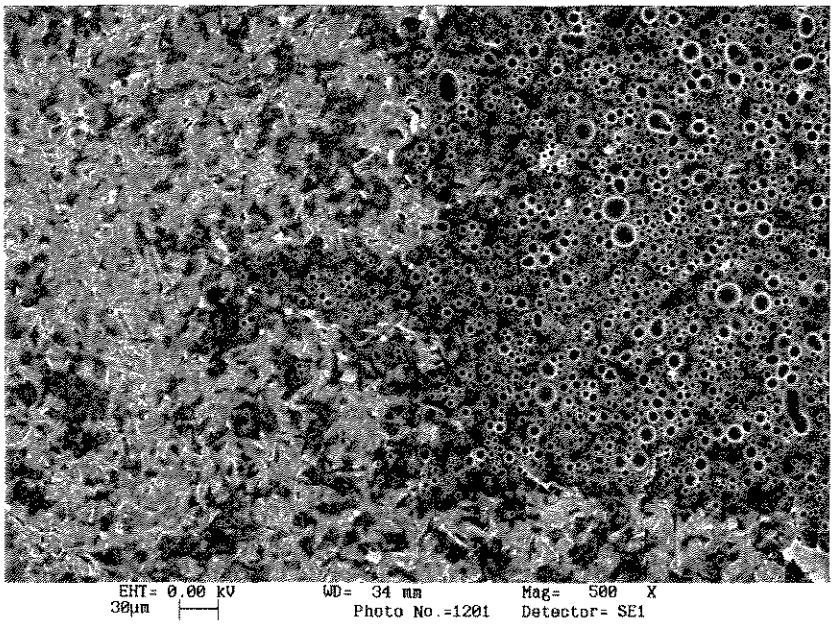


FIGURA 25 - Corpo de prova ligaTi-2 / Vita, em aumento de 500X, a grande ilha de porcelana aderida, assim como a superfície do substrato, onde as irregularidades observadas correspondem ao jateamento com óxido de alumínio.

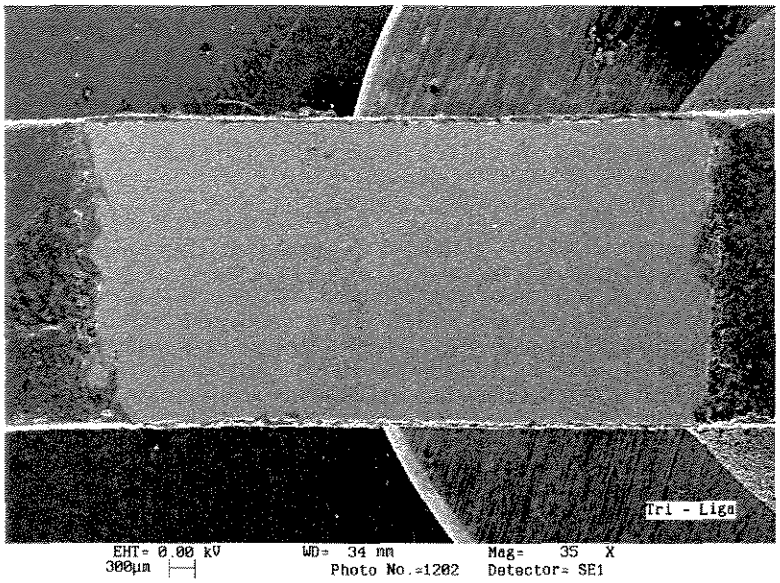


FIGURA 26 - Corpo-de prova, liga Ti-5 / Triceram, fraturado com 30.03MPa, na região anteriormente recoberta com porcelana. As áreas claras representam o Ti-2 e os pequenos pontos escuros representam ilhas de porcelana residual. Aumento de 34X.

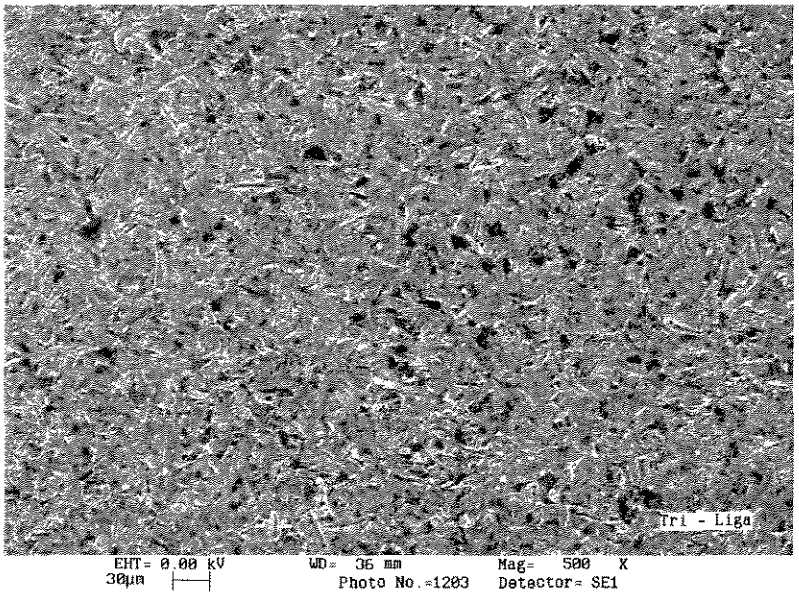


FIGURA 27 - Corpo de prova liga Ti-2 / Triceram em aumento de 500 vezes, as ilhas de porcelanas aderidas, assim como a superfície do substrato, onde as irregularidades observadas correspondem ao jateamento com óxido de alumínio.

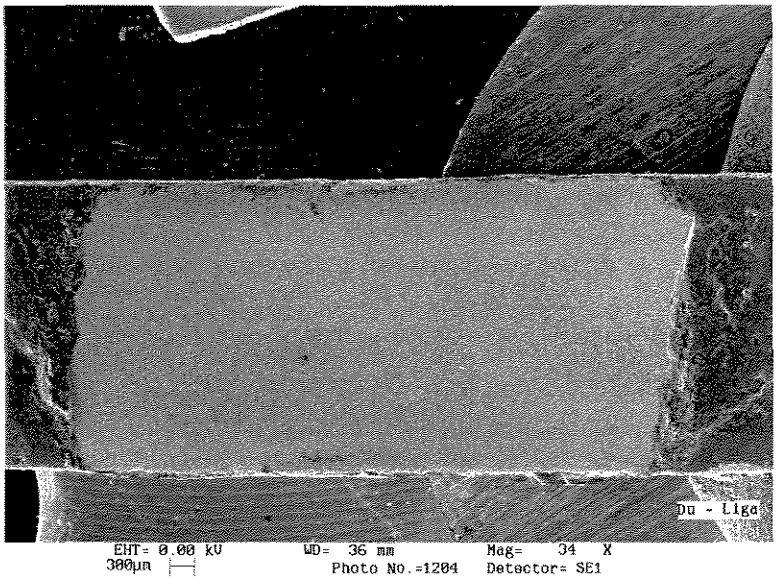


FIGURA 28 - Corpo-de prova, liga Ti-5 / Duceratin, fraturado com 29,28MPa, na região anteriormente recoberta com porcelana. As áreas claras representam o Ti-2 e os pequenos pontos escuros representam ilhas de porcelana residual. Aumento de 34X.

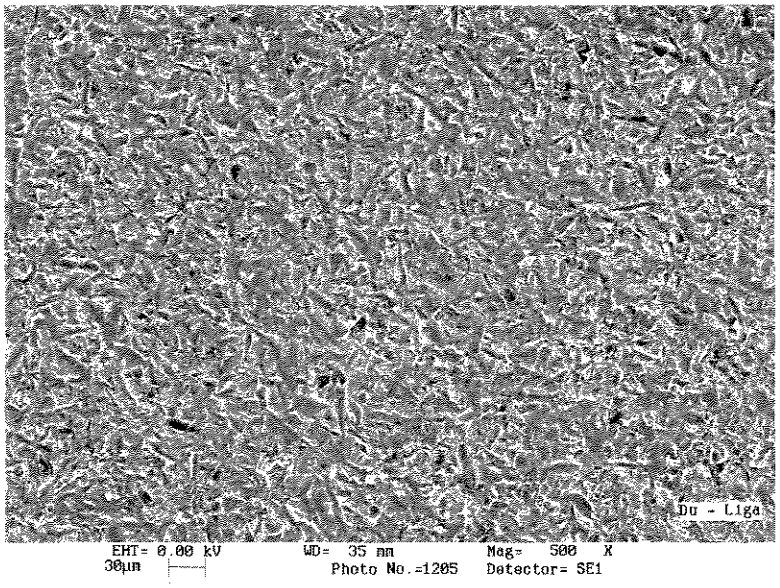


FIGURA 29 – Corpo de prova liga Ti-2 / Duceratin em aumento de 500X, as pequenas quantidades de ilhas de porcelanas aderidas, assim como a superfície do substrato, onde as irregularidades observadas correspondem ao jateamento com óxido de alumínio.

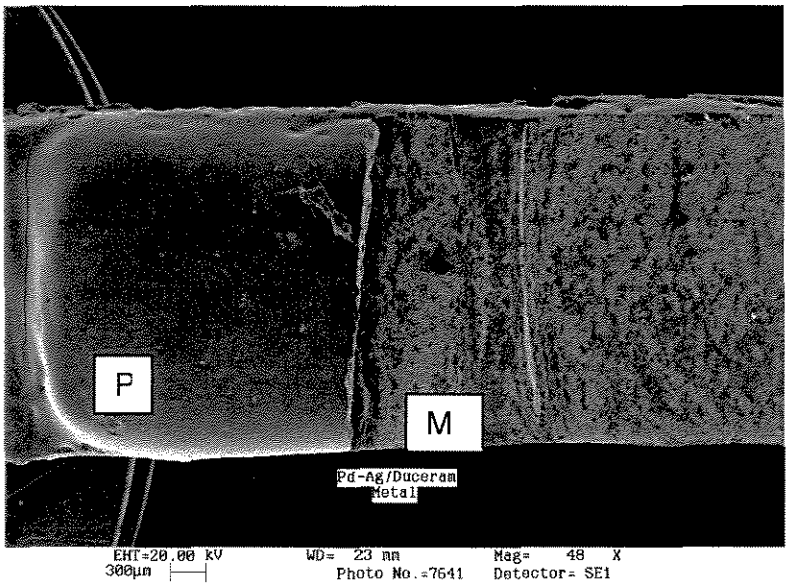


FIGURA 30 - Imagem do corpo-de-prova de Pd-Ag, fraturado com 53MPa, mostrando parte da porcelana ainda aderida, representada por "P". Em "M", as áreas claras representam o metal, e as áreas escuras representam porcelana residual aderida. Aumento de 48 vezes.

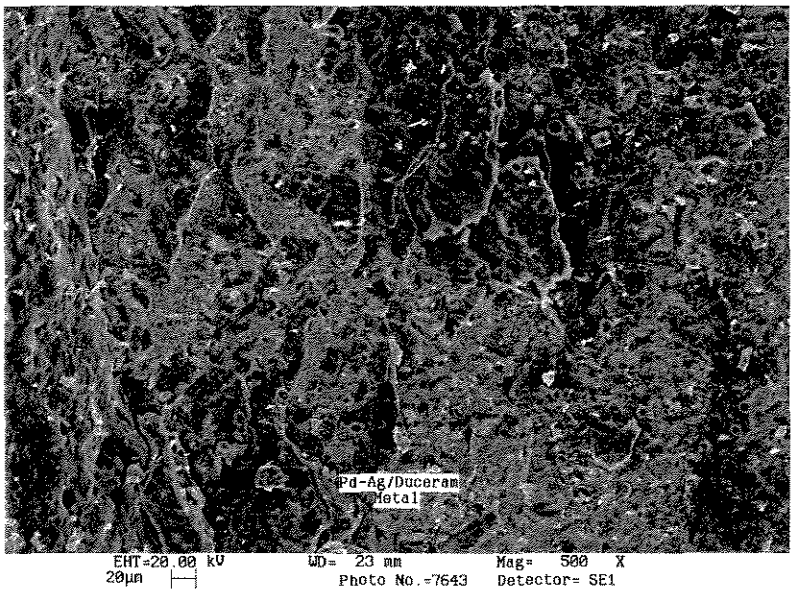


FIGURA 31 - Aspecto da superfície da liga de Pd-Ag na região anteriormente recoberta por porcelana, cujo corpo-de-prova foi fraturado com 53MPa. As áreas claras correspondem ao metal, e as áreas escuras correspondem à porcelana residual aderida. Aumento de 500 vezes.

5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A mais de 30 anos, as coroas artificiais metalocerâmica por conciliarem estética e resistência, são opções de tratamento reabilitador de amplo sucesso. A procura por alternativas capazes de substituir satisfatoriamente as ligas tradicionalmente utilizadas, tornou o titânio o alvo das pesquisas na área de prótese. O fato almeja explorar a biocompatibilidade, resistência à corrosão, baixo peso específico, ductilidade e baixa condutividade térmica do titânio (WANG & FENTON, 1996; YILMAS & DINÇER, 1999). O advento de porcelanas de baixa fusão específicas possibilitou a construção de coroas metalocerâmicas, que, além da estética e resistência características (RAZZOG et al, 1994; ESQUIVEL et al.,1995, 1996) agregou as propriedades desejáveis do titânio (MENIS et al., 1986; KIMURA et al., 1990; PANG et al., 1995;).

Para que restaurações possam ser utilizadas clinicamente com segurança, tanto os materiais como as técnicas empregadas, devem ser exaustivamente avaliadas em testes laboratoriais. O desempenho clínico de restaurações metalocerâmicas é normalmente estimado por ensaios de resistência de união das combinações entre os substratos metálicos e as

cerâmicas específicas. Para materiais friáveis como as porcelanas, o teste de flexão, que em comparação a outros testes tem prevalecido e está contido no projeto proposto pela norma Alemã DIN 13.927 (PROSBTER et al., 1996) é tido como preferível desde que simula do modo mais aproximado as tensões ocorridas nas próteses dentárias, como pontes em "*cantilever*" ou de elementos múltiplos (ANUSAVICE, 1998). Além disto, para se avaliar as combinações, a padronização das amostras é fundamental para a obtenção de resultados confiáveis (CAPUTO et al., 1977).

A hipótese de que as combinações envolvendo as porcelanas e substratos em titânio (Ti-2 e Ti-5) apresentam resistência semelhante às combinações convencionais não se verificou, sendo que as primeiras, mostraram-se inferiores estatisticamente ao grupo controle composto de substrato em Pd-Ag e porcelana convencional. As médias para os substratos em titânio variaram de 22,72MPa a 30,82MPa, valores intermediários aos de 26MPa encontrados por WHITE et al.,(1996) sendo que para a liga Pd-Ag / porcelana convencional, a resistência variou de 41,79MPa a 52,65MPa (com uma média de 47,98MPa). Corroboram também os achados de YILMAZ & DINÇER, (1999) para a combinação Vita Titankeramik e substrato em Ti-2 por teste de flexão de três pontos.

Estudos destinados a avaliar a resistência de união entre o titânio puro e as LFC, utilizando-se de ensaios de flexão, apresentam grandes variações em seus resultados. Valores desde 14MPa (PROBSTER et al., 1996) até 37MPa (YILMAZ & DINÇER, 1999) podem ser encontrados. Deve-se ressaltar que neste estudo, as amostras foram padronizadas através da retificação das tiras metálicas e da utilização de uma matriz para aplicação de porcelana. Além disto, antes da aplicação da porcelana, todas as tiras metálicas foram radiografadas a fim de diagnosticar eventuais defeitos internos que interfeririam no comportamento mecânico das amostras diante do ensaio de flexão. Diferenças observadas entre os resultados ora obtidos e dados disponíveis, oriundos de outras publicações, talvez possam ser explicados pela ausência da descrição do protocolo utilizado para a padronização dos corpos-de-prova.

Os resultados obtidos pela comparação dos substratos Ti-2 e Ti-5 combinados às porcelanas Duceratin, Triceram e Vita Titankeramic mostrou que nos grupos onde o Ti-2 foi utilizado como substrato, as amostras combinadas à porcelana Duceratin apresentaram valor significativamente menor que a combinação com Vita Titankeramic. Nos grupos que utilizaram o Ti-5 como substrato, não foram detectadas diferenças significativas entre

as amostras, embora os resultados apontassem que a combinação com a porcelana Duceratin apresentasse o menor valor de resistência de união. Além disto, na comparação entre todos os grupos experimentais a combinação Ti-5 / Duceratin apresentou valores significativamente mais baixos que a combinação Ti-2 / VitaTitankeramic.

Vários podem ser os fatores limitantes de uma união clinicamente satisfatória entre as porcelanas de baixa fusão e os substratos em titânio. A espessura da camada de óxido formada sobre a superfície do metal (ADACHI et al., 1990; KIMURA et al., 1990) é um deles. A resistência da combinação titânio-porcelana depende dos efeitos da oxidação que ocorre na interface. Quando se trabalha com temperaturas entre 700°C e 800°C, é possível se obter uma união aceitável. Valores que próximos ou que excedam a 900°C, promovem a formação de uma espessa camada de óxido (TiO2) entre a porcelana e o metal, inviabilizando a união (ADACHI et al., 1990; KIMURA et al., 1990). Já a explicação para os valores de resistência ou diferenças entre grupos pode ser conjeturada por hipóteses como: difusão de elementos químicos durante a cocção da porcelana sobre o titânio (HANAWA et al., 1994; OKA et al., 1996; WANG e FUNG, 1997, 1998; WANG et al.,1999), podendo produzir variações no óxido formado na

superfície e alteração na resistência de união e diferença nos coeficientes de expansão térmica das porcelanas utilizadas (YILMAZ & DINÇER, 1999).

Tensão residual e fraturas são fatos estreitamente relacionados à diferença de expansão térmica entre o substrato metálico e a porcelana. Para que sejam compatíveis, a diferença no coeficiente de expansão térmica entre os materiais deve ser igual ou menor do que $1x10^{-6}/^{o}C$ (AKAGI et al, 1992). O titânio apresenta coeficiente de expansão térmica de $9,41x10x^{-6}/^{o}C$, no intervalo de 25°C a 400°C (TOGAYA et al.,1983). O coeficiente de expansão térmica da porcelana Vita Titankeramik, segundo seu fabricante é de $8,4–9,0x10^{-6}$ °C. A cerâmica Triceram apresenta $8,9x 10^{-6}$ °C (opaco), e de $8,4 x10^{-6}$ °C (dentina e esmalte) e a Duceratin, $8,7 x 10^{-6o}C$. Contudo, YILMAZ & DINÇER, (1999) não observaram compatibilidade térmica entre o Ti-2 e cerâmica Vitatitankeramik, detectando coeficiente de expansão térmica de $7,9x10^{-6o}C$ para opaco e de $6,3x10^{-6}/^{0}C$ para o corpo da porcelana, valores que excederam em $2,9x10^{-6}/^{o}C$ a diferença entre ambos – valor muito diferente do divulgado pelos fabricantes.

As combinações rompidas após o teste de flexão e observadas através da Microscopia Eletrônica de Varredura revelaram pouca

quantidade de porcelana residual aderida aos substratos de Ti-2 e Ti-5, resultados estes semelhantes aos encontrados por ADACHI et al., (1990); DERANT & HERO, (1992); KÖNÖMEN & KIVILAHTI, (1994); PANG et al., (1995); WHITE et al., (1996); YILMAZ & DINÇER, (1999); SUASUWAN e SWAIN, (1999). O fato demonstra ser pouco satisfatória a quantidade e qualidade da união. Além disto, as observações realizadas nos substratos de Ti-2 e Ti-5 cobertos pela porcelana Duceratin apresentaram a menor quantidade de porcelana aderida na comparação aos demais substratos, ratificando os dados obtidos pelo ensaio mecânico. A predominância de fraturas do tipo adesiva foi observada para todas as combinações envolvendo substratos em Ti-2 e Ti-5. O grupo composto pela liga Pd-Ag, por sua vez, revelou a ocorrência de fraturas predominantemente coesivas.

O titânio como biomaterial provavelmente continuará predominando nos tratamentos envolvendo implantes osseointegrados. Embora economicamente viável, as tecnologias de processamento como fundição, soldagem e uniões às cerâmicas são relativamente novas. Para que se torne acessível e confiável às construções protéticas usuais, pesquisas clínicas e estudos longitudinais ainda são necessários. Já a união da cerâmica ao titânio constitui-se técnica sensível e norteada pelos efeitos provocados principalmente pela camada de óxido superficial. Os fatores

envolvidos na formação e modificação desta camada devem ser observados e respeitados. O tratamento de superfície aplicado ao substrato, o tamanho das partículas de óxido de alumínio utilizado no jateamento, além do adequado tempo de espera entre o jateamento e a aplicação da cerâmica, devem ser considerados (TAIRA et al., 1998; DÉRAND & HERO, 1992; ORUÇ e KAMA, 1999). Além disto, fica evidente, que são válidas as tentativas para controle do aumento da resistência de união do conjunto, através da aplicação de elementos químicos sobre o titânio (OKA et al. 1996; WANG & FUNG, 1997, 1998; WANG et al., 1999).

6 CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste trabalho, conclui-se que:

6.1) A resistência de união da combinação controle Pd-ag / Duceram foi significantemente maior que aquelas envolvendo substratos em titânio graus 2 e 5;

6.2) Dentre as combinações envolvendo substratos em titânio (graus 2 ou 5) as amostras representadas por Ti-2 / Vita Titankeramik (30,82MPa) foram significativamente superiores em resistência de união que aquelas em Ti-2 / Duceratin (22,72MPa) e Ti-5 (22,90MPa).

6.3) Sob observação em M.E.V., foram verificadas falhas predominantemente adesivas para as combinações contendo substratos em titânio e coesivas no corpo cerâmico nas combinações controle.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

ADACHI, M.; MACKERT, J.R.; PARRY, E.E.; FAIRHURST, C.W. Oxide aderence and porcelain bonding to titanium and Ti-6Al-4V alloy. *J. dent. Res.*, Washington, v.69, p.1230-35, 1990.

ALBREKTSSON, T. Direct bone anchorage of dental implants. *J. prosthet. Dent.*, Saint Louis, n.50, p.225-261, 1983.

ANUSAVICE, K.J. Propriedades mecânicas dos materiais. *In:*_____., *Phillip's Science of Dental Materials*. 8ª ed., Guanabara-koogan, 1998. Cap.3, p.36.

AKAGI, K.; OKAMOTO, Y.; MATSUURA, T.; HORIBE, T. Properties of teste metal ceramic titanium alloys. *J. prosthet. Dent.*, Saint Louis, v.68, n.3, p.462-7, Sep., 1992.

* De acordo com a NBR 6023 de agosto de 2001 da Associação Brasileira de Normas Técnicas. Abreviatura de periódicos: "World List of Scientific Periodicals".

ASM Handbook. Properties and Selection: *Stainless Steels, Tool Materials and Special-Purpose Metals*. Ninth Edition 3: p.353-417, 1992.

BERG, E. Dentist' opinions on aspects of cast titanium restorations. *J. Dent.*, Bristol, V.25, n.2, p.113-7, 1997.

BERGAM, M. *Cast titanium in dental constructions.* DPNOVA AB Malmo: Sweden, 1995.32p.

CAPUTO, A.A.; DUNN, B.; RESIBICK, M.H. A flexural method for evaluation of metal ceramic bond strenght. *J. dent. Res.*, Washington, v.56, n.12, p.1501-1506, 1977.

ESQUIVEL, F. J.; CHAI, J.; WOZNIAK, T. W. Color stability of low-fusing porcelain for titanium. *Int. J. Prosthodont.*, Chicago, v.8, n.5, p.479-485, May, 1995.

_____; CHAI, J.; WOZNIAK, T. W. The physical properties of low-fusing porcelain for titanium. *Int. J. Prosthodont.*, Chicago, v. 9, n.6, p.563-571, Jun. 1996.

DÉRAND, T.; HERO, H. Bond strength of porcelain on cast vs. Wrought titanium. *Scand. J. dent. Res.*, Oslo, v.100, p.184-188, 1992.

GEGEL, H.L.; HOCH, M. Alloy processing. *In:_____., Titanium science and technology.* New York: Plenum Press, 1973. Cap.12, p.923-931.

GILBERT, L.J.; COVEY, A. D.; LAUTENSCHLAGER, P. E. Bond characteristics of porcelain fused to milled titanium. *Dent. Mater.,* Chicago, v.10, p.134-140, Mar., 1994.

HANAWA, T.; KON, M.; OHKAWA, S.; ASAOKA, K. Diffusion of elements in porcelain into titanium oxide. *Dent. Mat. J.,* v.13, n.2, p.164-173, Oct., 1994.

IDA, K.; TSUTSUMI, S.; TOGAYA, T. Titanium or titanium alloys for dental casting. *J. dent. Res.*, Washington, v.59, p.985, 1980. [Abstracts, 397].

KIMURA, H.; HORNING, C.J.; OKAZAK, M.I.; TAKAHAHI, J. Oxidation effect on porcelain titanium interface reaction and bond strength. *Dent. Mater J.*, n.9, p.91-9, 1990.

KÖNÖMEN, M; KIVILAHTI, J. Bonding of low-fusing dental porcelain to commercially pure titanium. *J. Biomed Mater Res.*, n. 28, v. 9, p.1027-35, Sep., 1994.

_____; KIVILAHTI, J. Fusing of dental ceramics to titanium. *J. dent Res.*, Washington, v.3, n.8, p.848-853, Mar, 2001.

LAUTENSCHLAGER, P.E.; MONAGHAN, P. Titanium and titanium alloys as dental materials. *Int. dent. J.*, Chicago, v.43, p.245-253. June, 1993.

MENIS, D.L.; MOSER, J.B.; GREENER, E.H. Experimental porcelain compositions for application to cast titanium. *J. dent. Res.*, Washington, v.65, p. 343, 1986. [Abstract, 1565].

OKA, K.; HANAWA, T.; KON, M.; LEE, H.H.; KAWANO, F.; TOMOTAKE, Y.; MATSUMOTO, N.; ASAOKA, K.; Effect of barium in porcelain on bonding strength of titanium-porcelain system. *Dent. Mater J.*, v.15, n.2, p.111-20, Dec., 1996.

ORUÇ, S & KAMA, B. Investigation of microleakage between titanium and porcelain. *J. Oral Rehabil.*, V.26, p.529-533, 1999.

PRÖSBTER, L.; MAIWALD, U.; WEBER, H. Three-point bending strength of ceramics fused to cast titanium. *Eur J Oral Sci.*, Denmark, V.104, p.313-9, 1996.

PANG, I.C.; GILBERT, J.L.; CHAI, J.; LAUTENSCHLAGER, E.P. Bonding characteristics of low-fusing porcelain bonded to pure titanium and palladium-copper alloy. *J. prosthet. Dent.*, Saint Louis, v.73, n.1, p.17-25, Jan., 1995

PARR, G.R.; GARDNER, L.K.; TOTH, R.W. Titanium: The mystery metal of implant dentistry. Dental materials aspects. *J. prosthet. Dent.*, Saint Louis, V.54, n.3, p.410-414, Sep., 1985.

RAZZOG, E. M.; LANG, R.B.; RUSSEL, M.M.; MAY, B.K. A comparison of color stability os convenctional and titanium dental porcelain. *J. prosthet. Dent.*, Saint Louis, v. 72, n. 5, p. 453-456, May, 1994.

SUANSUWAN, N.; SWAIN, V.M. New approach for evaluating metal-porcelain interfacial bonding. *Int. J. Phosthodont.* Chicago, V.12, n.6, p.547-552, 1999.

TAIRA,Y.; MATSUMURA, H.; YOSHIDA, K.; TANAKA, T.; ATSUTA, M. Influence of surface oxidation of titanium on adhesion. *J. Dent.*, Bristol, v.26; n.1, p.69-73, Jan., 1998.

TOGAYA, T.; SUZUKI, M.; TSUTSUMI, S.; IDA, K. An application of pure titanium to the metal porcelain system. *Dent. Mater.*, Chicago, v.2, p. 210-219, 1983.

WALTER, M.; REPPEL, D.; BÖNING, K.; FREESMEYER, W.B. Six-year follow-up of titanium and high-gold porcelain-fused-to-metal fixed partial dentures. *J. Oral Rehabil.*, V.26, p.91-96, 1999.

WANG, R.R.; FENTON, A.Titanium for prosthodontic applications: A review of the literature. *Quintessence Int.*, Berlin, v.27, n.6. p.401-8, 1996.

_____.; FUNG, K.K. Oxidation behavior of surface-modified titanium for titanium-ceramic restorations. *J. prosthet. Dent.*, Saint Louis, v.77, n.4, p.423-34, Apr., 1997.

WANG, R.R.; MEYERS, E.; KATZ, J.L. Scanning acoustic microscopy study of titanium-porcelain interface of dental restorations. *J. Biomed. Mater Res.*, v.42, n.4, p.508-16, Dec., 1998.

_____.; WELSCH, E.G.; MONTEIRO, O. Silicon nitride coating on titanium to enable titanium-ceramic bonding. *J. Biomed. Mater Res.*, V.46, p.262-270, 1999

WHITE, N.S.; BDENTSC; HO, L.; CAPUTO, A.A.; GOO, E. Strength of porcelain fused to titanium beams. *J. prosthet Dent.*, Saint Louis, V.75, n.6, p.640-8, June, 1996.

YILMAZ, H.; DINÇER, C. Comparason of the bond compatibility of titanium and na NiCr alloy to dental porcelain. *J. Dentist.,* V.27, p.215-222, July, 1999.

YOUNG, H.M.; COFFEY, J.P.; CASWELL, W. sprue desing and its effect on castability of ceramometal alloy. *J. prosthet. Dent.*, Saint Louis, v.57, n.2, p.160-4, Feb., 1987

ZAVANELLI, R.A., HENRIQUES, G.E.P. Corrosion-fatigue life of commercially pure tutanium and Ti-6Al-4V in different storage. *J. prosthet. Dent.*, St. Louis, v.84, n.3, p.274-279, Sep., 2000.

Valores originais da resistência de união obtidos durante o ensaio de flexão.

TABELA 2

Valores originais da resistência de união para o grupo Ti – 2 / Vita Titankeramik

Corpos-de-prova	Força (kgf)	Tensão (MPa)
1	0,8349	31,19186
2	0,7329	27,38114
3	0,9047	33,79959
4	0,7007	26,17815
5	0,8430	31,49448
6	0,6242	23,32011
7	0,7584	28,33320
8	0,8161	30,48950
9	0,7946	29,68626
10	0,8105	30,28028
Média	-.-	30,820
Desvio Padrão	-.-	6,210

TABELA 3

Valores originais da resistência de união para o grupo Ti – 2 / Triceram

Corpos-de-prova	Força (kgf)	Tensão (MPa)
1	0,7554	28,22174
2	0,8174	30,53806
3	0,5315	19,85684
4	0,6859	25,62522
5	0,7946	29,68626
6	0,6792	25,37491
7	0,7832	29,26035
8	0,6886	25,72610
9	0,7248	27,07853
10	0,6550	24,47080
Média	-.-	26,58388
Desvio Padrão	-.-	3,130241

TABELA 4

Valores originais da resistência de união para o grupo Ti - 2 / Duceratin

Corpos-de-prova	Força (Kgf)	Tensão(MPa)
1	0,7128	26,63021
2	0,6322	23,61899
3	0,6301	23,54054
4	0,5342	19,95771
5	0,694	25,92784
6	0,694	25,92784
7	0,374	13,97264
8	0,5168	19,30765
9	0,7132	26,64515
10	0,5826	21,76594
Média	-.-	22,72945
Desvio padrão	-.-	4,075108

TABELA 5

Valores originais da resistência de união para o grupo Ti - 5 / Vita Titankeramik

Corpos-de-prova	Força (Kgf)	Tensão(MPa)
1	0,7463	27,88177
2	0,7611	28,43470
3	0,7047	26,32759
4	0,8685	32,44716
5	0,6819	25,47578
6	0,745	27,83320
7	0,6107	22,81575
8	0,8631	32,24542
9	0,6638	24,79957
10	0,6309	23,57042
Média	-.-	27,18314
Desvio padrão	-.-	3,287482

TABELA 6

Valores originais da resistência de união para o grupo Ti - 5 / Triceram

Corpos-de-prova	Força (Kgf)	Tensão(MPa)
1	0,804	30,03744
2	0,7262	27,13083
3	0,5611	20,96270
4	0,6765	25,27404
5	0,6966	26,02498
6	0,7953	29,71241
7	0,7289	27,23170
8	0,5329	19,90914
9	0,7651	28,58414
10	0,5477	20,46207
Média	-.-	25,53294
Desvio padrão	-.-	3,81582

TABELA 7

Valores originais da resistência de união para o grupo Ti - 5 / Duceratin

Corpos-de-prova	Força (Kgf)	Tensão(MPa)
1	0,6322	23,61899
2	0,4738	17,70117
3	0,6501	24,28774
4	0,447	16,69992
5	0,5678	21,21301
6	0,5128	19,15821
7	0,5973	22,31513
8	0,7839	29,28650
9	0,7154	26,72734
10	0,7513	28,06857
Média	-.-	22,90766
Desvio padrão	-.-	4,310841

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

TABELA 8

Valores originais da resistência de união para o grupo controle Pd-Ag

Corpos-de-prova	Força (Kgf)	Tensão(MPa)
1	0,996	43,41232
2	1,199	52,26041
3	1,154	50,29901
4	1,064	46,37621
5	1,05	45,7660
6	1,216	53,00139
7	1,114	48,55555
8	0,959	41,79961
9	1,048	45,67883
10	1,208	52,65269
Média	-.-	47,9802
Desvio padrão	-.-	3,984827

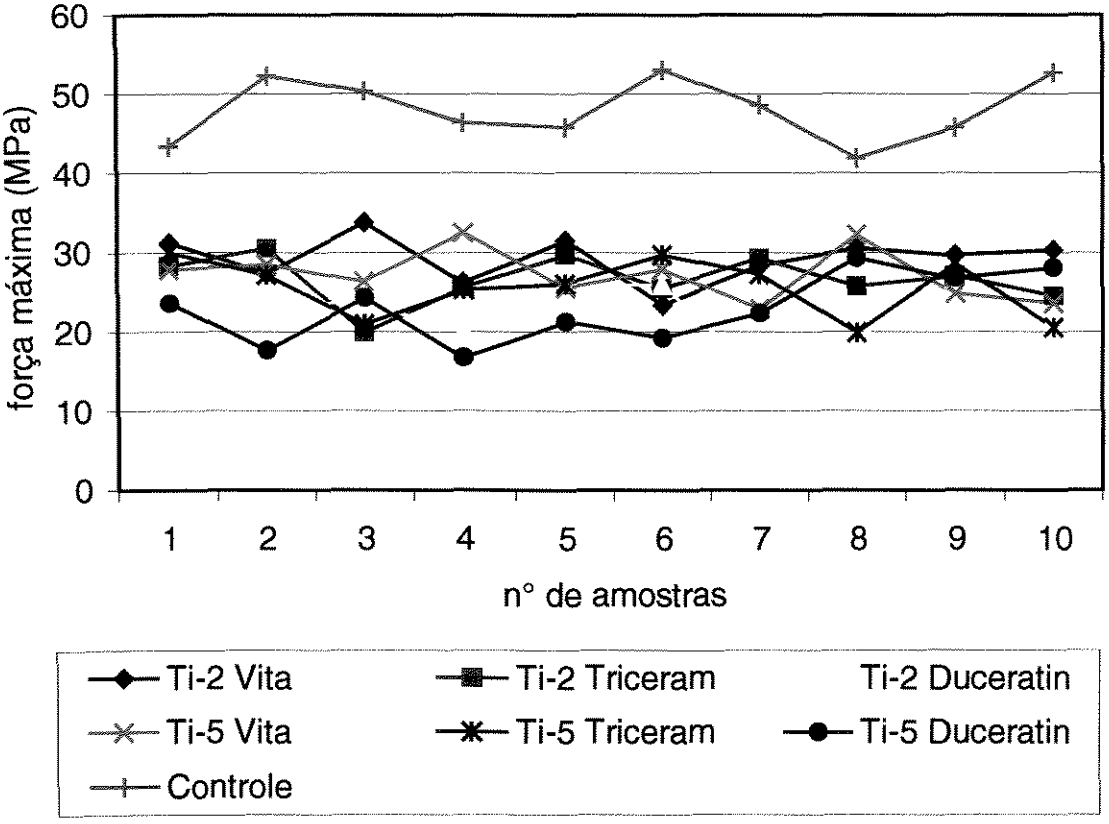


FIGURA 32 – Perfil individual das amostras de Ti-2 e Ti-5 com os tratamentos cerâmicos (Vita Titankeramik, Triceram e Duceratin) respectivamente.

TABELA 9

Análise de variância inteiramente casualizada para para as amostras de Ti-2 Vita Titankeramik, Ti-2 Triceram, Ti-2 Duceratin, Ti-5 Vita Titankeramik, Ti-5 Triceram, Ti-5 Duceratin e grupo controle

Causas de variação	Graus de Liberdade	Soma de Quadrado	Quadrado Médio	F	Nível –P
Tratamentos	6	4610,7882	768,4647	43,10175	0,000000
Resíduos	63	1123,23204	17,82908		

TABELA 10

Média, desvio padrão e coeficiente de variação (c.v.), valor mínimo e máximo da resistência de união para o Ti-2 e Ti-5 e tratamentos cerâmicos

Resistência de união (em MPA)					
Grupos e tratamento	**Médias**	**Desvio padrão**	**Coef. de variação**	**Valor máximo**	**Valor mínimo**
Ti-2 Vita	30,820[a]	6,210	20,15	33,79	23,32
Ti-2 Triceram	26,584[ab]	3,130	11,77	30,35	19,85
Ti-2 Duceratin	22,729[b]	4,075	17,93	26,64	13,97
Ti-5 Vita	27,183[ab]	3,287	12,09	32,45	22,81
Ti-5 Triceram	25,533[ab]	3,816	14,95	30,03	19,90
Ti-5 Duceratin	22,908[b]	4,311	18,82	29,28	16,70
Grupo Controle	47,980[c]	3,985	8,31	53,01	41,80

Médias seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente.