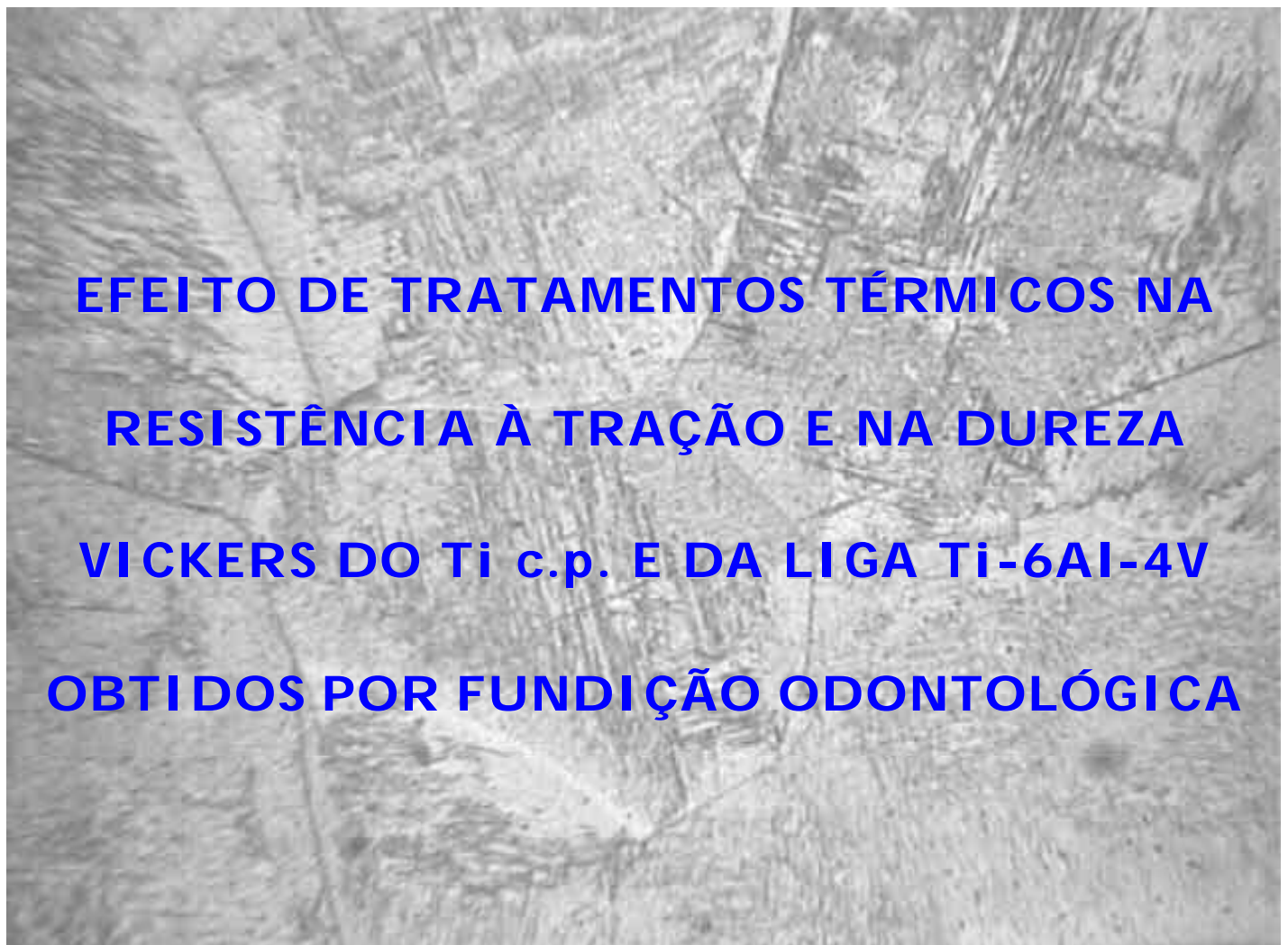


**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA**

SICKNAN SOARES DA ROCHA



**EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS NA
RESISTÊNCIA À TRAÇÃO E NA DUREZA
VICKERS DO Ti c.p. E DA LIGA Ti-6Al-4V
OBTIDOS POR FUNDIÇÃO ODONTOLÓGICA**

**ARARAQUARA
2002**

SICKNAN SOARES DA ROCHA

**EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS NA
RESISTÊNCIA À TRAÇÃO E NA DUREZA VICKERS DO
Ti c.p. E DA LIGA Ti-6Al-4V OBTIDOS POR FUNDIÇÃO
ODONTOLÓGICA**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Araraquara,
da Universidade Estadual Paulista, para obtenção do título de
Mestre em Reabilitação Oral (Área de Concentração: Prótese).

Orientador: Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

ARARAQUARA

2002

Rocha, Sicknan Soares da

Efeito de tratamentos térmicos na resistência à tração e na dureza Vickers do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V obtidos por fundição odontológica / Sicknan Soares da Rocha. – Araraquara : [s.n.], 2002.

133 f. ; 30 cm

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

1. Ligas dentárias 2. Titânio 3. Tratamento térmico
4. Resistência à tração 5. Dureza I. Título

DADOS CURRICULARES
SICKNAN SOARES DA ROCHA

NASCIMENTO 2.7.1972 – GOIÂNIA/GO

FILIAÇÃO Antônio Ferreira da Rocha
Júlia Soares da Rocha

1992/1996 Curso de Graduação

Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Goiás

1997/2000 Professor Substituto do Departamento de Prevenção e
Reabilitação Oral, da Faculdade de Odontologia – UFG.

2001/2002 Curso de Pós-Graduação em Reabilitação Oral (Prótese), nível
de Mestrado, na Faculdade de Odontologia de Araraquara –
UNESP.

DEDICATÓRIA

A **Deus** por me suprir de forças e motivação, que me permitiram realizar esta importante conquista;

Aos meus pais, **Antônio e Júlia**, pelos princípios de caráter, honestidade e simplicidade, e aos meus irmãos, **Sandra, Sônia, Sinomil e Silmar**, pela compreensão e carinho;

Dedico especialmente ao meu irmão **Sinomil**, maior exemplo de vida e grande responsável por este acontecimento.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

Pela simplicidade nos ensinamentos, e pela amizade e confiança, que nos permitiram uma convivência harmoniosa e de muito respeito.

Sua postura ética e justa me faz tê-lo como “referência” a ser seguida. Aprendi a admirá-lo e, sobretudo, respeitá-lo como mestre e grande ser humano.

Muito obrigado,

E que Deus o abençoe.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Ricardo Samih. Georges Abi Rached,
diretor da Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP, pela oportunidade;

À Prof^a. Dr^a. Ana Lúcia Machado, Coordenadora do
Curso de Pós-graduação em Reabilitação Oral – Área de Prótese, pela
oportunidade e seriedade com que conduz o Programa de Pós-graduação;

Aos professores do Departamento de Materiais Odontológicos e
Prótese, em especial **Marco Compagnoni, Carlos Cruz, Luis Geraldo,
Renata e Cínara**, pelos ensinamentos, confiança, dedicação, amizade e
sensibilidade às minhas dificuldades;

Aos professores Dr^{os}. **Guilherme Elias Peçanha.
Henriques e Mauro Antônio Arruda Nóbilo**, do Departamento de
Periodontia e Prótese, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, UNICAMP,
por terem nos auxiliado e permitido a utilização do Laboratório de Prótese Parcial
Removível para os procedimentos de fundição;

Aos professores do Departamento de Prevenção e Reabilitação
Oral, da Faculdade de Odontologia, UFG, em especial ao **Prof. Bento Alves
Barcellos**, que me possibilitou acreditar na carreira acadêmica;

Ao amigo **Prof. Dr. Carlos Estrela**, pelo incentivo constante e
pelo exemplo de seriedade na “arte” do ensino e da pesquisa;

Ao amigo **Prof. Dr. Cláudio Rodrigues Leles**, pelo apoio
intelectual e material nos momentos mais relevantes desta jornada;

À amiga **Graça**, pelo primeiro e mais importante apoio que recebi
na minha vida profissional;

Aos meus “irmãozinhos” **Cláudio e Neto**, pela amizade, lealdade e apoio incondicional em todos momentos;

Aos amigos **Robertinha, Welder e Carlinha**, que tiveram uma importância fundamental nos momentos de superação;

Aos goianos em Araraquara, em especial ao **Fabício**, pelo apoio inicial e compreensão;

A todos os colegas de Pós-graduação: **André, Eduardo, Fabiana, Fabiano, Janaina, José Fernando, Karin, Márcio, Márcio Mendonça, Max, Nara, Raphael, Renata, Roberta, Rosângela, Sabrina, Susana, Vanessa, Weber, Adriana, Débora, Hércules, Pedro, Renato**, pelo aprendizado, companheirismo e pela amizade daqueles que sempre cultivarei;

Ao **Raphael**, pelo companheirismo e pela grande amizade que há de ser conservada;

Ao **Renan**, pelo companheirismo e pelas atitudes solidárias;

A todos os funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, principalmente às “**meninas**”, pela acolhida e momentos de descontração, e ao **Moacir**, a quem devo um muito obrigado especial pela presteza e preocupação em querer sempre ajudar;

Aos funcionários da Secção de Pós-graduação, sempre solícitos às nossas necessidades;

Aos funcionários da Biblioteca do Campus de Araraquara, pelo auxílio e orientação quanto à bibliografia.

A todos aqueles que colaboraram minha eterna gratidão.

EPÍGRAFE

Julgue o seu sucesso por aquilo o que
você teve que renunciar para conseguir.

(Tótem Tantra Nepalês)

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
2	REVISÃO DA LITERATURA	17
3	PROPOSIÇÃO	68
4	MATERIAL E MÉTODO	70
4.1	MATERIAL	70
4.2	MÉTODO	70
4.3	PLANEJAMENTO ESTATÍSTICO	83
5	RESULTADO	85
6	DISCUSSÃO	92
7	CONCLUSÃO	112
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	114
	ANEXOS	124
	RESUMO	129
	ABSTRACT	132

INTRODUÇÃO

1. Introdução

As ligas metálicas à base de ouro com propriedades físicas, químicas, mecânicas e biológicas largamente testadas e aprovadas, tiveram ampla aplicação na Odontologia Restauradora. Entretanto, o seu alto custo relativo motivou o desenvolvimento de ligas alternativas, cujas propriedades e desempenho clínico se aproximassem aos proporcionados pelo ouro⁵⁵.

Dentre os metais e ligas que surgiram na atualidade, nenhum tem recebido maior destaque que o titânio e suas ligas. Descoberto em 1795 pelo químico alemão Klaproth, o titânio é utilizado em larga escala na indústria aeroespacial, por possibilitar a construção de estruturas menos densas e resistentes¹³.

De acordo com Nakajima & Okabe³¹, a história de aplicação do titânio como biomaterial teve início em 1940, com Bothe et al., em que experimentos com implantes de titânio foram usados em animais de laboratório. A utilização do titânio fundido foi primeiro sugerida em 1959 por Beder & Ploger⁶, para fabricar implantes fundidos. Entretanto, apenas em 1977, foi reportado seu uso em prótese dentária, quando fundições experimentais de titânio para coroas e estruturas de próteses parciais foram realizadas, usando fusão por indução a vácuo³¹.

O titânio comercialmente puro (Ti cp), é disponível em quatro diferentes graus (1 a 4), dependendo do grau de incorporação de oxigênio, nitrogênio, hidrogênio, ferro e carbono, durante os processos de purificação⁵⁶. Quanto às ligas de titânio a mais comumente usada é a Ti-6Al-4V por apresentar propriedades físicas e mecânicas superiores ao Ti c.p.^{12,13,56}.

Atualmente estão sendo amplamente usados nas aplicações odontológicas por apresentarem inúmeras características favoráveis, que incluem: excelente biocompatibilidade, alta resistência à corrosão, baixa densidade, alta relação resistência/massa, alta ductilidade, baixa condutividade térmica, bem como adequadas propriedades mecânicas^{20,34,56,63}.

Na área odontológica, a principal aplicação, do titânio e suas ligas, tem-se dado nos implantes aloplásticos, mas nas duas últimas décadas, seu emprego tem aumentado consideravelmente na confecção de coroas, próteses parciais fixas e removíveis e restaurações metalocerâmicas³⁴.

A comprovada biocompatibilidade do titânio e de suas ligas, fez do titânio uma excelente alternativa às ligas de metais não-nobres, contendo níquel, cobalto e berílio, às vezes associadas a problemas como hipersensibilidade e propriedades alérgicas e carcinogênicas, manifestados em determinados pacientes^{21,34,37,56,57}.

De acordo com Ohkubo et al.³⁴, a biocompatibilidade e a baixa densidade, comparada com as ligas dentárias convencionais, são as principais características responsáveis pela crescente utilização do titânio fundido na confecção de próteses fixas e removíveis. Acrescentaram ainda que uma

considerável quantidade de pesquisas tem sido realizada para investigar a relação entre métodos de fundição e qualidade do titânio fundido, tais como porosidade interna, integridade marginal e propriedades físicas e mecânicas.

A baixa densidade do titânio ($4,2 \text{ g/cm}^3$), comparada com ligas de Co-Cr ($8,9 \text{ g/cm}^3$) e ouro ($19,3 \text{ g/cm}^3$), proporciona-lhe vantagem única, permitindo a confecção de próteses com baixa densidade, sem comprometer suas favoráveis propriedades mecânicas, como resistência à tração e dureza^{20,55}.

Entretanto, essa baixa densidade associada ao elevado ponto de fusão, em torno de 1720°C , e à alta reatividade química com elementos do revestimento³⁴, exigem máquinas especiais de fundição, que utilizam tecnologia diferente das utilizadas nas fundições de ligas de metais nobres e não-nobres⁶³.

Apesar do alto desenvolvimento conseguido com essas máquinas, de alta tecnologia, porosidade e inadequado preenchimento do molde são defeitos freqüentemente observados nas fundições de titânio^{13,17}.

A destacada reatividade química do titânio a elevadas temperaturas, principalmente com revestimentos à base de silicato ou aglutinado por fosfato, produz uma camada de reação dura e frágil na superfície da fundição, denominada α -case³⁴. Esta camada possui relevância clínica, haja vista que reduz a ductilidade e a resistência à fadiga de estruturas e grampos de próteses parciais removíveis⁵³, sendo também indesejável em termos de rugosidade de superfície e ajuste das estruturas⁶⁰.

Outro fator que tem merecido destaque nas pesquisas envolvendo o titânio fundido, sobretudo por interferir na porosidade e preenchimento do molde,

é a diferença de pressão do gás inerte, bem como o tipo de gás, requerido para a máquina de fundição⁶³.

A literatura sugere que quando estruturas de titânio são submetidas a tratamentos térmicos, as tensões induzidas pelo processo de fundição podem ser aliviadas, sugerindo o retorno à estrutura original (bruto de fusão). Além de aliviar as tensões, os tratamentos térmicos são realizados no intuito de otimizar propriedades especiais como resistência à fratura, resistência à fadiga e dureza^{2,13,33}.

De acordo com Donachie Jr.¹³, a seleção do tipo de tratamento térmico, é usualmente baseada nas considerações práticas e nas propriedades mecânicas requeridas.

A resposta do titânio e suas ligas ao tratamento térmico, bem como a temperatura, tempo e método de resfriamento, dependem da composição do metal e por extensão, da sua caracterização como alfa, alfa-beta ou beta¹³.

Quando submetido a temperaturas acima de 883°C, o titânio passa por uma transformação em sua estrutura cristalina, de hexagonal compacta (fase alfa), para uma estrutura sólida cúbica de corpo centrado (fase beta), permanecendo assim até sua fusão (1672°C). Esta mudança de fases pode influenciar diretamente as propriedades do titânio. Porém, as informações quanto à eficiência de tratamentos térmicos em estruturas fundidas são ainda muito escassas.

Diante da aplicação relativamente recente do titânio nos procedimentos protéticos restauradores, e da insuficiente quantidade de estudos

disponíveis à cerca do seu comportamento frente às diversidades do meio bucal, como fatores de desgaste e tensões mastigatórias, o estudo de procedimentos técnicos, como tratamentos térmicos, torna-se oportuno, em vista da potencialidade de aplicação do titânio e suas ligas na rotina odontológica.

**REVISÃO
DA LITERATURA**

2. Revisão da literatura

De acordo com Felbeck¹⁴, 1971, quando um sólido, por exemplo um metal, é selecionado para uma aplicação estrutural, o interesse principal é que o produto fabricado a partir desse metal seja capaz de suportar as solicitações durante o uso. Embora essas solicitações possam ser na forma de compressão, tração, torção, flexão, pressão externa e interna, ou uma combinação qualquer destas, o ensaio de tração, normalmente, fornece uma boa medida da capacidade relativa dos metais para resistir estaticamente às tensões aplicadas em temperaturas moderadas. Dessa forma, o ensaio de tração para um metal é particularmente útil para se prever o comportamento do mesmo.

Fopiano & Hickey Jr.¹⁵, em 1973, investigaram a resposta de três ligas comerciais de titânio (Ti-6Al-4V, Ti-6Al-6V-2Sn e Ti-8Al-1Mo-1V) a tratamentos térmicos. Os espécimes de forma cúbica com ½ polegada de lado, foram tratados em forno por 1 hora à temperatura que variou de 700 a 1090°C, seguido por imersão em água salgada. Posteriormente foram envelhecidos em sal ou no forno à temperatura de 370 a 540°C, seguido por imersão em água salgada. Foram realizadas observações em microscopia eletrônica de varredura e técnica

de difração de raios-x e medidas de dureza. Diante dos resultados obtidos, os autores puderam concluir que: (1) as respostas ao tratamento térmico das três ligas foram similares; (2) os valores de dureza das ligas estiveram em função do equilíbrio da quantidade de fases α e β na temperatura de tratamento, da composição destas fases e da decomposição da martensita durante o resfriamento; (3) a dureza máxima ocorreu em todas as ligas como resultado do envelhecimento das espécimes tratadas na região $\alpha + \beta$ dada a transformação martensítica de β durante o resfriamento; (4) as mudanças observadas na dureza que ocorreram como resultado do envelhecimento dependeu do equilíbrio do conteúdo da liga presente nas fases na temperatura de tratamento, primariamente alumínio na fase α e vanádio na fase β .

Lasalmonie & Loubradou²⁴, em 1979, estudaram a decomposição da fase β da liga Ti-6Al-4V, submetida a tratamento de envelhecimento endurecedor à temperatura de têmpera de 360 °C. Barras da liga Ti-6Al-4V foram tratadas termicamente por 3 horas a 910 °C com resfriamento em óleo, sendo posteriormente recozidas por 4 horas a temperaturas entre 680°C e 850°C sob vácuo de 10^{-5} Torr e resfriadas em água. Para a têmpera a 360°C, as amostras foram colocadas em tubos de sílica, selados e imersos em água salgada. Os resultados sugeriram que, desde que a quantidade de V seja maior que 10% (a quantidade de Al seja menor que 5%), a fase β pode ser resfriada à temperatura ambiente sem sofrer qualquer transformação. As observações em microscopia revelaram a decomposição de $\beta \rightarrow \beta + ? + \alpha \rightarrow \beta + \alpha$ durante a temperatura de 360 °C. O tratamento de têmpera a 360°C não teve efeito na resistência à tração da

liga resfriada a partir de 700°C, enquanto para todas as outras ligas (750°C, 800°C e 850°C) a resistência à tração aumentou e alcançou um valor comum de 910 MPa. A velocidade de endurecimento foi especialmente alta na liga resfriada de 800 °C, que após a têmpera a 360°C por 10 min o valor da resistência à tração aumentou de 720 MPa para 890 MPa. O envelhecimento endurecedor a 360°C pode ser muito alto na liga Ti-6Al-4V, visto que quando resfriada de 800°C, o aumento na resistência à tração é de 30%. O mais notável efeito da têmpera foi a decomposição de β e α' (a primária ou martensita). Para checar a influência da têmpera nas propriedades mecânicas de cada fase, ligas de fase simples, α e β , foram preparadas, e submetidas a várias temperaturas (700 , 750, 800 e 850°C). A têmpera de 360°C não teve nenhum efeito na dureza das ligas α . A precipitação de β e α' foi observada nas ligas β . Pelos resultados ficou claro que o envelhecimento endurecedor a 360 °C de ligas Ti-6Al-4V, com estrutura α - β , é consequência da precipitação de β e α' dentro dos grãos β .

Segundo Souza⁴⁰, 1982, a propriedade mecânica denominada dureza é largamente utilizada na especificação de materiais, nos estudos e pesquisas mecânicas e metalúrgicas e na comparação de diversos materiais. Dentre os ensaios de dureza por penetração (Brinell, Rockwell, Vickers, Knoop e Meyer) a Vickers, cujo penetrador é uma pirâmide de base quadrada, com ângulo de 136° entre as faces opostas, é muito utilizada por apresentar inúmeras vantagens em relação às outras: 1) escala contínua; 2) impressões extremamente pequenas que não inutilizam a peça; 3) grande precisão de medida; 4) deformação nula do penetrador; 5) existência de apenas uma escala de dureza; 6) aplicação

para toda a gama de durezas encontradas nos diversos materiais; 7) aplicação em qualquer espessura de material, podendo, portanto, medir também durezas superficiais. O ensaio é, porém, mais demorado e exige uma preparação cuidadosa do material a ser ensaiado para tornar nítida a impressão.

Luchsinger et al.²⁶, em 1985, propuseram investigar os efeitos de vários metais formadores de liga de titânio e o Ti c.p., sobre fusibilidade, resistência mecânica e resistência à corrosão. Utilizaram três técnicas de fusão e fundição: (A) fusão por indução sob proteção de fluxo de argônio e máquina com centrífuga, (B) fusão por feixe de elétron e fundição por gravidade, e (C) arco de fusão e fundição por combinação de injeção/vácuo. Inicialmente foi usado revestimento aglutinado por fosfato, sendo posteriormente substituído por revestimento à base de magnésio e zircônia. A liga de baixa fusão Ti-13Cu-4,5Ni (1350°C) apresentou boa fusibilidade no revestimento aglutinado por fosfato quando fundida pelo método A e a resistência à corrosão não foi muito menor que aquela do Ti c.p., mas suficiente ductilidade não foi obtida. O método B foi útil na preparação de barras livres de contaminação. Ti-5Al (alfa estabilizada) teve a mais alta fusibilidade dentre as ligas, mas levemente mais baixa que do Ti c.p. Liga beta eutética (Ti-20Cr ou Ti-7Cu) mostrou o mais alto limite de escoamento, mas fusibilidade muito inferior ao Ti c.p. Quando usando o método C, foi encontrado que uma liga beta estabilizada (Ti-30V) teve o mais alto limite de escoamento e a mais alta resistência à tração que o Ti c.p., alongamento muito alto (21%), dureza aceitável (250 VHN) e uma excelente resistência à corrosão, mas com fusibilidade inferior à do Ti c.p.

De acordo com Taira et al.⁴⁶, 1985, o sucesso da técnica de fundição para ligas dentárias à base de Ti permitiu a determinação das corretas dureza e microestrutura das ligas fundidas a alta temperatura (Ti c.p., Ti-6Al-4V e Ti-15V) e ligas fundidas a baixa temperatura de fusão (Ti-30Pd, Ti-20Cu). O uso de fundição com arco argônio/vácuo, sistema Castmatic, minimizou a contaminação com nitrogênio e oxigênio. Os efeitos do resfriamento foram restritos a 0,2 mm a 0,3 mm da superfície do espécime durante o resfriamento ao ar. A dureza interna variou de 376 KHN (\cong 340 VHN) para Ti-15V, 360 KHN (\cong 325 VHN) para Ti-6Al-4V, 327 KHN (\cong 295 VHN) para Ti-30Pd, 266 KHN (240 VHN) para Ti-20Cu e 191 KHN (\cong 170 VHN) para Ti c.p. O resfriamento em água aumentou a dureza com valores de KHN que excedeu a 400 (\cong 360 VHN), estendendo a 1 mm para o interior da fundição. O exame do centro da liga fundida, resfriada ao ar, não revelou nenhuma evidência de porosidade ou contaminação interna. Admitiram que os resultados de microestrutura e difração de raios-x foram consistentes com a distribuição de fases de baixa temperatura de fusão.

Greener et al.¹⁶, em 1986, compararam o titânio comercialmente puro (Ti c.p.) e uma liga comercial de titânio (Ti-6Al-4V) quanto às propriedades especificadas pela ADA. Padrões de cera para tração em forma de halteres foram incluídos e fundidos em Ti c.p. e Ti-6Al-4V, de acordo com orientações do fabricante, no sistema Ohara de fundição por centrífuga com argônio/arco elétrico. O processo envolveu o uso de material de revestimento de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ e 2 estágios de queima a 1200°C. O ensaio de tração foi realizado na

máquina de testes Instron, à velocidade de 0,1 mm/min. Os valores de resistência máxima à tração e alongamento foram: Ti c.p.: 540,2 MPa e 7,9%, respectivamente; Ti-6Al-4V: 1103,4 MPa e 3,7%. Os espécimes fraturados foram seccionados transversalmente em seu maior diâmetro e preparados para medida da microdureza Knoop, utilizando uma carga de 200 gf e 50 gf dentro de 25-50 μm da superfície e no centro da massa. A dureza foi também medida nos lingotes de metal sem fundição. Os valores obtidos foram: Ti c.p. (superfície) – 350 KHN (\cong 315 VHN), Ti c.p. (centro da massa) – 236 KHN (\cong 210 VHN); Ti-6Al-4V (superfície) – 500 KHN (\cong 450 VHN), Ti-6Al-4V (centro da massa) – 426 KHN (\cong 380 VHN); Ti c.p. (lingote) – 182 KHN (\cong 165 VHN) e Ti-6Al-4V – 419 KHN (\cong 375 VHN). Os autores consideraram que com relação à resistência à tração e alongamento, tanto o Ti c.p. como a Ti-6Al-4V, excederam ao mínimo especificado pela ADA para Prótese Parcial Removível. As propriedades do Ti c.p. fundido por centrífuga foram intermediárias entre a liga de ouro tipo IV temperada e endurecida. A comparação dos valores de dureza entre os lingotes e as ligas fundidas indicou leve absorção de oxigênio durante a fundição e formação de uma pequena a-case ($<50 \mu\text{m}$).

Rupp et al.³⁶, em 1987, realizaram um estudo em que coroas fundidas em titânio foram observadas clinicamente por um período de 18 meses. Ressaltaram que, atualmente, o material de revestimento à base de zircônia está sendo usado como um material adicional, que gera uma expansão permanente do molde durante a eliminação de cera e aquecimento, produzindo uma compensação dimensional para a contração de fundição do metal. Sem fornecerem detalhes dos

procedimentos de fundição e método de avaliação clínica das coroas, os autores consideraram que o titânio reuniu os critérios necessários na maioria das observações, sendo necessários estudos adicionais. Relataram, ainda, que estão expandindo os estudos para introduzir o uso do titânio em estruturas de próteses parciais removíveis e palato metálico para próteses totais.

Sridhar et al.⁴¹, em 1987, avaliaram a influência de resfriamentos contínuos a várias velocidades após tratamento térmico da liga de titânio IMI-829 – 6,1 Al; 3,2 Zr; 3,3 Sn; 1 Nb; 0,5 Mo; 0,32 Si; 0,02 Fe; 0,0013S; 0,0250C e 1273 ppm O e 29 ppm H, balanceado com titânio. Foram utilizadas duas temperaturas diferentes (uma abaixo e outra acima da temperatura β transus), cujos efeitos foram avaliados na microestrutura, resistência à tração e modo de fratura. Os espécimes usados no ensaio de tração apresentando 5 mm de diâmetro e 25 mm de extensão, foram selados em tubo de sílica com vácuo, sendo submetidos a duas temperaturas separadamente, uma na faixa de fase beta (1050°C) e outra na faixa de fase alfa-beta (975°C) por 1 hora. Em seguida ao tratamento, os espécimes foram resfriados ao ar, no forno ou por imersão em óleo ou água. Após o teste de tração, a superfície fraturada de uma das metades do espécime foi examinada em microscópio eletrônico de varredura. Foram realizadas também microscopia óptica e microscopia eletrônica de dispersão de raios-x. De acordo com os resultados obtidos, os autores puderam concluir que: (1) a ductilidade e a resistência à tração, à temperatura ambiente, foram superiores para qualquer velocidade de resfriamento após solução de tratamento em $\alpha - \beta$ a 975°C comparadas com solução de tratamento em β a 1050°C; (2) a fratura em

ambas espécimes tratadas, $\alpha - \beta$ e β , ocorreu pela junção de micro-lacunas; (3) substancial quantidade de fase cúbica de corpo centrado esteve presente em todas as interfaces $\alpha - \beta$ no caso de 1050°C FC e 975°C FC. Nos casos dos espécimes de 1050°C AC e 975°C AC algumas interfaces $\alpha - \beta$ contiveram fase cúbica de corpo centrado, enquanto outras não, sendo praticamente ausente em todas as interfaces $\alpha - \beta$ nos casos de 1050°C OQ e 975°C OQ; (4) pequenas partículas elipsoidais, indexadas como “silicidas” hexagonais, foram encontradas nas amostras resfriadas no forno, ao ar e por imersão em óleo após tratamento a 975°C; (5) a microestrutura resultante da solução de tratamento em β seguida por imersão em óleo consistiu de fina fase α acicular coexistindo com telas martensíticas e fase beta junto a grãos limites de fase beta retida.

Segundo Donachie Jr.¹³, 1988, o titânio comercialmente puro e suas ligas são tratados termicamente com o propósito de: reduzir o estresse residual desenvolvido durante a fabricação ou fundição - alívio de tensão; produzir uma combinação favorável de ductilidade, usinagem e estabilidade dimensional e estrutural, especialmente na ligas alfa-beta - recozimento ou amaciamento; e otimizar propriedades especiais como resistências à fratura, à fadiga e à deformação plástica a elevadas temperaturas. Destacou que as propriedades mecânicas das ligas de titânio dependem de alguns fatores principais como composição química da liga, microestrutura e textura metalográfica. No Ti c.p. a influência mais significativa no comportamento mecânico é representada pelo hidrogênio, nitrogênio, carbono e oxigênio que se dissolvem intersticialmente no interior do titânio e podem, dependendo da proporção de cada

um, provocar mudanças substanciais na microestrutura, alterando algumas propriedades como resistência à fadiga. Com relação ao Ti puro e às ligas de titânio fundidos, o autor ressalta que o problema mais significativo é alcançar níveis suficientes de superaquecimento no metal fundido para maximizar a fluidez e obter adequado preenchimento do molde.

Taira et al.⁴⁷, em 1989, investigaram a estrutura metalúrgica, propriedades mecânicas e resistência à corrosão do titânio fundido e de ligas selecionadas. Foram produzidos discos com 8 mm de diâmetro e 2,7 mm de espessura e lâminas com 2,5 mm de extensão, 1,2 mm de espessura e 15 mm de secção transversal, de titânio puro e das ligas Ti-6Al-4V, Ti-15V, Ti-20Cu e Ti-30Pd, sendo a fundição realizada na máquina Castimatic (Iwatani Co. Ltda, Osaka, Japan), que envolve duas câmaras. As fundições foram avaliadas metalograficamente quanto à integridade interna e presença de zona de reação do molde. O teste de tração, dos espécimes em forma de lâmina, foi realizado numa máquina de ensaios universal (Instron) a uma velocidade de 0,635 mm/min, sendo determinados o módulo de elasticidade, o limite de escoamento, a resistência máxima à tração e o alongamento. Na análise de difração de raios-x o titânio puro mostrou superfície totalmente fase-alfa, com abundantes grãos dendríticos que excediam 300 μm no longo eixo. A liga Ti-6Al-4V apresentou abundantes grãos contendo uma estrutura de fase dupla, consistindo primariamente de alfa com alguma fase beta acicular. A liga Ti-15V também apresentou grãos largos compostos totalmente por fase beta. Para Ti-20Cu e Ti-30Pd foi encontrada formação de compostos intermetálicos. A liga Ti-20Cu mostrou abundantes grãos

eutéticos que consistiam de fase alfa, Ti_2Pd e $TiPd_2$. O módulo de elasticidade das ligas de titânio não apresentou diferença muito significativa entre si e variou de 0,96 a $1,37 \times 10^5$ MPa. Para o alongamento o titânio puro mostrou a maior média, 7,9%, seguido pelo Ti-20Cu (2,1%), Ti-6Al-4V (2,1%) e Ti-15V (1,5%). A liga Ti-30Pd não exibiu alongamento. Os valores de limite de escoamento (0,1%) e resistência máxima à tração de Ti-6Al-4V (830 e 877 MPa, respectivamente) e Ti-15V (933 e 1013 MPa) foram duas vezes maiores que os do Ti puro (336 e 415 MPa). A Ti-20Cu teve níveis intermediários entre titânio puro e Ti-6Al-4V. A liga Ti-30Pd não apresentou escoamento e falhou a uma resistência máxima (436 MPa) equivalente ao Ti puro. Quanto à distribuição de microdureza do titânio e suas ligas, a superfície externa foi muito dura, diminuindo rapidamente em direção ao interior, onde atingiram valores constantes. Os discos colocados por 30 minutos em solução salina isotônica tamponada com pH de 3 e 7, mostraram uma forte tendência passivadora em ambas soluções.

Baez et al.⁵, em 1989, avaliaram o ajuste e a reprodução geométrica de um desenho usado para estruturas de coroas metalocerâmicas. Foram fabricados troquéis de metal posterior (P) e anterior (A), simulando pré-molar e incisivo central superiores. Dez moldagens de polivinilsiloxano foram realizadas de cada troquel e obtidos modelos de gesso, sendo sobre eles enceradas estruturas com superfície externa formando 90° na lingual (L) e 45° na vestibular (B). As fundições foram obtidas em titânio e cimentadas com cimento de fosfato de zinco sob carga estática de 15 kgf. As amostras foram, então, seccionadas vestibulo-lingualmente e ambas metades medidas na margem sob aumento de

30X. Dentro das limitações do estudo, os autores observaram que as estruturas com margem geométrica de 45° produziu margens mais satisfatórias que aquelas com 90°.

Sunnerkrantz et al.⁴³, em 1990, estudaram o efeito do nível de vácuo na dureza de coroas de titânio fundidas, utilizando máquina para fundição composta de duas câmaras, superior para fusão (CF) e inferior para molde (CM). Cinco diferentes combinações de níveis de pressão (Torr) nas duas câmaras foram usadas (CF/CM: A - $2,5 \cdot 10^{-2}/2,5 \cdot 10^{-2}$; B - $2,5 \cdot 10^{-2}/1$; C - $2,5 \cdot 10^{-2}/10$; D - $1/2,5 \cdot 10^{-2}$ e E - $10/2,5 \cdot 10^{-2}$). Padrões de cera em forma de coroas cilíndricas foram padronizados com margem de 30°. As inclusões foram realizadas em revestimento aglutinado por fosfato (Wiruplus, BEGO), sendo aquecidas, primeiro a 250°C por 1h e em seguida a 700°C por 1h, e resfriadas à temperatura ambiente. As fundições foram seccionadas longitudinalmente e preparadas para análise metalográfica. A dureza Knoop das fundições e do titânio de origem foi determinada usando uma carga de 4,9 N (500 gf), realizando 15 impressões no interior de cada fundição. Os resultados mostraram que apenas a fundição A ($2,5 \cdot 10^{-2}/2,5 \cdot 10^{-2}$), apresentou maior dureza que o material de origem. Inadequado preenchimento do molde, bem como porosidade, foram observados apenas na pressão de ar de 10 Torr na câmara de fusão. Todas as pressões aplicadas na câmara do molde resultaram em fundições adequadas. Segundo os autores, a razão para os efeitos adversos do aumento da pressão na câmara de fusão maior que na câmara do molde, foi provavelmente a diferença no tempo em que o metal fundido fica em contato com o oxigênio e o nitrogênio nas duas câmaras (superior, em

torno de 10-15 s e inferior, menos de 1s). E a provável razão para porosidade e pobre preenchimento do molde, à pressão de 10 Torr na câmara de fusão, seja a combinação de gases absorvidos e partículas de óxido que podem bloquear a passagem do metal fundido. Neste experimento foi utilizada uma pressão de argônio 50 Torr, que mostrou ser suficiente para o preenchimento de uma coroa. Os autores finalizaram, afirmando que uma pressão de ar inferior a 1 Torr na câmara de fusão e inferior a 10 Torr na câmara do molde é suficiente para obter fundições hígidas.

Mueller et al.³⁰, em 1990, compararam as propriedades e microestrutura do titânio puro, fundido em atmosfera com alta pureza de argônio, utilizando-se dois materiais de revestimento aglutinados por fosfato, Rema Exact (Dentaurum) e Biovest (Dentispily). As fundições realizadas com Rema Exact, em forma de malha (1000 μm), foram dúcteis e sem poros com um índice de fusibilidade de 85% e o desajuste da fundição, usando um cone de fundição com extremidade abrupta de 0,3 mm, foi de 0,4%. As fundições realizadas com Biovest foram porosas e frágeis, e áreas escurecidas apareceram no revestimento a uma profundidade de 5 mm. Microscopia eletrônica espectrométrica e espectrometria de energia dispersiva da zona de reação escurecida revelou região dispersa de 200 a 400 μm de lado que foram ricas em Mg e P e livres de Si. Titânio não foi detectado na zona escurecida mesmo naquelas imediatamente adjacentes à fundição. Os dados de expansão térmica indicaram que o revestimento Rema Exact obtém sua expansão primariamente do quartzo enquanto o revestimento Biovest a obtém da cristobalita. Dos resultados, foi concluído que a

incompatibilidade Ti-Biovest pode ser devida à eliminação da sílica (cristobalita), enquanto a presença de quartzo inibiu sua reação em Rema Exact.

Tamaki et al.⁵¹, em 1991, investigaram as alterações dimensionais e a aparência das fundições produzidas por dois novos revestimentos aglutinados por fosfato, um à base de alumina (Titan Mold, Iwatani) e outro à base de sílica (Rema E, Dentaurum), e dois desenhos de cadinho. Coroas MOD preparadas num troquel de aço foram fundidas em titânio puro numa máquina de fundição com pressão de argônio (Castmatic, Iwatani), usando ou uma abertura ou um molde com fenda retida. Devido às propriedades térmicas características, o revestimento Titan foi aquecido a 1200°C por uma hora, resfriado a 800°C e fundido. No revestimento Rema E foram usadas as temperaturas de 900°C e na seqüência 350°C. As fendas foram mensuradas para estimar a qualidade do ajuste. Nenhum dos revestimentos foi capaz de compensar completamente a contração do titânio da temperatura de *liquidus* (1700°C) até a temperatura do molde. As fendas de Rema E ($0,5\pm 0,2$ mm) foram menores que as de Titan ($1,1\pm 0,4$ mm). Os resultados não foram alterados pela mudança do tipo de cadinho, enquanto o tipo de revestimento causou diferença significativa ($p<0,05$). Todas as fundições tiveram detalhes vivos, entretanto as realizadas com o revestimento Titan Mold foram mais limpas, com aparência menos oxidada.

Arango et al.⁴, em 1991, ressaltaram que embora o titânio tenha sido usado para fundição de estruturas de PPR, seu uso para coroas é relativamente recente. Os autores propuseram determinar se o titânio poderia ser

usado para fundir coroas com ajuste marginal preciso. Sessenta padrões de cera de coroas foram confeccionados em troquel metálico para enceramento da ADA e divididos em 4 grupos de acordo com: (I) relação pó/líquido do revestimento (L/P); II: temperatura da eliminação de cera (BOT); III: tempo de eliminação de cera (HST) e IV: temperatura de fundição (CT). Cada grupo foi então subdividido em 3 subgrupos de 5 padrões cada. [GrI-A: 15, B: 13,5 e C: 13 ml/100g de revestimento de Al-Mg sem sílica (Titavest CB, J. Morita Co., Japan), sendo os outros grupos incluídos com 14 ml/100 g]. [GrII-A: 850, B: 875 e C: 950°C de BOT, e os demais grupos aquecidos a 900°C]. [GrIII-A: 60, B: 65 e C: 70 minutos de HST, e nos outros grupos o tempo de eliminação de cera foi de 50 minutos]. As fundições foram realizadas em Ti c.p. grau I (99,66% - ASTM) usando uma máquina de fundição automática tipo arco-voltáico (Cyclarc, J. Morita Co., Japan). A medida do ajuste foi realizada em quatro posições marginais da fundição, igualmente espaçadas, com um estéreo-microscópio de 100X. Evidenciou-se um ótimo ajuste marginal para os subgrupos IB e C, IIA, IVA e B. Quando aumentou o tempo de eliminação de cera, foi notada uma diminuição do ajuste marginal no grupo III. Os autores afirmaram que coroas de Ti c.p. com ajuste consistentemente preciso podem ser confeccionadas, sob condições controladas, usando o sistema de fundição de titânio disponível no comércio.

Blackman et al.⁷, em 1991, compararam os resultados de testes de tração de Ti c.p. (99,5%) fundido em barras, utilizando três diferentes tipos de revestimento fosfatado: Ohara/Coroas e Próteses (OH); Dicor (D) e Rema Exact (R). Melhora na lisura de fundição foi notada com os dois últimos. Para a fundição

foi usada a máquina Titaniumer Machine, sendo obtidas sessenta barras (15 mm X 3 mm de diâmetro), vinte para cada revestimento, que quando testadas na máquina de ensaios Instron, forneceram valores de resistência à tração (T) e porcentagem de alongamento (E). Os resultados foram: T:R=635,5 (51,47); OH=663,04 (25,24); D=11,44 (144,87); E:R=12,012 (4,8); OH=9,133 (5,1). Análise de variância não indicou diferença significativa nos testes em T ($p>0,277$) e E ($p>0,10$) para R e OH. Entretanto, D fraturou antes que qualquer alongamento pudesse ser detectado. Os autores puderam concluir que: 1) os revestimentos de fosfato (Rema Exact e Ohara) podem ser usados para fundição de titânio puro sem alterações de resistência e alongamento, enquanto o revestimento Dicor deve ser evitado, por afetar adversamente o alongamento; 2) porosidade interna ocorreu com alto desvio padrão no grupo do revestimento Dicor.

De acordo com Kerlins & Phillips²², 1992, dependendo do material, a temperatura pode ter um significativo efeito na aparência de fratura e em muitos casos pode resultar em mudanças no modo de fratura. Normalmente, escorregamento e, portanto, deformação plástica, é mais difícil a baixas temperaturas, em que os materiais mostram reduzida ductilidade e uma aumentada tendência a comportamento frágil, que a altas temperaturas. Destacaram que outros fatores como velocidade de aplicação de carga devem ser considerados quando da avaliação do efeito da temperatura no processo de fratura.

Chung & Mori¹¹, em 1993, realizaram um estudo em que foi investigada a quantidade de expansão térmica (TE) disponível do revestimento

(Titavest CB, J. Morita, Japan) à temperatura de fundição recomendada de 900°C, e a exatidão de coroas totais fundidas. A medida da TE foi conduzida nos espécimes, 20 mm de altura X 5 mm de diâmetro, a 10°C/min usando um analisador termomecânico. O anel de fundição foi revestido com duas camadas de agente cerâmico e os moldes aquecidos a 900°C, variando o tempo de saturação nesta temperatura (0, 30 e 60 min). Após estes períodos, os moldes foram resfriados a 620°C e a fundição realizada dentro de 3 min., na máquina de fundição de titânio Cyclarc (J. Morita, Japan). A exatidão da fundição foi obtida pelo cálculo da discrepância para cada posição do padrão de cera e fundição (como fundida), utilizando-se de microscopia. A mais alta expansão obtida foi $1,74 \pm 0,10\%$ (900°C) e $1,34 \pm 0,11\%$ (600°C em resfriamento), quando aquecido a 900°C por 1 hora. Os resultados de exatidão das coroas mostraram que o tempo de estufagem do revestimento a 900°C atuou reduzindo a discrepância, que foi significativamente menor com 60 min. de estufagem. Duas fundições do molde mantido por 60 min. falharam devido a fendas desenvolvidas durante o aquecimento. A formação destas fendas, segundo os autores, sugere que o acolchoamento (revestimento do anel) adicional seja requerido para acomodar a alta TE disponível.

Takahashi et al.⁴⁹, em 1993, examinaram a relação entre fusibilidade e composição dos revestimentos de SiO₂ aglutinados por fosfato. Doze grupos de pós de revestimento aglutinado por fosfato foram obtidos pela mistura de pó de quartzo LQ (SiO₂: diâmetro médio de 170 µm), pó de quartzo SQ (SiO₂: diâmetro médio de 9 µm), pó de cristobalita CR (SiO₂: diâmetro médio

de 11 μ m), fosfato de amônia monobásica AP ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) e magnésio MC (MgO) com gral e pistilo. Os pós foram divididos nos grupos *a*, *b* e *c*. O pó *a* foi subdividido em *a*₁ e *a*₂, para examinar o efeito do pó de SiO₂, e os pós dos grupos *b* e *c* foram utilizados para testar o efeito de diferentes taxas de AP e MC, em 10% e 20% da massa total do aglutinante. Estes pós de revestimento foram misturados com 20% de solução de sílica coloidal na proporção líquido/pó de 0,18 por 30 seg., num espatulador a vácuo. As fundições foram realizada em Ti c.p., utilizando máquina com arco de argônio e pressão de gás de 0,25 MPa, estando o molde de revestimento à temperatura de 600°C. Para a medida da microdureza Knoop foi utilizada carga de 200 gf, sendo realizadas seis medidas para cada placa. A análise de variância mostrou significativa diferença na fusibilidade entre ambos os moldes de revestimento, cristobalita e quartzo, com melhor desempenho para o quartzo. Com relação à diferença na proporção de fosfato de amônia/magnésio em 10% e 20% da massa total do aglutinante, não houve diferença significativa na fusibilidade entre os cinco diferentes moldes de ambos casos. Entretanto, a diferença foi significativa na fusibilidade entre todos 10% e todos 20%, independente do molde utilizado. Com relação ao teste de dureza, a superfície das placas fundidas em molde de quartzo foi significativamente mais mole que das placas fundidas em cristobalita. A dureza das placas fundidas com 10% de AP/MC apontou os moldes de 7/3 significativamente mais duros que os moldes 3/7. Placas fundidas com 20% de aglutinante apresentaram menor dureza e menos porosidades que os moldes com 10% de aglutinante, provavelmente devido à grande quantidade de produtos

derivados da reação de presa que retêm as partículas de sílica da superfície do molde e inibe a reação do titânio fundido com a sílica.

Hero et al.¹⁸, em 1993, determinaram a extensão em que fatores como pressão de argônio, permeabilidade do material de revestimento e presença de escape de gás nos moldes, afetam o preenchimento do molde e a porosidade nas fundições de titânio. A fundição foi realizada numa máquina composta de duas câmaras. O molde padrão consistiu de três pânticos pré-fabricados suspensos mesial e distalmente por uma estrutura cilíndrica, com bordas em lâmina (ângulo = 30°) e diâmetro interno de 6 mm. Os revestimentos utilizados foram o Bellavest T (Bego, Bremer, Germany) e o Titavest CB (Morita, Osaka, Japan), misturados e aquecidos de acordo com recomendações do fabricante. O experimento envolveu cinco grupos com três espécimes cada um: (A) abertura vertical para escape de gases em cada um dos cinco componentes do padrão da prótese e pressão de fundição de 50 Torr; (B) grupo A com pressão de argônio de 400 Torr; (C) sem abertura vertical no molde e pressão de 50 Torr. Todos os padrões acima foram cobertos com óxido de zircônio-acetato de zircônio e incluídos no Bellavest T. (D) abertura vertical em todos os componentes e (E) sem abertura vertical. Estes dois últimos grupos também foram cobertos com óxido de zircônio-acetato de zircônio e incluídos no revestimento Titavest CB. A pressão de argônio destes grupos foi de 50 Torr. A análise em microscopia eletrônica revelou que as partículas de Titavest CB pareceram ser mais porosas que as do Bellavest T aglutinado por fosfato. Estas partículas consistiam predominantemente de Al_2O_3 e MgO (Titavest CB) e SiO_2 (Bellavest T). Os

autores sugeriram que para minimizar ou evitar os efeitos indesejáveis da pressão contrária do molde, devem ser providenciados meios adequados para escape de argônio, ou por suficiente abertura do molde (grupos A e B) ou pelo uso de revestimento altamente permeável (grupo E). Destacaram, ainda, que a maior pressão de argônio na câmara de fusão pode ser usada para compensar os efeitos da pressão contrária do molde, mas esta prática aumenta o risco do argônio penetrar na cavidade do molde e resultar num aumento da porosidade interna. E a mais provável razão para os efeitos adversos da abertura de escape e da maior pressão de argônio na densidade é a aumentada retenção de argônio no fluxo do metal fundido.

Miyakawa et al.²⁹, em 1993, realizaram análise radiográfica de espécimes fundidos de titânio para teste de tração, com o auxílio de uma unidade de radiografia odontológica no intuito de detectar possíveis defeitos presentes nas fundições. Inicialmente, foi investigado o espécime comumente utilizado nos teste de fundições de Co-Cr. Para tanto, foram utilizados três revestimentos convencionais à base de sílica (dois aglutinados por fosfato e um por etilsilicato) e um revestimento à base de MgO, aquecidos a 900 ou 1000°C e resfriados no forno a 800°C ou à temperatura ambiente. Variou-se também o tipo de máquina para a fundição do titânio puro (grau II JIS), máquina tipo-pressão (Castmatic-SS, Iwatani, 1kg/cm²) ou tipo-centrífuga (Ticast Super R, Kobelco, 3000 rpm). Os autores puderam chegar aos seguintes resultados: (1) o tipo de revestimento influenciou na formação de porosidade; (2) fundições da máquina tipo-pressão tenderam a ter porosidades esféricas dispersas na extremidade oposta ao sprue.

Uma fundição igual a canudo foi também obtida provavelmente causada pela falta de pressão de fundição devido ao incompleto selamento da junta de vedação entre as câmaras da máquina. (3) Quase todos os espécimes apresentaram defeitos iniciados na metade-paralela e em direção à extremidade oposta do sprue. Os defeitos exibiram várias formas: esfera simples, pequena esfera dispersa e um longo traço estreito. Diante destes resultados, puderam concluir que fundições livres de defeitos foram difíceis de serem obtidas.

Takahashi et al.⁵⁰, em 1993, propuseram avaliar quantitativamente a relação entre métodos de fundição e fusibilidade. Dois tipos de padrões foram preparados para testar a fusibilidade: 1) padrão em rede de poliéster (20 mm X 22 mm com 100 quadrados abertos) de 0,4 mm de diâmetro; e 2) placas de cera (20 mm X 20 mm) e 1,5 mm de espessura. Foi utilizado revestimento aglutinado por fosfato com SiO_2 e ZrSiO_4 como material refratário, misturado com solução coloidal de sílica na proporção L/P de 0,13. Os moldes de revestimento foram aquecidos a 900°C por 1 h e resfriados lentamente a 100°C. As fundições foram realizadas em Ti c.p., utilizando três métodos de fundição: 1) máquina de fundição com duas câmaras, de fusão e do molde; 2) máquina de fundição com uma câmara e 3) máquina de fundição tipo centrífuga a 3000 rpm. Ambas com equipamento de fusão de arco-argônio. A pressão no molde antes da fundição foi estimado por ser de 0,2 MPa de gás argônio (entretanto a pressão do lado de fora do anel de fundição foi de 0,00 MPa - em vácuo) na máquina de duas câmaras, e de 0,03 MPa na máquina de apenas uma câmara. A pressão de fundição (excluindo a gravidade do metal fundido) foi de 0,2 MPa na máquina de

duas câmaras e de 0,8 MPa na máquina de uma câmara. As placas fundidas foram examinadas por aparelho de raios-X, sendo a fusibilidade determinada pela técnica de imagem digital. O padrão em tela, fundido pela centrífuga, mostrou o melhor aspecto entre os três métodos de fundição. As placas fundidas pelo método de centrífuga apresentaram as menores porosidades (diâmetro de 150 μm), comparadas com as placas fundidas pelos dois métodos por pressão, porém não houve diferença significativa entre os métodos de fundição pela centrífuga e pressão com uma câmara. Segundo os autores, além do método de fundição, a fusibilidade é influenciada por muitos outros fatores, como temperatura de fundição, temperatura do molde, permeabilidade do molde e condutibilidade térmica do molde.

Hero et al.¹⁷, em 1993, estudaram os fatores que afetam o preenchimento do molde e a porosidade do titânio fundido numa máquina de fundição composta de duas câmaras, uma superior para fusão do metal e uma inferior para o molde de revestimento. O padrão de cera consistiu de uma prótese de cinco elementos com uma coroa cilíndrica (6 mm de diâmetro) de cada lado e três pânticos pré-fabricados no centro. Foram realizadas duas séries de experimento: (1) com uma fina folha de titânio, 35 μm , separando as duas câmaras e (2) sem folha de separação, que previne a corrente de gás argônio no interior do molde evacuado até que a folha seja rompida pelo titânio fundido vertido através do orifício central do cadinho de cobre. Nas duas séries de experimento, variou-se a presença ou ausência de aberturas para escape de argônio, a pressão de argônio na câmara de fusão e o tipo de revestimento,

Bellavest T (Bego, Bremer, Germany) à base de quartzo e Titavest CB (Morita, Osaka, Japan) à base de Al_2O_3 , de alta permeabilidade. Ambos revestimentos foram aquecidos de acordo com recomendações do fabricante e resfriados à temperatura ambiente antes da fundição. Segundo os autores, um inadequado preenchimento do molde ocorreu em dois casos: (1) uso de folha separadora de titânio em combinação com ausência de escape de gás, bem como baixa permeabilidade e revestimento à base de quartzo. Entretanto, com o uso de escape de argônio ou um revestimento com maior permeabilidade o problema de preenchimento do molde foi resolvido; e (2) removendo a folha separadora de titânio e uso de um revestimento com baixa permeabilidade. Acrescentaram, ainda, que as margens foram preenchidas completamente e com o mesmo nível encontrado para ligas de ouro usando fundição em centrífuga com proteção de gás argônio. Finalizam afirmando que desde que a seleção do procedimento de fundição seja adequada, próteses como estas de cinco elementos podem ser confeccionadas com bom ajuste dimensional e superfície das fundições com qualidade satisfatória.

Segundo Lautenschlager & Monaghan²⁵, em 1993, no início dos anos 50 o titânio foi referido pelos trabalhadores da indústria aeroespacial, como “o metal milagroso”. Apresenta uma densidade de $4,5 \text{ g/cm}^3$, sendo bem inferior ao ouro ($19,3 \text{ g/cm}^3$), à liga de Co-Cr ($8,5 \text{ g/cm}^3$) e ao aço inoxidável ($7,9 \text{ g/cm}^3$). O módulo de elasticidade do titânio e uma de suas ligas, Ti-6Al-4V, pode ser comparado ao do ouro, mas é a metade do Co-Cr e aço inoxidável. Como materiais restauradores o titânio e suas ligas de Ti-6Al-4V, parecem ter adequadas

propriedades de resistência. Apresentam elevada proporção resistência/massa, sendo inferior apenas à fibra de vidro e outros polímeros altamente reforçados. A fundição do titânio realizada tanto nas máquinas tipo centrífuga, como nas máquinas com duas câmaras e pressão de argônio, é susceptível à contaminação da superfície com oxigênio e possível interação com o revestimento, causando uma triplicação da dureza superficial (600 KNH - \cong 540 VHN). A densidade extremamente baixa do titânio pode dificultar a fundição devido à sua menor fusibilidade. Uma outra grande dificuldade na fundição tem sido encontrar um material de revestimento ótimo para os ciclos de queima. Mesmo que o titânio tenha um coeficiente de expansão térmica relativamente baixo ($8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ contra $14 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ do ouro e $12 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ da porcelana e do dente), o grande declive térmico pelo qual ele deve passar causa um elevado grau de alteração dimensional. Resultados razoáveis têm sido alcançados com várias combinações de quartzo, cristobalita e pó de MgO em revestimento fosfatado. Outros refratários com cobertura de MgO e ZrO_2 têm sido testados com algum sucesso, mas o material de revestimento e a técnica ideais ainda precisam ser encontrados.

De acordo com Wang & Boyle⁵⁵, 1993, apesar das características favoráveis do titânio como excelente biocompatibilidade, resistência à corrosão e desejáveis propriedades físicas, a porosidade tem sido uma grande preocupação nas técnicas de fundição. Destacam que o titânio apresenta uma baixa densidade favorável ($4,2 \text{ g/cm}^3$), em comparação com ligas de Co-Cr ($8,9 \text{ g/cm}^3$) e ouro ($19,3 \text{ g/cm}^3$), que permite a obtenção de uma radiografia de rotina, possibilitando a detecção de porosidades internas nas

estruturas fundidas. Diante disso, os autores propõem um método simples para detecção de porosidades internas, em que o tamanho, o número e a localização podem ser facilmente visualizados: (1) uso de filme oclusal padrão Kodac colocado em uma superfície plana; (2) antes da prova da estrutura, colocá-la sobre o filme oclusal; (3) posicionar uma máquina de raios-x odontológica com 90 kV (pico), 25 mA e tempo de exposição de 30 segundos; (4) permitir uma distância de 10 cm entre o cone e a estrutura da prótese de titânio; (5) expor e processar o filme oclusal como usual. Finalizam, afirmando que com uma rotina simples de raios-x odontológico antes da prova da estrutura, um clínico pode identificar facilmente alguma porosidade interna, na estrutura de prótese parcial de titânio, que pode causar falhas e envolver custos adicionais.

Tajima et al.⁴⁸, em 1994, avaliaram a eficácia da operação de purificação de gás em minimizar a contaminação da atmosfera de fundição e do molde, usando uma nova câmara de fundição com um processo de dupla purificação. Para tanto, examinaram a densidade de oxigênio na atmosfera de fundição, o conteúdo de oxigênio, a dureza e a fusibilidade do titânio puro fundido. A máquina de fundição com duas câmaras (Mycast, UWa Tech Corp., Kitakyushu, Japan - MC) possui dois fatores principais: (1) a câmara e o molde são secos e limpos de ar e impurezas pelo processo duplo de purificação consistindo de evacuação total das câmaras e subsequente influxo de gás argônio por duas vezes, e (2) uma alta diferença de pressão de fundição (7 kgf/cm^2). Para comparação, foi usada outra máquina de fundição (Cyclarc, J. Morita Co., Kyoto, Japan - AC) com processo simples de purificação. A medida da dureza Vickers

foi realizada com carga de 500 gf e tempo de aplicação de 15 s. Para o teste de fusibilidade, padrões de cera em rede (26 X 35 mm) com 119 segmentos foram preparados com e sem ventilação de ar. A fundição foi realizada com titânio puro JIS grau II, sendo o molde de revestimento aglutinado por fosfato resfriado à temperatura ambiente. Os resultados mostraram que a densidade de oxigênio na câmara de fusão da nova máquina de fundição MC foi de 34 ppm durante o primeiro passo de purificação, e sofreu uma queda rápida a 7 ppm no segundo passo de purificação. O conteúdo de oxigênio tendeu a diminuir com a repetição da operação de purificação. Comparada com a máquina convencional de fundição (AC) a nova máquina reduziu significativamente o conteúdo de oxigênio na fundição, que afeta as propriedades mecânicas do titânio, aumentando a resistência à tração e diminuindo o alongamento. Quanto à dureza, a superfície externa foi mais dura que o interior, onde a dureza alcançou valores constantes, em torno de 240 VHN. Não houve melhora na fusibilidade, que variou em torno de 60% a 80%. Destes resultados, os autores sugeriram que a nova máquina desenvolvida para fundição de titânio com dupla operação de purificação pode produzir melhores fundições de titânio, com menos contaminação devido aos componentes do molde e impurezas da atmosfera durante a fundição.

Van Noort⁵⁴, em 1994, discorrendo sobre a microestrutura dos metais, afirmou que grãos finos são usualmente desejáveis num metal porque eles aumentam o limite de escoamento. E uma maneira de promover a formação de grãos finos é a solidificação rápida, como a usada na fundição de ligas de ouro, em que o molde de revestimento é aquecido a uma temperatura bem abaixo da

temperatura de fusão da liga. Considerou ainda, que é muito útil estudar a estrutura detalhada dos metais, em termos do tamanho dos cristais, sua forma e composição, haja vista que estas informações podem revelar muito sobre as propriedades do metal. Alguma idéia da estrutura pode ser obtida pelo exame da superfície do metal utilizando microscopia óptica, que sob condições adequadas de polimento da superfície e “substância de ataque”, permite a revelação do tamanho e da forma dos grãos. A estrutura é dita equiaxial quando os grãos apresentam a mesma forma e tamanho, podendo, entretanto, possuir inúmeras configurações, dependendo do método empregado durante a solidificação. Destacou ainda que quando da mistura de dois elementos diferentes, podem ser formadas duas fases, ou uma solução sólida ou um composto inter-metálico. A solução sólida que pode ser do tipo substitucional ou intersticial, normalmente se forma quando os elementos são solúveis um no outro. Já o composto inter-metálico é formado quando dois ou mais metais se combinam, resultando numa composição específica ou razão estequiométrica.

Syverud & Hero⁴⁴, em 1995, avaliaram o preenchimento do molde relacionado à permeabilidade ao gás e as razões para diferentes permeabilidades de quatro revestimentos comerciais. O padrão de cera consistiu de uma prótese de cinco elementos com duas coroas cilíndricas (6 mm de diâmetro) como retentores e três pânticos. Os moldes foram obtidos com quatro revestimentos (Bellavest T – Bego, Rematitan Plus – Dentaurum, Titavest CB – J. Morita Co., Titanium Vest – Ohara Co.), que foram aquecidos de acordo com as recomendações de cada fabricante e resfriados à temperatura ambiente antes de

serem levados à máquina de fundição de duas câmaras. O preenchimento das margens das duas coroas (com ângulo de 30°) foi medido pelo registro do grau de deficiência (índice de deficiência) em reproduzir toda a extensão da margem. A pressão de argônio na câmara de fusão e do molde obtida após as fundições foi de: 1) Bellavest T: 400 e 1 Torr; 2) Rematitan Plus: 600 e 85 Torr; 3) Titavest CB: 600 e 150 Torr e 4) Titanium Vest: 600 e 85 Torr, respectivamente. Isto mostra a substancial diferença na permeabilidade do gás. O preenchimento inadequado de todos os moldes foi observado apenas para o revestimento Bellavest T, com a menor permeabilidade ao gás argônio. Para os outros três revestimentos o preenchimento dos moldes foi adequado, entretanto, algumas diferenças puderam ser detectadas nas margens. O revestimento Titavest CB apresentou uma média de índice de deficiência de 131 μm , comparável à da liga de ouro tipo IV. Os revestimentos Rematitan Plus e Titanium Vest tiveram uma média de índice de deficiência para as coroas cilíndricas de 170 e 200 μm , respectivamente, similar à média encontrada para a liga de Ni-Cr, 150-200 μm . Os melhores resultados obtidos pelo revestimento Titavest CB foram atribuídos às partículas de MgO que apareceram, ao exame de microscopia eletrônica de varredura, altamente aglomeradas, causando muitas fendas bem como pequenos poros esféricos, permitindo assim uma satisfatória permeabilidade do gás argônio.

Chai & Stein⁹, em 1995, avaliaram a porosidade produzida por quatro diferentes configurações de sprues e a adaptação marginal, variando a temperatura do molde. A análise da porosidade foi realizada por meio de radiografias, tendo quatro desenhos de sprues: (1) três sprues de 3,2 mm fixados

ao padrão de cera e afunilados até o ponto de fixação com barra de 4,1 mm colocada paralela ao padrão; (2) três sprues cilíndricos de 3,2 mm com constrição no terço médio, fixados ao padrão de cera, e afunilado até a fixação com a barra paralela; (3) sprue cilíndrico único fixado ao padrão de cera; (4) três sprues cilíndricos fixados diretamente ao padrão. Para as fundições foi utilizado o revestimento à base alumina-magnésio, sem sílica, (Titavest CB, J Morita Co.) e a máquina de fundição Cyclarc (J. Morita Co.). Para a avaliação da exatidão da adaptação marginal com instrumento de medida portátil (Nikon Measurescope MM-11, Nikon Inc.) equipado com monitor de vídeo (Hitachi VM-920, Hitachi Denshi), foram utilizados moldes com 3 diferentes temperaturas (A-910, B-920 e C-930°C) e a liga ouro-paládio (D) como grupo controle. Quanto à porosidade não houve diferença significativa entre os desenhos de sprue, sendo que o desenho com 3 sprues de 4,1 mm (tipo 4) produziu menos porosidades. A discrepância marginal do grupo controle demonstrou superioridade ao titânio: A – $39,7 \pm 13,0$ μm ; B – $43,2 \pm 11,0$ μm ; C – $51,9 \pm 13,0$ μm ; D – $29,9 \pm 10,8$ μm . Entre os grupos de titânio, as fundições com moldes de 910 e 920°C exibiram significativamente menos fendas marginais que os moldes com maior temperatura, 930°C. Os autores concluíram que o titânio pode ser usado para fundições de próteses parciais fixas quando apropriados enceramento e regime de fundição forem seguidos.

Syverud et al.⁴⁵, em 1995, avaliaram a qualidade da fundição da liga Ti-6Al-4V, comparada à do titânio puro, realizada em estudo prévio, utilizando uma prótese de cinco elementos com uma coroa cilíndrica em cada extremidade, sendo a fundição realizada numa máquina de duas câmaras. Após a

fundição, com diferença de pressão entre as duas câmaras, (600 e 150 Torr, respectivamente), o molde permaneceu à temperatura ambiente. O grau de preenchimento do molde foi avaliado para determinar a extensão da perda acumulada na margem das coroas (em μm) determinada em quatro posições das margens selecionadas aleatoriamente. Foram examinados dois aspectos adicionais: a densidade da prótese fundida e sprue, por meio de picnometria, bem como a porosidade interna utilizando radiografias. Microestrutura da liga de Ti-6Al-4V fundida, bem como do titânio puro fundido, do estudo prévio sob as mesmas condições, foram examinadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Os resultados do estudo mostraram que a média dos valores para deficiência das margens das coroas enceradas foi de 82 μm , sendo menores que as coroas fundidas de titânio puro. Fotografia mostrou que as margens das coroas da liga foram claramente mais rugosas que as do Ti puro. Quando combinadas às informações das fotografias das margens e dos índices de deficiência, as diferenças entre os dois materiais foram consideradas relevantes. Com relação à densidade, a liga fundida foi menos densa, indicando alta porosidade, particularmente no sprue. Comparando as radiografias de fundições similares de titânio puro, os poros da liga foram maiores e em maior número. Medidas de dureza Knoop da superfície e da camada interna revelaram aumento de dureza para uma profundidade de 60 μm -80 μm .

Afzali et al.¹, em 1995, fizeram um estudo comparando as propriedades mecânicas de grampos confeccionados de titânio puro fundido (grau II, 99,5% Ti, Dentaurem), fios de Ni-Cr (Ticonium) e Cr-Co fundido

(Mobilium). Oito grampos foram confeccionados com 10 mm de extensão de fios NiCr e 10 e 15 mm para Ti e Cr-Co fundidos, com retenções de 0,25 e 0,5 mm. A carga em gramas e a deformação residual dos grampos foram registradas após a deflexão dos grampos na máquina de ensaios, Instron. Os resultados mostraram que os grampos de titânio fundido foram consistentes em suas propriedades mecânicas, apresentando flexibilidade intermediária entre fios de Ni-Cr e grampos de Cr-Co, e ao contrário dos outros grampos, os de titânio não mostraram deformação permanente, sugerindo a superioridade do titânio para grampos de Prótese Parcial Removível.

Markovsky²⁸, em 1995, avaliou a efetividade de um tratamento térmico rápido nas propriedades mecânicas de ligas de titânio fundido. Foram estudadas duas ligas ($\alpha + \beta$): VT6 (Ti-5,9Al-4,1V) e VT20 (Ti-5,7Al-1,2Mo-1,4V-1,7Zr). Espécimes com dimensões de 100 X 25 X 15 mm foram obtidos pela fundição a vácuo. Após atingida a temperatura do tratamento térmico rápido (RHT): 1100 °C com velocidade de 50 °C/s, o resfriamento foi conduzido com velocidade de 150 °C/s (imersão em água) e 50 °C/s (resfriamento ao ar). Como grupo controle foi utilizado o tratamento térmico convencional, que consistiu de aquecimento em forno a 980 °C (0,5 h), resfriamento ao ar e duas etapas de recozimento: 550 °C (5 h) + 800 °C (3 h). Após os tratamentos as amostras foram submetidas aos ensaios mecânicos de tração e fadiga. As microestruturas nas diferentes condições do experimento foram investigadas pela microscopia óptica e microscopia eletrônica por transmissão. Os resultados mostraram que o tratamento proposto promoveu melhora nas propriedades mecânicas de ambas as

ligas testadas, que segundo o autor pode ter sido consequência da formação de uma fase β não homogênea a alta temperatura. Ao exame microscópico observou-se uma estrutura com grãos β mais finos que a estrutura grosseira original. Ao contrário, no tratamento convencional, ocorreu a formação de uma fase β homogênea a alta temperatura, que após as etapas de recozimento, as partículas ocuparam as mesmas posições que ocupavam na estrutura lamelar inicial. Esta morfologia semelhante à da estrutura grosseira original pode ser a principal responsável pelos pequenos efeitos do tratamento térmico convencional nas propriedades mecânicas das ligas fundidas.

Watanabe et al.⁵⁸, em 1996, examinaram o efeito de diferenças de pressão de argônio (P) na porosidade e propriedades mecânicas do Ti c.p., utilizando uma máquina experimental de fundição de titânio. Padrões plásticos na forma de halteres (20 mm de comprimento e 2,9 mm de diâmetro) foram incluídos em revestimento à base de alumina (T-Invest C&B, Japan). Após evacuação de ambas as câmaras de fundição a 6×10^{-2} Torr e ajustando a diferença de pressão P a 50, 150, 300 ou 450 Torr com a introdução de argônio de alta pureza, o Ti c.p. (ASTM, grau II) foi fundido. A porosidade de 6 amostras foi determinada por radiografia e análise quantitativa de imagem. A resistência à tração (TS) e o alongamento (EL) foram determinados em máquina de ensaios universal. Valores de dureza Vickers (VHN) foram obtidos de 14 pontos na superfície fundida à profundidade de 200 a 500 μm . Os valores de porosidade, TS, EL e VHN, respectivamente, foram: P (50 Torr) – 1,3%, 511 MPa, 9,6% e 194 VHN; P (150 Torr) – 0,8%, 542 MPa, 10,2% e 209 VHN; P (300 Torr) – 10,1%,

410 MPa, 7,8% e 179 VHN; ?P (450 Torr) – 17,1%, 373 MPa, 2,6% e 178 VHN. Valores significativamente maiores de porosidade foram observados para ?P=450 Torr comparados a ?P=50 ou ?P=150. As mais altas TS, EL e VHN ocorreram nas amostras de 150 Torr tendo os mais baixos níveis de porosidade. A turbulência do metal durante a fundição é conhecida por ser responsável pelo aumento nos níveis de porosidade com aumento da ?P. Os autores destacam que escolhendo a diferença de pressão favorável, fundições com propriedades mecânicas similares aos valores publicados para Ti c.p. podem ser obtidos.

Simbi & Scully³⁹, em 1996, investigaram a influência dos elementos intersticiais: O, N e C expressos como {O} e ferro nos parâmetros de tração, ductilidade e dureza do Ti c.p. Os espécimes para teste de tração das ligas experimentais de Ti c.p. (Titanium IMI, Birmingham) com variadas quantidades de O, N, C e ferro, foram usinados com 15 mm de comprimento e 3 mm de diâmetro da secção. Antes de serem submetidos ao ensaio de tração, com velocidade de $2,22 \times 10^{-3}$ /seg, na máquina Instron, foram amaciados a 750°C por 1h sob vácuo de 10^{-5} Torr e resfriados no forno. As medidas de dureza Vickers foram obtidas pela aplicação de uma carga de 10 kgf. O Ti c.p. sujeito a amaciamento em vácuo e resfriamento no forno exibiu, ao exame metalográfico, uma estrutura equiaxial de grãos α . Entretanto, quando o mesmo material foi resfriado por imersão em água ou ao ar com temperatura acima do ponto de transformação, a microestrutura resultante caracterizou-se por placas Widmanstätten que são formadas durante resfriamento até a temperatura de transformação. Segundo os autores, houve um aumento geral em ambos, limite de

escoamento e resistência máxima à tração quando o conteúdo {O} foi aumentado, com a ductilidade diminuindo levemente. Quando o conteúdo de ferro foi aumentado, uma combinação superior de resistência à tração e ductilidade foi obtida. A melhora nas propriedades mecânicas dada pelo ferro foi vista como resultante de um refinamento do tamanho dos grãos-a. Ainda de acordo com os autores, a adição de elementos intersticiais a aproximadamente 0,4% m {O} e cerca de 0,2% m de ferro melhora substancialmente o limite de escoamento, a resistência máxima à tração e em menor grau a dureza do Ti c.p. pelo fortalecimento da solução sólida e refinamento do tamanho dos grãos sem sacrificar a ductilidade.

Watanabe et al.⁶⁰, em 1997, investigaram a eficiência de dois métodos de fundição (máquina de centrífuga e máquina de duas câmaras) na fusibilidade do Ti c.p. (grau II) e compararam os resultados com duas ligas dentárias convencionais, liga de ouro tipo IV e liga de Ni-Cr, fundidas em máquina de centrífuga. Foram utilizados dois tipos de padrões de cera: em forma de rede e em forma de disco. O padrão em rede consistiu de 22 x 24 mm de fios (0,5 mm de diâmetro) de peneira, cada segmento media 2,2 x 2,4 mm, perfazendo um total de 264 segmentos. Os discos tinham 24 mm de diâmetro com uma fina secção externa de 0,5 mm que foi realizada para criar quatro padrões em forma de T. Para a centrífuga os padrões de titânio foram incluídos no revestimento Selevest CB, com 350°C no momento da fundição, e para o sistema com duas câmaras o revestimento Titavest C&B, com temperatura ambiente na fundição, ambos à base de magnésio. O revestimento de cristobalita (650°C) foi utilizado

para liga de ouro e revestimento aglutinado por fosfato (980°C) para a liga de Ni-Cr. O índice de fusibilidade do Ti c.p. para ambos os padrões na centrífuga foi significativamente maior que na máquina com diferença de pressão. Segundo os autores um dos fatores responsáveis por esta diferença, seria o fato de que a centrífuga pode aplicar uma força no metal fundido cerca de 40-60 vezes maior que a aplicada pela máquina de diferença de pressão. Os valores obtidos para o Ti c.p. fundido na centrífuga não foram significativamente inferiores aos da liga de ouro tipo IV e da liga de Ni-Cr, sendo que todos os espécimes de Ni-Cr exibiram 100% de fusibilidade para ambos os padrões. Outro fator que pode ter atuado na significativa diferença de fusibilidade é a temperatura do molde. Notou-se que os moldes com temperaturas mais elevadas no momento da fundição mostraram melhores índices de fusibilidade, independente do metal e do tipo de padrão.

Craig et al.¹², em 1997, destacaram que as propriedades mecânicas das ligas de titânio ($\alpha + \beta$), como a liga Ti-6Al-4V, são dependentes da quantidade, tamanho, forma e morfologia da fase alfa e da densidade das interfaces α/β . As propriedades de tração e de fadiga das ligas Ti-6Al-4V estão sendo amplamente estudadas e suas microestruturas com um pequeno tamanho de grão α ($<20 \mu\text{m}$), uma fase β bem dispersa e uma pequena área de interface α/β , como uma estrutura equiaxial, resistem melhor ao início de trincas de fadiga e têm melhor resistência à fadiga a baixos ciclos (aproximadamente 500 a 700 MPa). Por outro lado, microestruturas lamelar, que têm uma maior área de superfície α/β e colônias muito orientadas, têm menor resistência à fadiga (aproximadamente

300 a 500 MPa) que a microestrutura equiaxial. Os autores finalizam afirmando que os problemas com o titânio fundido para as propostas odontológicas incluem o elevado ponto de fusão, a alta reatividade, a baixa eficiência de fundição e a dificuldade no acabamento. Sugerem que o uso de moldes aquecidos pode melhorar o preenchimento dos mesmos com o titânio fundido e aumentar a precisão dimensional.

Bourassa et al.⁸, em 1997, realizaram um estudo avaliando o efeito do tratamento térmico na resistência à fadiga de liga Ti-6Al-4V com microranhas na superfície. A temperatura de recristalização foi conduzida a 950°C por 1 h, seguida por resfriamento no forno sob atmosfera controlada, resultando numa mistura de α equiaxial e lamelar na camada de superfície. Esta fina estrutura dupla tem mostrado possuir a máxima resistência à iniciação de fendas. Entretanto, devido à reduzida velocidade de resfriamento da temperatura de recristalização, necessária para minimizar a deformação, o número de lamelas nesta estrutura foi mínimo e restrito a pequenas regiões contendo poucas lamelas grossas, não sendo a microestrutura ideal. A temperatura de envelhecimento afeta a quantidade de fase β transformada (a lamelar) na estrutura final. O envelhecimento entre 995°C (temperatura β transus) e aproximadamente 900°C produz a estrutura dupla (uma mistura de α e grãos β transformados). Infelizmente, esta estrutura gerada tinha uma quantidade muito maior de grãos grossos do que a estrutura ideal para a máxima resistência à iniciação de fendas de fadiga. Os espécimes que receberam envelhecimento a 950°C mostraram comparativamente resultados inferiores aos da temperatura de 800°C. Isto pode

ser explicado pelos grãos lamelares grossos presentes na camada da superfície da microestrutura dupla das amostras envelhecidas a 950°C. Os autores concluíram, dentre outras coisas, que a microestrutura ótima para uma estrutura resistente à fratura por fadiga é uma lamelar grossa como substrato, com uma camada de superfície consistindo de grãos equiaxiais muito finos incompletamente recristalizados, obtida no tratamento de envelhecimento a 800°C por 1h.

De acordo com O'Brien³³, 1997, a redução do tamanho dos grãos pode ter inúmeros efeitos benéficos na estrutura de uma liga fundida para coroa ou prótese parcial removível. Grãos mais finos podem aumentar o limite de escoamento, a ductilidade e a resistência máxima à tração. Procurando justificar esta afirmação, o autor destaca que fratura de um metal ocorre devido à abertura de fendas nos limites de grãos. E isto é mais provável de ocorrer nos metais com grãos largos, onde os planos não podem ser deslizados dentro dos grãos adjacentes. Muitos grãos pequenos em várias orientações podem dividir a deformação plástica entre os grãos mais facilmente. Grãos maiores devem acomodar uma maior deformação e terão, cada um, menor capacidade de orientar o deslizamento. O resultado é menor ductilidade e menor resistência máxima à tração para os metais de grãos largos, que abrem fendas mais facilmente nos limites de grãos porque a deformação plástica não pode ser acomodada.

Kuroda et al.²³, em 1998, determinaram a resistência máxima à tração, o limite de escoamento, o módulo de elasticidade e o alongamento, de novas ligas de titânio tipo β , compostas de elementos não tóxicos como Nb, Ta,

Zr, Mo e Sn. Os espécimes para teste de tração com 56 X 12 X 1,5 mm de tamanho, das ligas projetadas (Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr, Ti-16Nb-13Ta-4Mo, Ti-29Nb-13Ta-4Mo, Ti-29Nb-13Ta-2Sn, Ti-13Nb-13Zr, Ti-29Nb-13Ta, Ti-29Nb-13Ta-2Sn, Ti-29Nb-13Ta-6Sn), foram aquecidos a 1117 K (840°C) por 0,5 h após homogeneização, e então envelhecidos a 673 K (400°C), 723 K (450°C) e 773 K (500°C) por 3 h. Pela observação de microscopia óptica notou-se que as diferenças das médias do tamanho dos grãos entre as ligas projetadas foram leves. As ligas novas apresentaram inferior resistência à tração e equivalente ou superior porcentagem de alongamento quando comparada com ligas convencionais de titânio como Ti-6Al-4V ELI e Ti-13Nb-13Zr. Dentre elas, a que apresentou os maiores valores de resistência à tração, foi a liga Ti-16Nb-13Ta-4Mo, após envelhecimento a 673 K (400°C) por 3 h. Quanto ao módulo de elasticidade, a liga Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr, em condições envelhecidas, 673 K (400°C) por 3 h, foi a única a apresentar valor equivalente ao das ligas convencionais de titânio. Analisando estes resultados, os autores concluíram que: (1) a resistência à tração e alongamento da liga Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr foi equivalente ou superior ao das ligas convencionais de titânio; (2) os módulos de elasticidade das ligas projetadas foram muito inferiores comparados ao da liga Ti-6Al-4V ELI, que tem sido usada como material de implante. Finalizaram afirmando que as ligas de titânio tipo β , sistemas Ti-Nb-Ta-Zr, Ti-Nb-Ta-Mo e Ti-Nb-Ta-Sn, projetadas neste estudo, devam ter excelente performance quando utilizadas como materiais de implante.

Niinomi³², em 1998, descreveu as propriedades mecânicas, características de tração e de fadiga, dureza e resistência à fratura, de ligas de

titânio utilizadas tanto como biomateriais, em implantes, como na confecção de coroas e grampos de removíveis, por meio de processos de fundição. A resistência à tração das ligas de titânio como biomaterial são distribuídas aproximadamente entre 500 e 1000 MPa. As ligas para outras utilidades como coroas e grampos de removíveis, processadas por fundição, apresentam diferentes composições daquelas utilizadas em implantes, exceto para Ti-6Al-4V e Ti-6Al-7Nb. A resistência do titânio puro designado como liga α é levemente inferior. O limite de alongamento de ligas de titânio é distribuído entre aproximadamente 10 e 20%. O módulo de elasticidade de ligas de aço inoxidável e de cobre, está em torno de 206 e 240 GPa, respectivamente, sendo superior ao módulo de elasticidade do osso, geralmente entre 17 e 28 GPa. O módulo das ligas tipo β , desenvolvidas recentemente, está entre 55 e 85 GPa, muito menores que das ligas de titânio do tipo α e $\alpha + \beta$, entretanto maior que do osso. A resistência à fadiga das ligas de titânio como biomaterial varia de 265 a 816 MPa. Quanto à resistência à fratura, a liga do tipo β é similar às ligas do tipo $\alpha + \beta$, sendo que as características de fratura das ligas são afetadas por mudanças na microestrutura. Os valores de resistência à tração para ligas de titânio fundidas, variou entre 669 MPa (Ti-20Cr-0,2Si) e 847 MPa (Ti-6Al-4V), sendo esta última a de maior aplicação clínica. O alongamento das ligas fundidas é claramente inferior ao das ligas acabadas ou forjadas para implantes. Quanto à dureza Vickers, os valores para as ligas fundidas variam entre 190 VHN (Ti-Ni) e 346 VHN (Ti-6Al-4V).

Lutjering²⁷, em 1998, procurou apontar alguns dos aspectos críticos da microestrutura das ligas de dupla fase $\alpha + \beta$ (exemplo da Ti-6Al-4V),

como a fração em volume e tamanho da fase α primária (a_p), as contínuas camadas α nos grãos β limitantes, o tamanho dos grãos β e o tamanho das lamelas e colônias α . Neste estudo foram relatados os passos da rotina de processamento das ligas $\alpha + \beta$, como a temperatura de processamento, temperaturas de recristalização e endurecimento e velocidade de resfriamento. As propriedades mecânicas discutidas incluíram resistência à tração, ductilidade, resistência à fratura, propagação e nucleação de fendas de fadiga e algum grau de sensibilidade do ambiente. Ao final do estudo o autor considerou que para as ligas de titânio $\alpha + \beta$ o mais importante parâmetro microestrutural determinante das propriedades mecânicas foi o tamanho das colônias α . Com a diminuição do tamanho das colônias α a resistência à fratura, a ductilidade, a resistência à nucleação de fendas e a resistência à propagação de fendas foram melhoradas. E o tamanho da colônia α é definido pela velocidade de resfriamento de temperaturas no campo de fase β e do tamanho dos grãos β que limitam as colônias α .

Segundo Ahmed & Rack², em 1998, embora as ligas de titânio $\alpha + \beta$ sejam mais comumente usadas na condição usinada e recozida, muitos estudos têm mostrado que substanciais benefícios nas resistências à ruptura, tração e fadiga podem ser alcançados quando estes materiais são submetidos a tratamentos térmicos e posterior envelhecimento. Realizaram uma investigação da transformação de fases que ocorre durante o resfriamento da liga $\alpha + \beta$ Ti-6Al-4V tratada com temperatura acima da β transus (1050°C por 30 min), com diferentes velocidades de resfriamento (525, 410, 20 e 1,5°C/s). Para o estudo foram realizadas análises de microscopia óptica, eletrônica de transmissão e difração de

raios-X. Dos resultados obtidos observou-se difusão maciça e controlada de martensita e transformação de fases, sendo necessárias velocidades de resfriamento acima de 410°C/s para alcançar uma microestrutura totalmente martensítica, e uma maciça transformação foi observada com velocidade entre 410 e 20°C/s.

Segundo Anusavice³, 1998, têm sido discutidos muitos métodos de modificação das propriedades físicas dos metais. O metal pode ser reforçado por deformação, e o metal deformado pode se tornar mais dúctil por meio de tratamento térmico. O tratamento térmico é um processo de aquecimento de uma liga por um período de tempo, acima da temperatura ambiente, mas abaixo da temperatura do *solidus*, temperatura que no resfriamento representa o metal totalmente solidificado. Os efeitos desse tratamento dependem inteiramente da temperatura e do metal. Podendo, por exemplo, enrijecer ou amolecer o metal, alterar o tamanho de seus grãos ou a resistência à corrosão. Outro fator que o autor destacou como importante na modificação das propriedades dos metais se refere ao resfriamento brusco, em que o metal é resfriado rapidamente de uma temperatura elevada para a temperatura ambiente ou menor. Usualmente este tipo de resfriamento é realizado por dois motivos: (1) preservar, em temperatura ambiente, uma fase regular estável somente a altas temperaturas; e (2) terminar rapidamente um processo que somente ocorre a temperaturas elevadas. Normalmente o resfriamento rápido é obtido pela inersão do metal quente em um líquido como a água.

Chan et al.¹⁰, em 1998, avaliaram o efeito do número e posição dos sprues na discrepância de margem de coroas de titânio. Sobre um troquel de aço inoxidável foram enceradas coroas com 7 mm de diâmetro na base, 6 mm de altura e margem cervical com ângulo de 30°. Foram avaliados dois grupos de fundições: (1) um sprue centrado na oclusal do padrão de cera e (2) dois sprues colocados na oclusal do padrão alinhados axialmente. Os sprues apresentaram uma porção reta com 5 mm e uma de 10 mm com ângulo de 45° voltado para a parede do anel de fundição. Em ambos os grupos foi encerado uma área de escape de 18 medidas com uma margem de 2 mm até o topo do padrão, sendo utilizado para as inclusões revestimento aglutinado por fosfato (Ohara Titanium Vest for Crowns, Ohara Co.), e a fundição realizada numa máquina de centrífuga vertical com arco elétrico/argônio. As margens resultantes das fundições foram examinadas por um método indireto usando técnica de moldagem, sendo examinadas, em microscópio de 50X, seis posições da margem circular com distâncias padronizadas. Dentro de cada grupo não houve diferença significativa na discrepância de margens entre as seis posições. O grupo com duplo sprue apresentou significativamente menos discrepância de margem ($32,1 \pm 12,8 \mu\text{m}$), que o grupo com sprue simples ($49,6 \pm 16,4 \mu\text{m}$). Os baixos valores de discrepância obtidos nas proximidades das áreas de ventilação confirmam o efeito positivo destas áreas na configuração do sprue. Os autores destacaram que esses valores são semelhantes ou, em alguns casos, melhores que os apresentados por ligas de ouro tipo III e ligas de paládio-prata, reportados em estudos prévios.

Segundo Weiss & Semiatin⁶¹, 1999, as ligas de titânio alfa são uma classe de ligas compostas de três grupos principais: titânio puro, ligas alfa e ligas próximas de alfa. O titânio puro e as ligas alfa possuem resistência à tração relativamente baixa, entretanto, a alta estabilidade térmica leva a razoável resistência à deformação e dureza. As ligas próximas de alfa contêm cerca de 2% de beta estabilizadores que introduz pequeno nível de fase beta na microestrutura e cerca de 0,5% de Si para formar precipitados de “silicides”. Estas ligas possuem resistência à tração mais alta quando comparadas com titânio puro e ligas alfa, e exibem a mais alta resistência à deformação de todas as ligas de titânio à temperatura acima de 400 °C. As ligas alfa contêm elementos estabilizadores como o alumínio, estanho, zircônio e oxigênio. Estes elementos aumentam a resistência à tração de 35-70 MPa para cada porcentagem dos elementos adicionados. As ligas próximas de alfa contêm cerca de 2% de beta estabilizadores como o molibdênio e/ou vanádio. A adição de pequena quantidade destes estabilizadores estende a temperatura a - β o suficiente para permitir o trabalho térmico de ambas, alfa/beta e beta. A mais alta resistência destas ligas em comparação às ligas alfa é devida principalmente à formação de fase alfa primária (α' ou martensita) ou microestrutura α/α' durante o tratamento térmico. Para melhorar a performance da resistência à deformação, algumas ligas são trabalhadas a quente e tratadas termicamente no campo de fase beta. Silício (elemento que dissolve na fase alfa e forma “silicides”) é frequentemente adicionado para aumentar a resistência à deformação destas ligas.

Zinelis⁶³, em 2000, avaliou o efeito da pressão de diferentes gases na porosidade, microestrutura e propriedades mecânicas do titânio comercialmente puro (Ti c.p.). Oito grupos (A-H) de 16 padrões de cera retangulares (30 mm de comprimento, 3 mm de largura e 1 mm de espessura) foram incluídos em revestimento de magnésio-alumínio. As fundições foram realizadas na máquina Cyclarc, que possui duas câmaras elétricas com arco de fundição/pressão de gás inerte. As amostras de cada grupo foram fundidas em ambiente de alta pureza de He, Ar, Kr ou Xe a uma pressão de 0,5 ou 1,0 atm. A porosidade das 16 amostras de cada grupo foi determinada por meio de radiografias, digitalizadas por um scanner, e analisadas no processador de imagens SigmaScan Pro. Na superfície preparada para estudo da microscopia metalográfica foi determinada a dureza Vickers (VHN). As propriedades de tração de oito espécimes de cada grupo foram determinadas na máquina de ensaios mecânicos Instron modelo 6022 com velocidade de 0,5 mm/min. Diante dos resultados obtidos, o autor concluiu que: (1) o tipo de gás inerte tem sérias implicações na extensão da porosidade e nas propriedades mecânicas da fundição produzida; (2) a porosidade foi eliminada usando Xe e Kr, enquanto foi detectada com o uso de Ar e He; (3) a diminuição na pressão de He e Ar de 1 para 0,5 atm produziu fundições significativamente menos porosas; (4) o uso de atmosfera de He aumentou a dureza e a tensão de ruptura do Ti c.p. fundido; (5) a fundição resultou num substancial aumento do tamanho do grão do Ti c.p. comparado com o material de origem não fundido.

Ohkubo et al.³⁴, em 2000, realizaram um estudo investigando os efeitos da camada superficial contaminada (a-case) na capacidade de desgaste do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V fundidos, usando uma peça de mão elétrica com pontas abrasivas de carbetto de silício e brocas de fissura de aço com várias velocidades de rotação e forças de desgaste, além de comparar a capacidade de desgaste do titânio fundido com ligas dentárias convencionais (liga de ouro tipo IV e liga Co-Cr). Para o Ti c.p. e liga Ti-6Al-4V as fundições foram realizadas no sistema de centrífuga dotado de arco de fusão. Para as ligas de ouro tipo IV e de Co-Cr, foi utilizado o sistema de fundição de centrífuga convencional. Todas as amostras de Ti c.p. e Ti-6Al-4V foram examinadas quanto à porosidade interna, utilizando aparelhos de raios-X, antes da realização dos testes. A camada a-case (aproximadamente 0,25 mm de toda a superfície) das fundições maiores (3,5 X 8,5 X 30,5 mm) foi removida pelo acabamento com lixa de carbetto de silício nºs 60-600. Para medida da dureza Vickers (VHN) utilizou-se uma carga de 50 gf e tempo de aplicação de 25 s, sendo realizadas três medidas para cada amostra. O teste de resistência ao desgaste do titânio foi realizado em dispositivo especial. Para efeito de comparação do titânio com e sem a-case e ligas convencionais, o dispositivo foi calibrado com velocidade de rotação da peça de mão (15 000 ou 30 000 rpm) e força aplicada (100 ou 300 gf) por 1 min., sendo utilizados dois tipos de brocas com diâmetro regular (aproximadamente 2,0 mm): brocas de fissura de aço de oito lâminas e pontas abrasivas de SiC. Este estudo revelou que os valores de dureza em ordem decrescente foram liga Co-Cr > Ti-6Al-4V sem a-case > liga de ouro tipo IV > Ti c.p. sem a-case. Quanto à

camada a-case, utilizando-se de brocas de aço, o titânio sem esta camada foi mais facilmente desgastado, enquanto as pontas de carbetto de silício desgastaram bem as ligas de titânio, independente da camada a-case. A escala de desgaste tanto das brocas de fissura como das pontas de carbetto de silício em ordem decrescente foi: Ti c.p. > Ti-6Al-4V > Co-Cr > liga de ouro tipo IV. Observações em microscopia eletrônica de varredura revelaram que as extremidades de corte tanto das brocas de fissura, como das pontas de carbetto de silício, usadas para Ti c.p. foram severamente desgastadas. Por outro lado, nas brocas usadas para desgaste de liga de ouro tipo IV, as extremidades de corte foram preservadas de maneira similar às brocas não usadas.

Zavanelli et al.⁶², em 2000, avaliaram a resistência à fadiga do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V em diferentes meios de armazenagem, em saliva sintética, saliva sintética com fluoreto e ao ar à temperatura ambiente, grupo controle. Os corpos-de-prova (30) foram obtidos na forma de halteres, por meio de fundição realizada no sistema Rematitan. Previamente foi determinado o limite de escoamento por meio de ensaio de flexão, sendo utilizada no teste de fadiga uma carga 30% menor que o valor obtido (5 kgf para o Ti c.p. e 6 kgf para a liga Ti-6Al-4V) e uma frequência de 10 Hz. Os autores puderam concluir que: (1) a liga Ti-6Al-4V apresentou maior resistência à fadiga, porém sem diferença significativa quando comparada com o Ti c.p.; (2) as soluções reduziram a resistência à fadiga de ambos os materiais; (3) apesar de não haver diferença significativa, a solução com fluoreto foi o agente mais agressivo.

Jang et al.²⁰, em 2001, compararam a exatidão de fundição e microestrutura de superfície de estruturas de prótese parcial removível de Ti c.p. e liga de Co-Cr. Foram confeccionadas 20 estruturas superiores (Classe II, divisão 1 de Kennedy), com Ti c.p. grau IV (10) e com liga de Co-Cr (10). Conector maior em forma de lâmina no palato, retentor direto, apoios oclusais e uma estrutura em malha como sela, foram incluídos no desenho da Prótese Parcial Removível. Para o Ti c.p., foi usado o revestimento Rematitan Plus (Dentaurum, Pforzheim, Germany) e a fundição realizada no sistema Rematitan (Dentaurum, Pforzheim, Germany). Para a liga Co-Cr, foi utilizado o revestimento Optivest (Degussa, Hanau, Germany) e a liga Biosil (Degussa). Após a fundição das estruturas o ajuste geral e a morfologia da superfície foram testados. Para descrição quantitativa da microestrutura uma análise de rugosidade foi realizada com microscópio de força atômica (AFM) em quatro posições arbitrárias na lâmina palatina de todas as estruturas. A porosidade foi observada com equipamento radiográfico e a microporosidade foi estudada com uma lente de 100X. Diante dos resultados obtidos, os autores puderam tirar as seguintes conclusões: (1) o ajuste clínico e a reprodutibilidade de detalhes das estruturas de Ti c.p. e Co-Cr foram comparáveis e (2) o Ti c.p. tem características clínicas desejáveis para uso em estruturas convencionais de próteses parciais removíveis.

Trillo et al.⁵², em 2001, realizaram um estudo para determinar o comportamento de duas ligas de titânio, Ti40Ta e Ti50Ta, sob diferentes tratamentos térmicos. Microscopia óptica e de transmissão eletrônica, bem como a dureza Vickers, foram realizadas para caracterizar a microestrutura resultante do

tratamento térmico. A partir dos valores de dureza Vickers foi estimada a resistência à tração de todas as amostras (discos com 6 mm de diâmetro), sendo utilizada a liga Ti-6Al-4V como grupo controle. As amostras foram submetidas a quatro diferentes tratamentos térmicos: (1) 1000°C por 1 h e resfriamento por imersão em água; (2) tratamento 1 com resfriamento no forno; (3) envelhecimento a 400°C por 3 h e resfriamento por imersão em água; (4) envelhecimento a 400°C por 10 h e resfriamento por imersão em água. Os resultados mostraram que à exceção do tratamento de envelhecimento a 400°C por 3 h na liga Ti50Ta, todas as demais condições mostraram uma resistência à corrosão igual ou superior à da liga Ti-6Al-4V. Quanto à resistência à tração e a dureza, as ligas Ti40Ta e Ti50Ta sem tratamento apresentaram valores maiores que os valores da liga controle (786 MPa/348 VHN, 724 MPa/320 VHN e 689 MPa/306 VHN, respectivamente). A análise da microestrutura das ligas Ti40Ta e Ti50Ta revelou precipitados α na matriz $\alpha + \beta$, juntamente com bandas de martensita, na condição sem tratamento térmico. Quando do resfriamento por imersão em água as amostras mostraram uma fase de martensita pura, enquanto o resfriamento no forno mostrou uma maciça estrutura de precipitados α na matriz $\alpha + \beta$ e matriz martensítica. Diante dos resultados, os autores destacaram que o aumento observado na dureza Vickers, e por extensão na resistência à tração, da liga Ti50Ta (320 VHN/724 MPa, 469 VHN/1075 MPa e 475 VHN/1089 MPa) com os tratamentos térmicos de envelhecimento a 400°C por 3 h e 10 h, foi devido ao alongamento ocorrido na microestrutura α .

Sun & Gu⁴², em 2001, estudaram a resistência à tração e baixo ciclo de fadiga, e a evolução da microestrutura do titânio puro (Ti c.p.) e da liga Ti-5Al-2,5Sn à temperatura ambiente (293 K / 20°C) e em nitrogênio líquido (77K / - 200°C), sendo discutido também o modo de deformação dos dois materiais. Barras de Ti c.p. e da liga Ti-5Al-2,5Sn foram usinadas em espécimes com 13 mm de extensão e 7,5 mm de diâmetro mínimo. Os testes de fadiga por tração-compressão foram realizados com frequência de 0,25 Hz por meio de uma máquina de ensaios mecânicos Instron modelo 1342. Os espécimes foram submetidos à fadiga até a ruptura à temperatura ambiente (293 K – 20°C) ou imersos em nitrogênio líquido até encontrar a condição de 77 K (- 200°C). Após a fratura, foram preparadas finas folhas com 0,1 mm de espessura para as observações em microscópio eletrônica de transmissão – TEM (JEM-200CX). Os valores de resistência máxima à tração e limite de escoamento foram, respectivamente: Ti c.p.: 293 K (20°C) – 454 e 356 MPa; 77 K (- 200°C) – 899 e 681 MPa e liga Ti-5Al-2,5Sn: 293 K (20°C) – 958 e 906 MPa; 77 K (- 200°C) – 1331 e 1266 MPa. Os resultados obtidos neste estudo permitiram os autores tirarem, dentre outras conclusões, que o Ti c.p. e a liga Ti-5Al-2,5Sn possuem não apenas satisfatórias resistência e ductilidade à temperatura criogênica, mas também exibem boas propriedades de fadiga a baixo ciclo. O titânio puro mostrou maior resistência à fadiga a 77 K (- 200°C) que a 273 K (0°C), e a liga Ti-5Al-2,5Sn manteve sempre a mesma resistência à fadiga com diminuição da temperatura.

Shimizu et al.³⁸, em 2002, compararam o preenchimento do molde, com margem em forma de cunha (30° e 15°), do titânio puro e de ligas de titânio (Ti-6Al-7Nb e Ti-6Al-4V, e ligas experimentais de com 1 e 4% em massa de cobre), com ligas convencionais de ouro e de Ni-Cr. A fundição do titânio e suas ligas foi realizada na máquina tipo centrífuga com arco de argônio (Ticast Super R, Selec Inc., Japão), enquanto o ouro e a liga de Ni-Cr foram fundidos em centrífuga convencional. A análise da ausência de comprimento da margem – d (μm) foi realizada por meio de fotografias obtidas do microscópio (Zeiss, Germany) com aumento de 68X. A análise estatística revelou que para ambas as margens, os valores d da liga de ouro e da liga de Ni-Cr foram o mais baixo e o mais alto entre os metais examinados, respectivamente. Não houve diferença significativa nos valores d entre os espécimes de titânio fundido com cunha de ângulo de 30°. Entretanto, os valores d do Ti c.p. e Ti-6Al-7Nb são significativamente inferiores que os das outras ligas de Ti, com ângulo de 15°. Notou-se que o preenchimento marginal pela liga de ouro foi notavelmente melhor comparado tanto com o titânio como com a liga de Ni-Cr. Segundo os autores, a menor tensão de superfície do ouro comparada com a do titânio, a mais alta fluidez do ouro e a menor diferença entre a temperatura de fusão e a temperatura do molde quando a liga de ouro é fundida, comparada com o titânio (liga de ouro: 415°C e Ti: 1470°C), seriam os fatores responsáveis pelos melhores resultados obtidos com a liga de ouro. Com relação à liga de Ni-Cr, apresentou uma viscosidade intermediária, entre o titânio e o ouro, e a sua tensão de superfície foi similar à do titânio. Os autores concluíram que o preenchimento do

molde de todos os metais de titânio testados foi similar no ângulo de 30°, que tem sido usado nas simulações clínicas de uma coroa fundida. Além disso, o preenchimento de molde com as ligas experimentais de Ti-Cu com 1 ou 4% em massa de cobre foi aceitável para aplicações dentárias.

Rocha et al.³⁵, em 2002, avaliaram o efeito de tratamentos térmicos na resistência à tração e dureza Vickers do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V usinados. Os corpos-de-prova em forma de halteres com área útil de 3,00 mm de diâmetro foram divididos em três grupos: (A) controle, sem tratamento térmico; (B) aquecimento a 750°C por 2 h + resfriamento até a temperatura ambiente; (C) aquecimento a 960°C por 1 h + resfriamento por imersão em água + envelhecimento a 550°C por 4 h + resfriamento até a temperatura ambiente. Após os tratamentos os corpos-de-prova foram submetidos aos testes de resistência à tração e dureza Vickers. Os autores relataram que com relação à resistência à tração, não houve diferença estatística entre os grupos, tanto para o Ti c.p. (A-622,37 MPa; B-599,75 MPa e C-634,25 MPa) como para a liga Ti-6Al-4V (A-1070,12 MPa; B-995,50 MPa e C-1087,25 MPa). Quanto à dureza, no Ti c.p., houve diferença estatística entre os grupos (C-267,08 VHN; A-203,45 VHN; B-184,30 VHN), enquanto na liga Ti-6Al-4V, o grupo C (427,18 VHN) foi estatisticamente superior aos demais (A-322,28 VHN e B-291,93 VHN), que foram semelhantes entre si. Chamaram a atenção para o fato de que os tratamentos térmicos não influenciaram a resistência à tração, porém atuaram de maneira significativa nos valores de dureza Vickers.

PROPOSIÇÃO

3. Proposição

O propósito deste estudo foi avaliar o efeito de dois tratamentos térmicos na resistência à tração e na dureza Vickers do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V obtidos por fundição odontológica:

- Tratamento 1 (T1) – aquecimento a 750°C por 2 h;
- Tratamento 2 (T2) – recozimento a 955°C por 1 h e envelhecimento a 620°C por 2 h.

MATERIAL E MÉTODO

4. Material e método

4.1 – MATERIAL

Os metais estudados estão relacionados na Tabela 1.

TABELA 1 - Metais, composição química e fabricante.

METAL	COMPOSIÇÃO QUÍMICA (%)*	FABRICANTE
Titânio comercialmente puro – grau 2 (Ti cp)	Ti – 99,56	RMI Company, Ohio, EUA
	N – 0,02	
	C – 0,08	
	H – 0,007	
	Fe – 0,18	
Liga Ti-6Al-4V	O – 0,15	RMI Company, Ohio, EUA
	Ti – 89,57	
	N – 0,02	
	C – 0,01	
	H – 0,003	
	Fe – 0,22	
	O – 0,17	
Al – 6,2		
V – 3,8		

* Informações do fabricante

4.2 – MÉTODO

4.2.1 – TESTE DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

4.2.1.1 - OBTENÇÃO DOS PADRÕES DE CERA

Os corpos de prova do teste de tração apresentam a forma de halteres, de acordo com a norma 1562 da ISO¹⁹, cujas dimensões, em milímetros, estão ilustradas no desenho esquemático da figura 1.

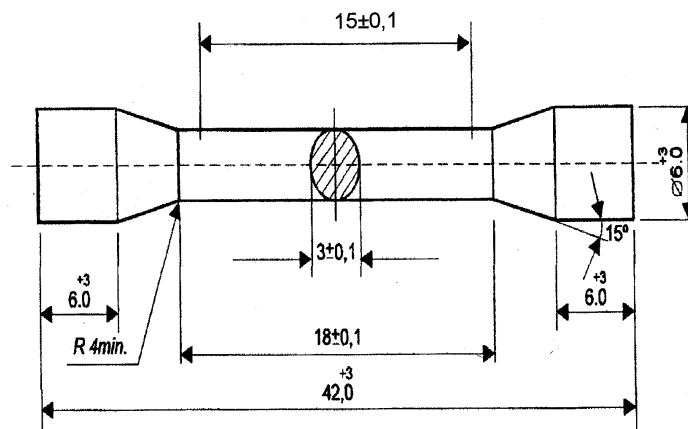


FIGURA 1 – Dimensões do corpo-de-prova

Os padrões de cera foram obtidos a partir de uma matriz metálica bipartida de alumínio, que apresenta uma cavidade interna nas dimensões requeridas. (Figura 2)



FIGURA 2 – Matriz de alumínio bipartida

Para a confecção dos padrões de cera, a cavidade da matriz metálica foi lubrificada com vaselina sólida (Chemco Ind. e Comércio LTDA, Campinas, São Paulo), sendo a matriz fechada e mantida com suas partes perfeitamente justapostas, por meio de uma pequena prensa.

A matriz foi colocada em estufa (Olidef CZ Ind. e Comércio de Aparelhos Hospitalares, Ribeirão Preto, São Paulo), a 45°C por 5 min., no intuito de facilitar o escoamento da cera fundida e evitar falhas no padrão de cera. Após o aquecimento, a matriz foi posicionada verticalmente na bancada sobre uma placa de vidro.

Cera azul para incrustações metálicas (Kerr, Manufacturing Co. Romulus, Michigan, EUA), foi liquefeita em equipamento, que aquece de maneira controlada a cera (Dippy pro, Yeti Dental, Alemanha), e inserida na cavidade da matriz, utilizando conta-gotas de pescoço longo. Aguardou-se a solidificação da cera, posicionando outra placa de vidro, mantida sob ação de uma massa de 500 g, na abertura superior da matriz. (Figura 3) Após a remoção dos excessos nas porções superior e inferior com espátula Le Cron - Duflex (S. S. White Artigos Dentários Ltda., Juiz de Fora, Brasil), a matriz foi aberta, e em seguida removeu-se o padrão de cera.



FIGURA 3 – Matriz posicionada verticalmente com cavidade preenchida com cera

4.2.1.2 - INCLUSÃO DOS PADRÕES DE CERA

Dois padrões de cera foram posicionados paralelos, a uma distância de 3 mm, e unidos pelas extremidades. Para confecção do conduto de alimentação foi utilizado fio de cera redondo (Dentaurum J. P. Winkelstroeter KG, Pforzheim, Alemanha) com 5 mm de diâmetro. A haste em forma de “V” foi unida aos dois padrões de cera, sendo em seguida o conjunto fixado ao vértice do cone formador de cadinho (Dentaurum J. P. Winkelstroeter KG, Pforzheim, Alemanha), (Figura 4A), de modo que os padrões de cera ficassem a ± 8 mm das paredes laterais e a 10 mm da extremidade livre do anel de fundição número 6 (Dentaurum J. P. Winkelstroeter KG, Pforzheim, Alemanha). (Figura 4B)

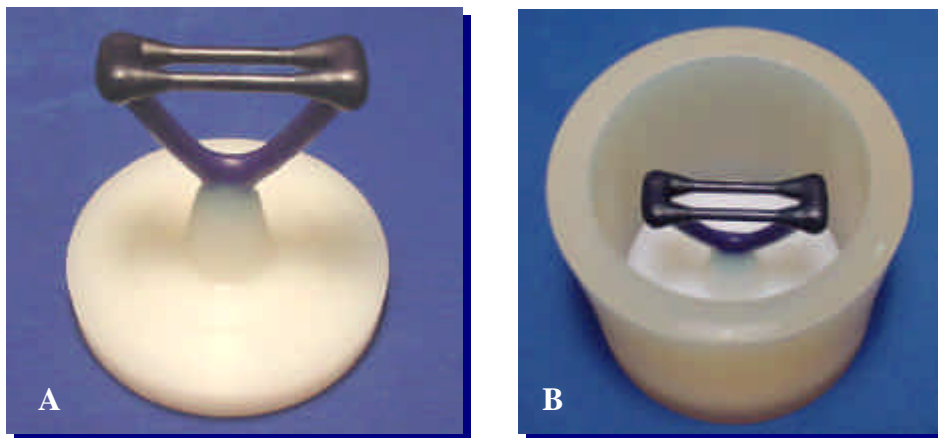


FIGURA 4A – Conjunto, padrões de cera e conduto de alimentação, fixado na base formadora de cadinho.

FIGURA 4B – Base posicionada no anel de silicone.

Em seguida, o líquido umectante - anti-bolhas (Kota Ind. e Comércio LTDA, São Paulo, São Paulo) foi aplicado em toda a estrutura de cera com pincel pêlo de marta nº 165 (Pincéis Tigre S. A., São Paulo, Brasil), e deixado secar antes da inclusão do revestimento.

O anel de silicone número 6 (Dentaurum J. P. Winkelstroeter KG, Pforzheim, Alemanha) medindo 72 mm da altura e 62 mm de diâmetro adaptado à sua base formadora de cadinho, foi preenchido com revestimento próprio para fundição de titânio (Rematitan Plus - Dentaurum J. P. Winkelstroeter KG, Pforzheim, Alemanha) apresentado na forma de pó, em envelopes pré-dosados com 250 g, e líquido. Para este anel, o fabricante recomenda 500 g de pó e 80 ml de líquido, que foram espatulados a vácuo por 60 segundos no espatulador elétrico Multivac 4 (Degussa-Hüls, Hanau, Alemanha). Realizado o completo preenchimento, sob vibração, o anel foi deixado sobre a bancada por 10 min. antes da remoção do bloco de revestimento.

Após 20 min. foi realizada a eliminação da cera e expansão térmica do revestimento, utilizando o forno Vulcan 3550 (Degussa-Hüls, Hanau, Alemanha), programado para executar os ciclos descritos na tabela 2.

TABELA 2 – Ciclos de aquecimento para o revestimento Rematitan Plus.

RAMPA/ TEMPERATURA	VELOCIDADE DE AQUECIMENTO/ RESFIRAMENTO	PATAMAR/ TEMPERATURA	TEMPO DE PERMANÊNCIA
1/Ambiente – 250°C	7°C/min	1/250°C	90 min
2/250 – 100°C	7°C/min	2/1000°C	60 min
3/1000 – 550°C	7°C/min	3/550°C	120 min

4.2.1.3 - FUNDIÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA

A fundição dos corpos-de-prova, em Ti c.p. e na liga Ti-6Al-4V, foi realizada na máquina Rematitan (Dentaurum J. P. Winkelstroeter KG, Pforzheim, Alemanha) (Figura 5B), desenvolvida especialmente para fundição de titânio.

O processo é totalmente automatizado e a fundição ocorre por arco voltaico em atmosfera de gás argônio. A máquina possui duas câmaras: uma superior (câmara de fusão), onde são posicionados o cadinho de cobre e o eletrodo de tungstênio, e uma inferior, para o posicionamento do molde de revestimento. (Figura 5A)

O material fornecido na forma de cilindros de 25 mm de diâmetro e 14,5 mm de altura, e com massa de 31 g, foi colocado no cadinho de cobre a uma distância de 5 mm do eletrodo de tungstênio, usado para produzir o arco voltaico que funde o metal (Figura 5A). Após a fusão do metal o cadinho de cobre é vertido para baixo, e devido à gravidade e à diferença de pressão entre as duas câmaras, dada pelo argônio, o metal fundido é injetado no interior do molde, localizado na câmara inferior.

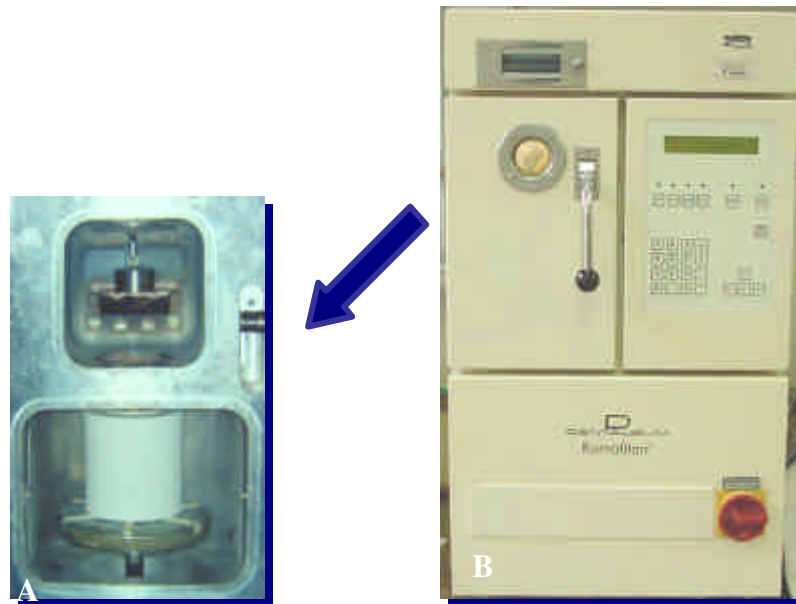


FIGURA 5 – (A) Câmara superior, com cadinho de cobre e peça de titânio, e câmara inferior com o molde de revestimento;

FIGURA 5 – (B) Máquina de fundição Rematitan

Terminado o processo de fundição o molde de revestimento foi resfriado por imediata imersão em água, de acordo com as orientações do fabricante. Em seguida foi realizada a desinclusão, utilizando um desinclusor modelo 320 (Silfradent – F.LLI, Manfred, Itália)⁶².

Removido o revestimento e terminada a limpeza da peça fundida, os corpos-de-prova foram separados dos respectivos condutos de alimentação, utilizando a cortadeira de metal Isomet 1000 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA). (Figuras 6A e 6B)

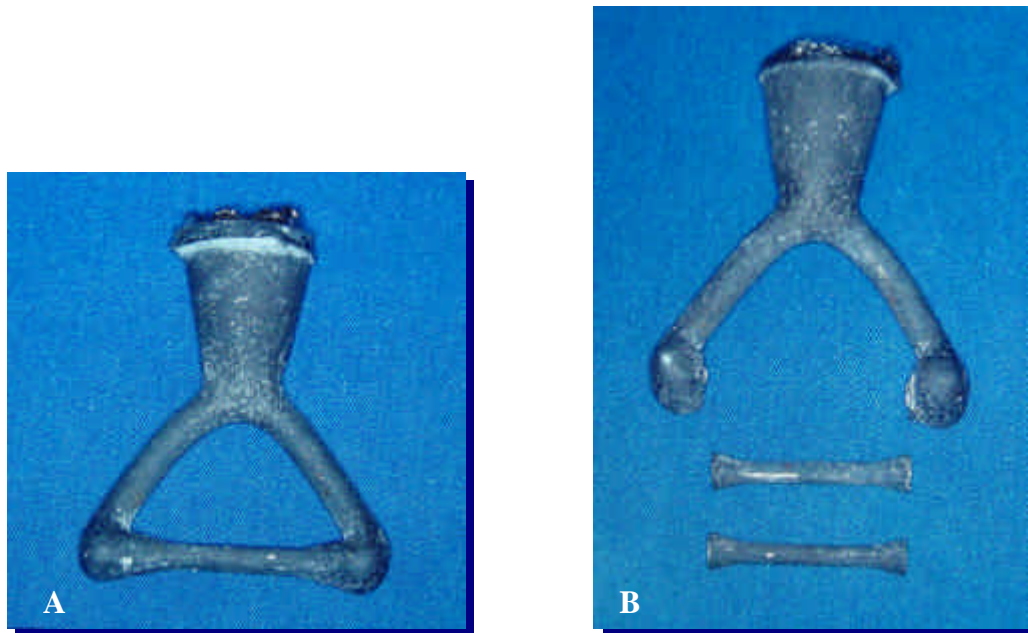


FIGURA 6A – Peça fundida após desinclusão e limpeza

FIGURA 6B – Corpos-de-prova separados do conduto de alimentação

4.2.1.4 - ANÁLISE RADIOGRÁFICA DOS CORPOS-DE-PROVA FUNDIDOS

Todos os corpos-de-prova foram submetidos a exame radiográfico para que eventuais defeitos internos fossem identificados, sendo selecionados para o estudo apenas os corpos que apresentaram hígidos. A técnica radiográfica utilizada foi uma modificação da técnica descrita por Wang & Boyle⁵⁵, e consiste nos seguintes passos: (1) uso de filme periapical padrão colocado numa superfície plana; (2) colocação de três corpos-de-prova sobre o filme periapical; (3) posicionamento do cone de raios-x, a uma distância de 10 cm, com 90 kV (pico), 25 mA e tempo de exposição de 30 segundos; (4) processamento do filme como usual. A figura 7 ilustra uma radiografia em que

aparece um corpo-de-prova com defeito interno, descartado do estudo, e dois corpos hígidos.

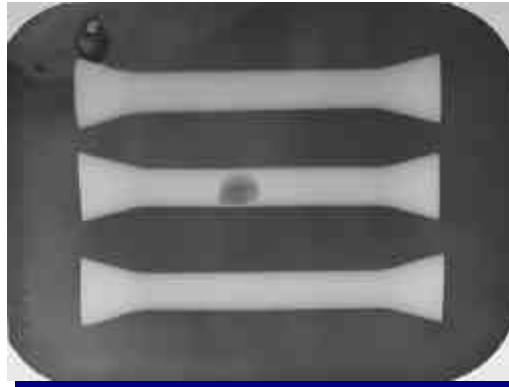


FIGURA 7 – Radiografia periapical dos corpos-de-prova

Utilizando-se desses procedimentos foram selecionados 60 corpos-de-prova, sendo 30 de Ti c.p. e 30 da liga Ti-6Al-4V.

Em seguida à seleção, os corpos-de-prova foram jateados com partículas de óxido de alumínio de 100 μm (Wilson, Polidental Ind. Com. Ltda., São Paulo, Brasil), para remoção da camada de reação do titânio fundido com o material de revestimento (a-case), utilizando o jateador Multijet III (E. D. G. Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos, Brasil). Posteriormente foi realizado acabamento com fresas específicas (Maxi Plus e Midi - Dentaurum J. P. Winkelstroeter KG, Pforzheim, Alemanha)⁶², adaptadas a peça de mão (Dabi Atlante SA Indústrias Médico Odontológicas, Ribeirão Preto, Brasil).

4.2.1.5 - TRATAMENTO TÉRMICO

Os corpos-de-prova, do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V, foram divididos aleatoriamente em três grupos de 10 corpos cada, sendo então submetidos aos tratamentos térmicos descritos na tabela 3.

TABELA 3– Métodos de tratamentos térmicos

Grupos	Métodos
Grupo controle	Sem tratamento térmico
T1	Aquecimento a 750°C por 2 horas.
T2	Recozimento a 955°C por 1 hora e envelhecimento a 620°C por 2 horas.

Para a realização desses tratamentos térmicos, os corpos-de-prova foram aquecidos e resfriados em atmosfera de argônio, utilizando-se o forno FV –1 MP (E. D. G. Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos, Brasil).

4.2.1.6 – MEDIDA DA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

Realizados os tratamentos térmicos, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração na máquina de testes mecânico MTS modelo 810 (MTS System Corporation, Minnesota, EUA). (Figura 8A)

Para acoplar o corpo-de-prova aos mordentes da máquina de ensaios, foi utilizado um dispositivo, (Figura 8B), com uma das extremidades dotada de cavidade preparada para receber o corpo-de-prova, e a outra extremidade livre foi fixada aos mordentes da máquina.

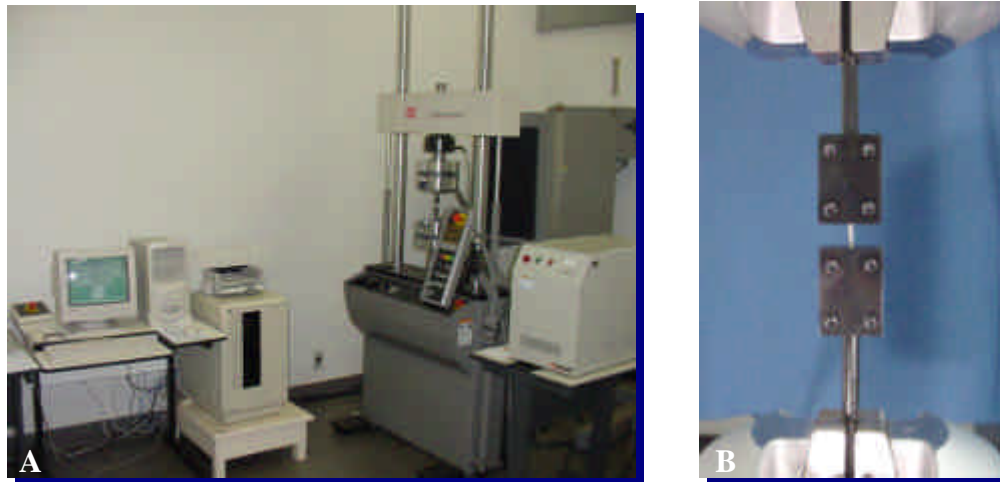


FIGURA 8A – Máquina de ensaios MTS modelo 810

FIGURA 8B – Dispositivo com corpo-de-prova fixado aos mordentes da máquina de ensaios

Após o acoplamento do dispositivo, a máquina foi acionada à velocidade de 1,0 mm/min.¹⁹, e no momento em que ocorreu a ruptura do corpo-de-prova, o sistema controlador da máquina forneceu o valor da tensão de ruptura, da tensão máxima, do alongamento, juntamente com o gráfico de tensão/deformação, calculado automaticamente pelo programa Test Work 4 (MTS System Corporation, Minnesota, EUA).

4.2.2 – TESTE DE DUREZA VICKERS

4.2.2.1 – OBTENÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA

Após o ensaio de tração, uma das extremidades dos corpos-de-prova de cada condição do experimento, foi selecionada e embutida em resina acrílica ativada quimicamente Dencor (Artigos Odontológicos Clássicos LTDA., São Paulo, Brasil), utilizando tubos de PVC com 20 mm de altura e 20 mm de diâmetro. (Figura 9B)

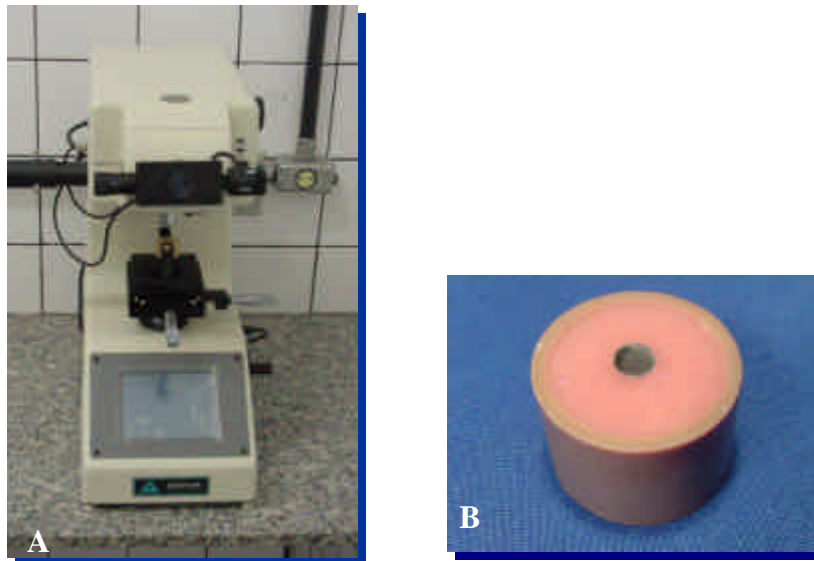


FIGURA 9A – Durômetro Micromet 2100

FIGURA 9B – Corpo-de-prova para ensaio de dureza Vickers

A superfície foi regularizada com lixas de carbetto de silício na seguinte seqüência de granulação: 320, 400, 600 e 1200, e polida com discos de feltro e pasta de alumina de 0,3 μm (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA), sob refrigeração à água na politriz Metaserv 2000 (Buehler Uk Ltd., Coventry, Inglaterra), expondo área circular de 6 mm de diâmetro.

4.2.2.2 – MEDIDA DA DUREZA VICKERS

O teste de dureza Vickers foi realizado no durômetro Micromet 2100 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA), (Figura 9A), utilizando uma carga de 500 gf e tempo de aplicação de 15 segundos. A superfície do corpo-de-prova foi dividida em quatro quadrantes, sendo realizadas 2 medidas em cada um, perfazendo um total de 8 medidas. Os valores de dureza foram obtidos pela média das diagonais formadas pela impressão do diamante Vickers, que é dada em μm e,

automaticamente convertida em número de dureza Vickers (VHN), pelo próprio durômetro.

4.2.3 – ANÁLISE METALOGRÁFICA

A estrutura metalográfica de cada condição do experimento foi analisada por meio de microscopia óptica, no intuito de revelar possíveis mudanças na microestrutura provocadas pelo processo de fundição e pelos tratamentos térmicos.

Para tanto, a superfície dos corpos-de-prova utilizados no teste de dureza Vickers foi submetida à polimento metalográfico utilizando lixas de carbeto de silício nas granulações de 600, 1200, 2000 e 4000 e, subseqüentemente polida com discos de feltro e pasta de alumina de 1,0 e 0,3 μm (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA), sob refrigeração à água na politriz Metaserv 2000 (Buehler Uk Ltd., Coventry, England).

A superfície polida foi atacada com reagente de Kroll: 1-3 ml de HF (agente redutor) e 3-6 ml de HNO_3 (agente oxidante), por 1 min. Obtida a revelação da microestrutura, as amostras foram submetidas ao exame metalográfico por Microscopia Óptica (Neophot 21, Carl Zeiss Jena) com aumento de 200 X.

As imagens visualizadas foram capturadas por meio de uma câmara digital (JVC TK1380U CCD, Victor Company of Japan Limited, Tokyo, Japão) e analisadas pelo programa Leica Qwin (Leica Microsystems Imaging Solutions Ltda., Cambridge, Inglaterra).

4.2.4 – ANÁLISE DE FRATURA

O intuito de caracterizar bem as alterações provocadas pelos tratamentos térmicos na estrutura do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V, foi realizada análise de fratura utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Após o ensaio de tração foi selecionado um fragmento representativo de cada condição do experimento, sendo a superfície fraturada levada ao microscópio eletrônico de varredura (JEOL T330 A, Jeol Ltd, Tokyo, Japão), acoplado a analisador dispersivo de energia e câmera fotográfica.

4.3 - PLANEJAMENTO ESTATÍSTICO

O planejamento experimental deste estudo foi definido com o objetivo de comparar os grupos de tratamento térmico do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V, quanto aos valores médios de resistência à tração e dureza Vickers.

Considerando que o conjunto de dados dentro de cada grupo do experimento não apresentou distribuição normal, foi aplicado o teste estatístico de Kruskal-Wallis que é o equivalente não-paramétrico da ANOVA de um critério (*one-way ANOVA*), ou seja, um teste para comparação de três ou mais amostras independentes (não-pareadas).

Esse teste se baseia na conversão dos dados originais em postos (*ranks*), que representa a posição de um determinado dado quando todos os

valores que compõem a amostra estão ordenados de forma crescente (do menor para o maior).

Foram, portanto, utilizados os valores numéricos transformados em postos e estes agrupados num só conjunto de dados, sendo a comparação dos grupos realizada por meio da média dos postos (posto médio).

Foi colocada à prova a hipótese de que o efeito propiciado pelos níveis de variação (tratamento térmico) sobre os valores de resistência à tração e dureza Vickers fosse igual.

O critério para rejeição ou não da hipótese nula (H_0) foi definido ao nível de significância de 5% ($\alpha=0,05$), de forma que se o valor de probabilidade (p) encontrado, fosse maior que 0,05 ($p>0,05$), a hipótese sob teste não seria rejeitada e, ao contrário, se o valor de probabilidade (p) encontrado fosse menor ou igual a 0,05 ($p \leq 0,05$), a hipótese nula seria rejeitada, optando-se pela hipótese alternativa (H_1) de que o efeito promovido pelos diferentes tratamentos térmicos é diferente.

RESULTADO

5. Resultado

RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

Na tabela 4 estão representados os valores mínimo, máximo, média e desvio padrão da tensão máxima de tração (MPa) das condições experimentais deste estudo.

Tabela 4 – Valores mínimo, máximo, média e desvio padrão da tensão máxima de tração (MPa)

	Mínimo	Máximo	Média	Desvio Padrão
Ti c.p. (controle)	490,21	586,39	537,32	29,19
Ti c.p. (T1)	486,29	620,62	550,82	43,21
Ti c.p. (T2)	305,40	601,99	474,85	109,91
Ti-6Al-4V (controle)	877,99	954,44	916,42	22,62
Ti-6Al-4V (T1)	898,11	980,96	930,29	24,63
Ti-6Al-4V (T2)	673,22	791,51	753,61	36,76

Como não houve distribuição normal entre os valores originais de resistência à tração do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V (Tabs. Anexos A1 e A2), foi utilizado o teste não-paramétrico Kruskal-Wallis.

Tabela 5 – Teste de Kruskal-Wallis: Resistência à tração do Ti c.p.

Valor de Kruskal-Wallis calculado (H): 1,6129
Valor de χ^2 para 2 graus de liberdade: 1,61
Probabilidade de H_0 para esse valor: 44,64%
Significante ao nível de 5% ($p > 0,05$)

Tabela 6– Comparação dos postos médios: Resistência à tração do Ti c.p.

Grupos	Posto médio
T2	13,00 a
Controle	15,50 a
T1	18,00 a

valor crítico a 5% = 8,1364

valores semelhantes indicados por letras minúsculas iguais

No Ti c.p. o teste de Kruskal-Wallis não revelou diferença estatisticamente significativa entre os três grupos de tratamento térmico, quanto à resistência à tração.

Tabela 7 – Teste de Kruskal-Wallis: Resistência à tração da liga Ti-6Al-4V

Valor de Kruskal-Wallis calculado (H): 19,6671
Valor de χ^2 para 2 graus de liberdade: 19,67
Probabilidade de H_0 para esse valor: 0,01%

Significante ao nível de 5% ($p < 0,05$)

Tabela 8– Comparação dos postos médios: Resistência à tração da liga Ti-6Al-4V

Grupos	Posto médio
T2	5,50 b
Controle	19,40 a
T1	21,60 a

valor crítico a 5% = 4,3551

valores semelhantes indicados por letras minúsculas iguais

Na liga Ti-6Al-4V o grupo controle apresentou o maior posto médio de resistência máxima à tração, seguido pelo grupo T1, não havendo evidência de diferença estatisticamente significante entre os dois. Por outro lado, o grupo T2 mostrou-se estatisticamente inferior aos demais, revelando o menor posto médio.

DUREZA VICKERS

Na tabela 9 estão representados os valores mínimo, máximo, média e desvio padrão da dureza Vickers (VHN) das condições experimentais deste estudo.

Tabela 9 – Valores mínimo, máximo, média e desvio padrão da dureza Vickers (VHN)

	Mínimo	Máximo	Média	Desvio Padrão
Ti c.p. (controle)	191,82	209,17	200,26	5,43
Ti c.p. (T1)	181,82	216,81	202,23	10,69
Ti c.p. (T2)	231,21	298,96	259,90	23,26
Ti-6Al-4V (controle)	330,05	349,78	340,51	6,20
Ti-6Al-4V (T1)	341,86	367,25	351,94	7,85
Ti-6Al-4V (T2)	357,45	387,35	369,08	10,37

Assim como na resistência à tração, os valores originais de dureza Vickers do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V (Tabs. Anexos B1 e B2), não apresentaram distribuição normal, sendo também aplicado o teste não-paramétrico Kruskal-Wallis.

Tabela 10 – Teste de Kruskal-Wallis: Dureza Vickers do Ti c.p.

Valor de Kruskal-Wallis calculado (H): 19,5639
Valor de χ^2 para 2 graus de liberdade: 19,56
Probabilidade de H_0 para esse valor: 0,01%

Significante ao nível de 5% ($p < 0,05$)

Tabela 11 – Comparação dos postos médios: Dureza Vickers do Ti c.p.

Grupos	Posto médio
Controle	9,60 a
T1	11,40 a
T2	25,50 b

valor crítico a 5% = 4,7759

valores semelhantes indicados por letras minúsculas iguais

No Ti c.p. o grupo T2 apresentou o maior posto médio de dureza Vickers, seguido pelos grupos T1 e controle, respectivamente. Porém o tratamento térmico T2 foi estatisticamente superior aos demais, que não mostraram evidência de diferença estatisticamente significativa entre si.

Tabela 12 – Teste de Kruskal-Wallis: Dureza Vickers da liga Ti-6Al-4V

Valor de Kruskal-Wallis calculado (H): 21,1536

Valor de χ^2 para 2 graus de liberdade: 21,15

Probabilidade de H_0 para esse valor: 0,00%

Significante ao nível de 5% ($p < 0,05$)

Tabela 13 – Comparação dos postos médios: Dureza Vickers da liga Ti-6Al-4V

Grupos	Posto médio
Controle	6,60 a
T1	15,20 b
T2	24,70 c

valor crítico a 5% = 4,3551

valores semelhantes indicados por letras minúsculas iguais

Para a liga Ti-6Al-4V ficou evidente que o tratamento térmico T2, apresentou a maior média de dureza, seguido pelo tratamento T1 e pelo grupo controle, havendo diferença significativa entre os três grupos.

DISCUSSÃO

6. Discussão

O titânio por apresentar um elevado ponto de fusão (1720°C para o Ti c.p.) e o molde de revestimento ser aquecido normalmente a temperaturas abaixo de 800°C, passa por um grande declive térmico durante o processo de fundição, o que pode provocar consideráveis alterações nas suas propriedades mecânicas²⁵.

Os relatos na literatura de que substanciais benefícios nas resistências à ruptura, tração e fadiga podem ser alcançados quando o titânio é submetido a tratamentos térmicos², determinaram a realização deste estudo.

O tratamento térmico é tido como um método de modificar as propriedades físicas dos metais, e consiste num processo de aquecimento de uma liga por um período de tempo, acima da temperatura ambiente, mas abaixo da temperatura do *solidus*, temperatura que no resfriamento representa o metal totalmente solidificado³.

Anusavice³ destaca dois tratamentos térmicos que podem ser usados para alteração das propriedades mecânicas das fundições. Quando a fundição é aquecida a uma temperatura ligeiramente abaixo da temperatura do *solidus* e mantida por um determinado tempo, irá se transformar numa solução sólida casual, desordenada. Se em seguida a estrutura é resfriada rapidamente à temperatura ambiente, esta estrutura é

mantida e a liga terá relativamente maiores dureza e ductilidade. Esse tratamento pelos efeitos obtidos, é denominado tratamento térmico “amaciador”.

Por outro lado, quando o resfriamento é lento, pode ocorrer a formação de estruturas ordenadas que serão mantidas, tendo como resultado uma estrutura mais dura, porém menos dúctil. Sendo este tratamento referido como tratamento térmico “enrijecedor” ou de “envelhecimento”³.

RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

Vários experimentos têm procurado caracterizar as propriedades do titânio puro e das ligas de titânio, usinados e fundidos, quando submetidos a procedimentos de tratamento térmico, envolvendo diferentes temperaturas e tempos de aquecimento, bem como variados métodos de resfriamento^{2,8,15,24,28,39,41,61}.

O ensaio de tração realizado neste estudo para os grupos controle (sem tratamento térmico), revelou resultados tanto para o Ti c.p. (537,32 MPa) como para a liga Ti-6Al-4V (916,42 MPa), condizentes com os apresentados por Donachie Jr.¹³ que foram, 550 e 907 MPa, respectivamente. Próximos também aos de Taira et al.⁴⁷, 415 MPa para o Ti c.p. e 877 MPa para a liga Ti-6Al-4V.

Craig et al.¹² destacaram que os valores de resistência máxima à tração da liga Ti-6Al-4V podem variar de acordo com o conteúdo de hidrogênio, ficando entre 1025 e 1152 MPa.

Também para o Ti c.p. (grau 2) e para a liga Ti-6Al-4V usinados, utilizados como biomateriais para implantes dentários, Niinomi³² indicou 345 MPa e 860-965 MPa, respectivamente. Enquanto para a liga Ti-6Al-4V fundida, o valor de resistência à tração foi de 933 MPa.

Porém o estudo de Trillo et al.⁵² apontou valor de resistência à tração bem inferior para a liga Ti-6Al-4V usinada (689 MPa), utilizada como controle na avaliação das propriedades mecânicas das ligas Ti-40Ta e Ti-50Ta submetidas a tratamento térmico.

Quanto aos tratamentos térmicos aqui estudados, 750°C por 2 horas (T1) e recozimento a 955°C por 1 hora + envelhecimento a 620°C por 2 horas (T2), ambos aquecidos e resfriados em forno com atmosfera controlada de argônio, o titânio puro e a liga Ti-6Al-4V apresentaram comportamentos diferentes, quanto à resistência à tração.

Os métodos estatísticos aplicados não revelaram, no Ti c.p., diferença significativa entre os grupos (T1 – 550,82 MPa, Controle – 537,32 MPa e T2 - 474,85 MPa). Nota-se, entretanto, que mesmo para o Ti c.p., apesar de não haver diferença entre os grupos, o tratamento térmico de recozimento a 955°C por 1 hora + envelhecimento a 620°C por 2 horas, produziu tendência a reduzir a média de resistência à tração. Quanto à liga Ti-6Al-4V o grupo T2 (753,61 MPa), mostrou-se estatisticamente inferior aos demais (Controle – 916,42 MPa e T1 – 930,29 MPa), que não apresentaram diferença entre si.

Considerando os mais variados tratamentos térmicos possíveis de serem realizados, Ahmed & Rack² destacaram a importância de se compreender as transformações de fases que ocorrem durante o processamento térmico, particularmente durante o resfriamento a partir de elevadas temperaturas, para que ótima performance mecânica das ligas $\alpha + \beta$ seja alcançada.

Neste sentido alguns estudos^{2,27,41,52} procuraram avaliar os efeitos de diferentes métodos de resfriamento, sob variadas condições de temperatura, nas propriedades mecânicas e na microestrutura do titânio puro e de ligas à base de titânio.

Tratamento térmico realizado na liga IMI-829 (6,1 Al; 3,2 Zr; 3,3 Sn; 1 Nb; 0,5 Mo; 0,32 Si; 0,02 Fe; 0,0013 S; 0,0250 C e 1273 ppm O e 29 ppm H, balanceado com titânio) com temperaturas no campo de fase β (1050°C) e fase $\alpha + \beta$ (975°C) por 1 h, e diferentes métodos de resfriamento, ao ar, no forno, imersão em água ou óleo, revelou diferentes comportamentos de resistência à tração⁴¹. Os maiores valores foram obtidos para as temperaturas de 975°C e resfriamento por imersão em água e óleo. Na temperatura de 1050°C os efeitos da velocidade de resfriamento foi mínimo, a não ser para a imersão em água que apresentou valores levemente superiores.

Considerando a velocidade de resfriamento, Lutjering²⁷ destacou que propriedades como tensão de ruptura, ductilidade, resistência à propagação de fendas são melhoradas com menores tamanhos de colônias α , e que o tamanho dessas colônias são determinadas pela velocidade de resfriamento de temperaturas no campo de fase β e do tamanho dos grãos β que limitam as colônias α .

O efeito de diferentes métodos de resfriamento também foi destacado por Trillo et al.⁵². Procuraram caracterizar a microestrutura das ligas Ti40Ta e Ti50Ta usinadas resultante de tratamentos térmicos e resfriamentos, analisando as medidas de dureza, e a partir destas, foi estimada a resistência à tração. Destacaram que o alongamento ocorrido na microestrutura α com os tratamentos térmicos de envelhecimento a 400°C por 3 h ou 10 h, provocou aumento na dureza Vickers e na

resistência à tração da liga Ti50Ta (sem tratamento - 320 VHN/724 MPa, 3 h - 469 VHN/1075 MPa e 10 h - 475 VHN/1089 MPa).

No estudo de Simbi & Scully³⁹ foi avaliada a influência de elementos intersticiais: O, N, C e ferro nas propriedades mecânicas do Ti c.p. usinado, utilizando tratamento de amaciamento, a 750°C por 1 h sob vácuo de 10^{-5} Torr, bastante similar ao tratamento T1 adotado no presente estudo. Quando o resfriamento também foi realizado no forno, evidenciou-se uma estrutura equiaxial de grãos α . Quando do aumento do conteúdo de ferro foi obtida uma combinação superior de resistência à tração e ductilidade, que segundo os autores foi resultante de um refinamento do tamanho dos grãos- α . Com o aumento do conteúdo de O, N e C, houve um aumento geral em ambos, limite de escoamento e resistência máxima à tração, com a ductilidade diminuindo levemente.

No Ti c.p. os seus graus (1 a 4) são caracterizados principalmente pela concentração de oxigênio e ferro, que representa significativa relevância nas suas propriedades mecânicas. Quando o nível de oxigênio é cuidadosamente controlado obtêm-se diferentes níveis de resistência à tração, variando de 170 MPa a 480 MPa⁶¹.

Estudo de Lasalmonie & Loubradou²⁴, avaliando a resposta da Ti-6Al-4V tratada a 910 °C por 3 horas/resfriamento em óleo, com posterior recozimento por 4 horas a temperaturas entre 680 e 850°C/resfriamento em água, e finalmente submetida à temperatura de têmpera, 360°C, por diferentes períodos de tempo, sob vácuo de 10^{-5} Torr, apontou valor mínimo de limite de escoamento para a liga resfriada de 800°C. Os autores destacaram que esse valor mínimo tem sido reportado para inúmeras outras ligas $\alpha + \beta$ de titânio, podendo ser explicado da

seguinte forma: quando a temperatura de recozimento é aumentada de 700 a 800°C, o volume em fração de β se torna elevado, entretanto, a resistência à tração diminui. Acima de 800°C a fase β é transformada após o resfriamento em uma forte fase α' , levando ao aumento na resistência à tração. Revelaram ainda que o tratamento de têmpera a 360°C não teve efeito na resistência à tração da liga resfriada de 700°C, enquanto para todas as outras condições (750°C, 800°C e 850°C) a resistência à tração aumentou e alcançou um valor comum de 910 MPa.

De acordo com Bourassa et al.⁸ a microestrutura da liga Ti-6Al-4V à temperatura ambiente consiste principalmente de fase α (hexagonal compacta) com uma pequena quantidade de fase β (cúbica de corpo centrado). Isto pode ser controlado por meio do processamento termomecânico para produzir ou uma fina α equiaxial, que é conhecida por ser efetiva contra início de fendas, ou uma grossa α lamelar, que possui ótima resistência à propagação de fendas por fadiga. Segundo os autores, o tratamento de recozimento a 950°C mostrou resultados de resistência à fratura por fadiga inferiores aos do tratamento efetivado a 800°C. Isto provavelmente ocorreu devido aos grossos grãos lamelares presentes na camada da superfície da microestrutura dupla, observados no tratamento de recozimento entre 995°C (temperatura β transus) e 900°C.

Pelos resultados apresentados fica evidente que inúmeras variáveis podem atuar nas propriedades mecânicas das ligas de titânio, quando tratamentos térmicos são realizados. Fatores como o tipo de liga, se α , $\alpha + \beta$ ou β ; a temperatura do tratamento, se no campo da fase $\alpha + \beta$ ou β ; tempo de aplicação da temperatura, bem como o método ou velocidade de resfriamento, são determinantes nas propriedades obtidas após os tratamentos térmicos.

O exame de microscopia óptica (200X), ilustrado nas figuras 10 e 11, evidencia as consideráveis mudanças que as condições de tratamento térmico adotadas neste estudo provocaram na estrutura de ambos metais, Ti c.p. e liga Ti-6Al-4V.

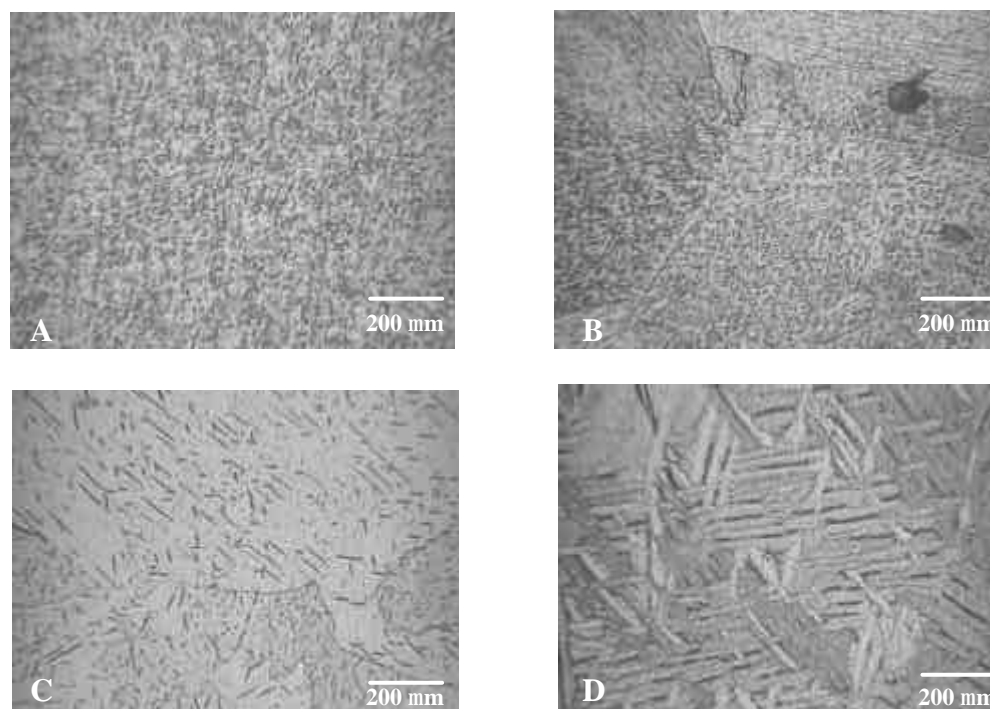


FIGURA 10 – Ti c.p.: (A) - bruto de fusão; (B) controle; (C) T1; (D) T2

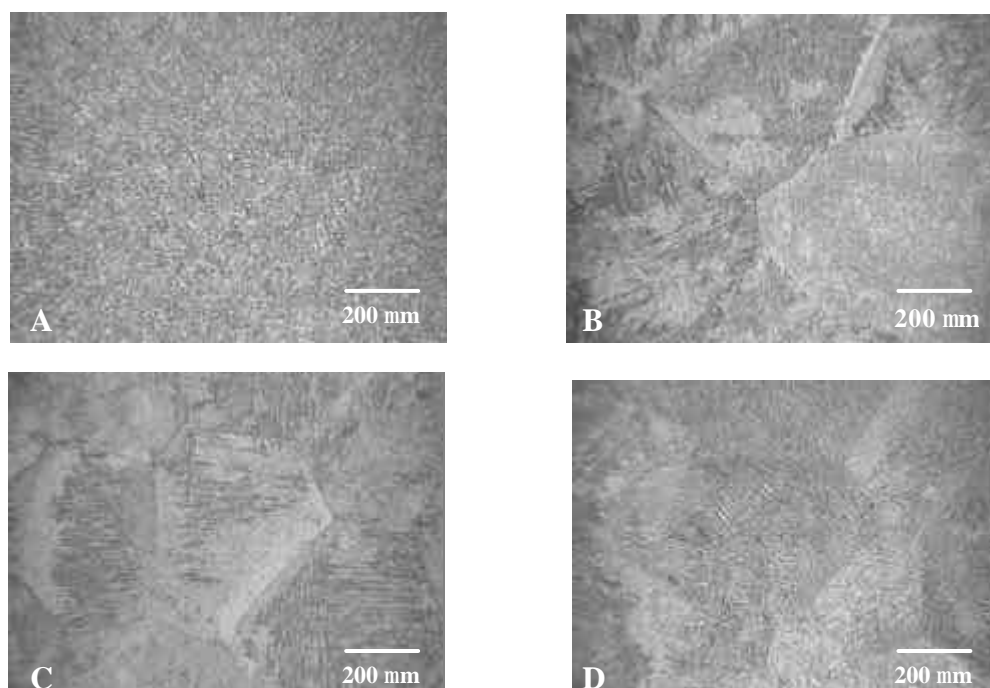


FIGURA 11 Ti-6Al-4V: (A) - bruto de fusão; (B) controle; (C) T1; (D) T2.

Comparando a estrutura do metal não fundido – bruto de fusão (Figs. 10A e 11A) com as estruturas fundidas, nota-se claramente que o processo de fundição realmente provoca grandes mudanças na estrutura cristalina do metal, corroborando a idéia de que a fundição pode alterar as propriedades mecânicas do titânio puro e das ligas à base de titânio²⁵.

Na observação do Ti c.p., nota-se que o grupo controle (Fig. 10B) revelou uma estrutura de grãos alfa equiaxiais. Após o tratamento T1 (Fig. 10C), com temperatura no campo de fase α , a estrutura permaneceu relativamente globular (equiaxial), com ligeiro desarranjo dos grãos. Considerando que a temperatura do tratamento T1 (750°C por 2 h/resfriamento no forno) está abaixo da temperatura de transformação de fases (883°C), esta pequena mudança na microestrutura seria justificável.

Quando o titânio puro é tratado com temperaturas abaixo da temperatura de transformação, no campo de fase α , as mudanças ocorridas seriam em consequência do processo de resfriamento empregado, uma vez que a temperatura não provoca transformação da fase α em β ¹³.

Por outro lado, o tratamento T2 (recozimento a 955°C por 1 h/resfriamento no forno + envelhecimento a 620°C por 2 h/resfriamento no forno), foi efetivado com temperatura de recozimento no campo de fase β , que associado ao tratamento de envelhecimento, provocaram mudanças nítidas na microestrutura. Na condição de recozimento aplicada a estrutura é muitas vezes completamente α , mas os limites granulares são irregulares, dando uma estrutura mais resistente que a estrutura equiaxial¹³.

Da análise estatística aplicada, nota-se que as mudanças ocorridas na estrutura do Ti c.p. com os diferentes tratamentos térmicos, não foram suficientes para alterar significativamente os valores de resistência à tração, haja vista que os grupos apresentaram comportamento similar.

Isto está de acordo com relatos da literatura de que o Ti c.p. por possuir uma estrutura do tipo alfa, pode ser aliviado de estresse e recozido, mas alta resistência não pode ser desenvolvida por meio de tratamentos térmicos¹³.

Quanto à liga Ti-6Al-4V o tratamento T2 apresentou média de resistência à tração estatisticamente inferior aos demais grupos, que se mostraram iguais entre si.

A literatura aponta valores máximos de resistência à tração para esse tipo de tratamento, recozimento e envelhecimento. Entretanto, a provável justificativa para os menores valores obtidos no tratamento T2 (recozimento a 955°C por 1 h/resfriamento no forno + envelhecimento a 620°C por 2 h/resfriamento no forno), realizado com temperatura no campo da fase $\alpha + \beta$, seja o método de resfriamento.

Os melhores resultados obtidos com tratamento nessa faixa de temperatura normalmente ocorrem quando se faz uso de resfriamento rápido por imersão em água. Nesta condição, a fase beta presente na temperatura de recozimento pode ser retida ou parcialmente transformada durante o resfriamento pela transformação martensítica ou nucleação e crescimento¹³.

O envelhecimento, normalmente com temperaturas entre 480°C e 650°C, é efetivado para precipitar fase alfa e produzir uma fina mistura de alfa e beta na fase beta retida ou transformada.

O comportamento similar entre os grupos controle e T1 pode ser explicado pela análise da microscopia óptica (Figs. 11B – 11C), que revelou para ambos uma estrutura granular bastante semelhante, em que há uma mistura de grãos α equiaxiais e β intergranulares.

O tratamento T2, por outro lado, apresenta uma estrutura Widmanstätten típica (Fig. 11D), em que dentro de cada grão há placas brancas (fase α) e regiões escuras (fase β).

Se faz mister enfatizar que assim como a temperatura adotada no tratamento, a velocidade de resfriamento das ligas $\alpha + \beta$ também tem um importante efeito na resistência produzida. De acordo com Donachie Jr.¹³, se a velocidade é demasiadamente pequena, pode ocorrer uma apreciável difusão durante o resfriamento, e a decomposição da fase beta alterada durante o envelhecimento não pode resultar num efetivo fortalecimento da estrutura.

Uma vez que o resfriamento rápido considerado ideal ocorre em menos de 1 min.¹³, no presente estudo, o resfriamento realizado no forno sob fluxo de argônio, pode ser considerado como lento, haja vista que levou em torno de 2h30min para alcançar a temperatura ambiente (25°C).

Os menores valores de resistência à tração obtidos no grupo T2 podem ser justificados pelo trabalho de Markovsky²⁸. Duas ligas $\alpha + \beta$ de titânio fundido foram submetidas a tratamento térmico rápido, produzindo melhora nas propriedades de tração e fadiga. Isto pode ter ocorrido pela formação de uma fase β não homogênea a alta temperatura. Por outro lado, no tratamento convencional utilizado como controle, ocorreu a formação de uma fase β homogênea, que após as etapas de

recozimento, as partículas a ocuparam as mesmas posições que ocupavam na estrutura lamelar inicial, podendo ser responsáveis pelos pequenos efeitos nas propriedades mecânicas das ligas fundidas.

No intuito de caracterizar o efeito dos tratamentos térmicos adotados sobre a resistência à tração, as figuras 12 e 13 ilustram a análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) das superfícies de fratura de cada condição do experimento.

No Ti c.p. o grupo controle apresentou fratura dúctil com presença de cavidades com variados tamanhos na superfície. O grupo T1 revelou uma fratura mista, pois além das cavidades características de fratura dúctil, apresenta áreas de estriamento, peculiares às fraturas do tipo frágil. Ao contrário dos grupos anteriores, o T2 não apresentou qualquer característica de ductilidade, sendo evidenciada uma fratura frágil inter-granular.

Quanto à liga Ti-6Al-4V, no grupo controle houve fratura mista com predominância dúctil, cavidades e micro-lacunas, e fratura frágil, áreas de estriamento. O grupo T1 apresentou-se com fratura dúctil com áreas indicando início de estriamento. No grupo T2 à semelhança do grupo T1 do Ti c.p. ocorreu fratura mista, com variadas cavidades e áreas de estriamento, havendo predominância de fratura de frágil.

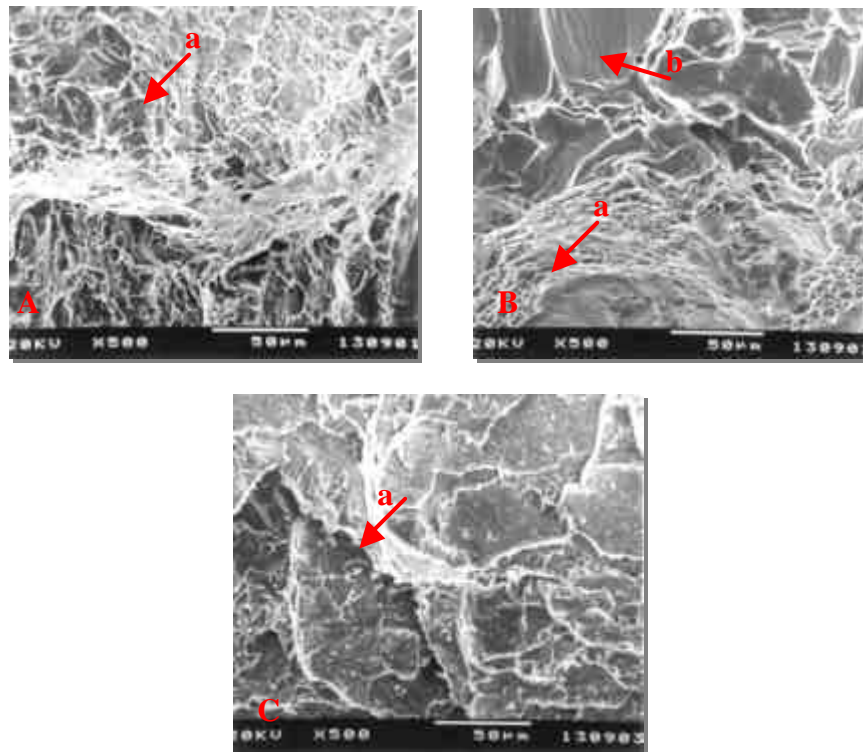


FIGURA 12 – Ti c.p.: (A) controle – (a) cavidades; (B) T1 – (a) cavidades e (b) áreas de estriamento; (C) T2 – (a) fratura inter-granular.

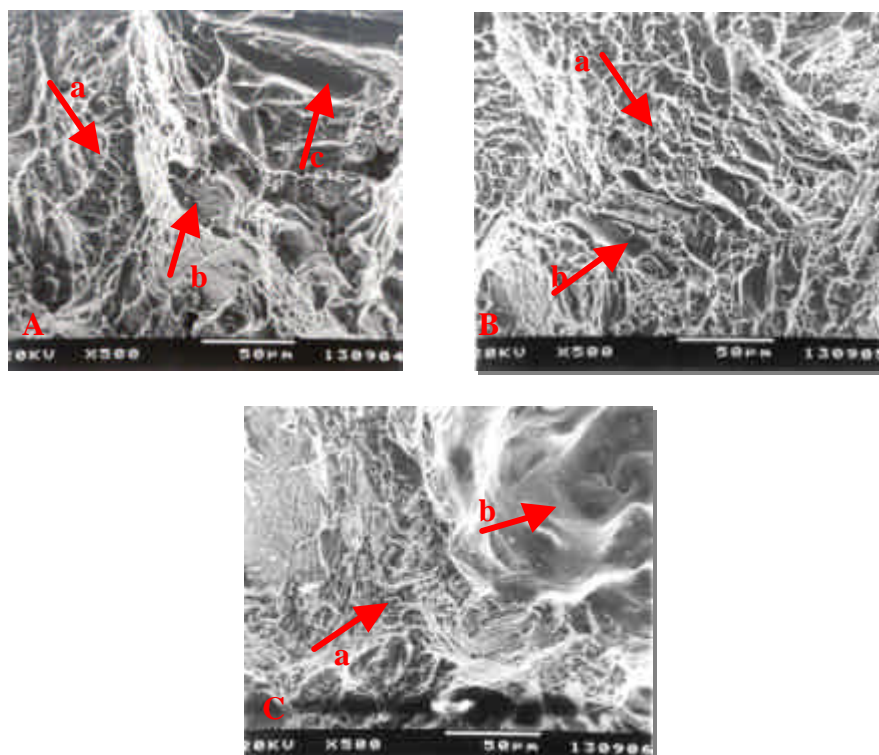


FIGURA 13 – Ti-6Al-4V: (A) controle – (a) cavidades, (b) micro-lacunas e (c) estriamento; (B) T1 - (a) cavidades e (b) estriamento; (C) T2 - (a) cavidades e (b) estriamento.

DUREZA VICKERS

As médias de dureza Vickers do grupo controle, sem tratamento térmico, para ambos os materiais testados, Ti c.p (200,26 VHN) e liga Ti-6Al-4V (340,51 VHN), a exemplo do que ocorreu com a resistência à tração, estão de acordo com os valores reportados pela literatura.

Taira et al.⁴⁶ reportaram valores de dureza Knoop para a liga Ti-6Al-4V e Ti c.p. de 376 e 191 KHN (\cong 340 e 170 VHN), respectivamente, demonstrando a efetividade do uso de fundição com arco argônio/vácuo (Castmatic) para fundição de titânio.

Greener et al.¹⁶ mediram a dureza Knoop do titânio puro e da liga Ti-6Al-4V fundidos, na superfície e 25-50 μ m no interior da massa do metal. Pelos valores obtidos na superfície (350 e 500 KHN / \cong 315 e 450 VHN, respectivamente) e no interior (236 e 426 KHN / \cong 210 e 380 VHN, respectivamente), comparados com a dureza do material de origem (182 e 419 KHN / \cong 165 e 375 VHN, respectivamente), destacaram a ocorrência de pequena absorção de oxigênio durante a fundição e formação de uma α -case (<50 μ m).

Sunnerkrantz et al.⁴³ avaliando a dureza Knoop de coroas de titânio puro (grau 2) fundidas sob diferentes combinações de pressão entre as câmaras de fusão e do molde, revelaram valores que variaram de 210 a 350 KHN (\cong 190 e 315 VHN), enquanto no material de origem a dureza foi de 230 KHN (\cong 205 VHN).

Aplicando as mesmas condições utilizadas no presente estudo, carga de 500 gf por 15 s, Tajima et al.⁴⁸ reportaram média de dureza Vickers na superfície do titânio puro fundido de 240 VHN.

Watanabe et al.⁶⁰ reportaram valores de dureza Vickers para o Ti c.p. (grau 2) que variaram de 178,3 a 209,1 VHN, de acordo com a diferença de pressão entre as câmaras de fusão e do molde: 50, 150, 300, 450 Torr. Sendo o maior valor correspondente à diferença de pressão de 150 Torr.

No estudo de Zinelis et al.⁶³ em que foi avaliado o efeito da pressão de diferentes gases na dureza Vickers do titânio puro fundido, as médias de dureza ficaram compreendidas entre 150 e 210 VHN, sendo inferiores à dureza do material de origem, 230 VHN.

A dureza Vickers do titânio puro (grau 2) e da liga Ti-6Al-4V fundidos foi medida com e sem a camada a-case de aproximadamente 0,25 mm, utilizando como controle as ligas de Co-Cr e de ouro tipo IV. Ohkubo et al.³⁴ encontraram média de dureza para o Ti c.p. e para a liga Ti-6Al-4V sem a-case de 259 e 414 VHN, respectivamente. Quando da presença da a-case remanescente, os valores foram significativamente maiores, 865 e 1303 VHN, respectivamente. Considerando as outras ligas testadas, a ordem decrescente de valores de dureza Vickers foi: Co-Cr > Ti-6Al-4V sem a-case > ouro tipo IV > Ti c.p.

Trillo et al.⁵² reportaram valor de dureza Vickers para a liga Ti-6Al-4V de 306 VHN, quando utilizaram-na como grupo controle na análise de tratamento térmico das ligas Ti-40Ta e Ti-50Ta.

Quanto aos tratamentos térmicos adotados, 750°C por 2 horas (T1) e recozimento a 955°C por 1 hora + envelhecimento a 620°C por 2 horas (T2), ambos apresentaram efeitos significantes nas médias de dureza Vickers tanto para o titânio puro quanto para a liga Ti-6Al-4V.

No Ti c.p. o tratamento T2 produziu valores significativamente superiores (259,90 VHN) aos do tratamento T1 (202,23 VHN) e do grupo controle (200,26 VHN), que não apresentaram diferença entre si.

Já na liga Ti-6Al-4V os três grupos apresentaram diferenças significantes entre si, estando os grupos distribuídos na seguinte ordem: T2 (369,08 VHN), T1 (351,94 VHN) e grupo controle (340,51 VHN).

Fopiano & Hickey Jr.¹⁵, avaliando o tratamento térmico em três ligas de titânio (Ti-6Al-4V, Ti-6Al-6V-2Sn e Ti-8Al-1Mo-1V), por meio da dureza e observações de difração de raios-x e microscopia eletrônica de varredura, relataram que os valores de dureza das ligas estão em função do equilíbrio da quantidade de fases α e β na temperatura de tratamento, da composição destas fases e da decomposição da martensita durante o resfriamento; dureza máxima ocorreu em todas as ligas como resultado do envelhecimento dos espécimes tratados na região $\alpha - \beta$ dada a transformação martensítica de β durante o resfriamento. Já as mudanças observadas na dureza que ocorreram como resultado do envelhecimento dependem do equilíbrio do conteúdo da liga presente nas fases na temperatura de tratamento, primariamente alumínio na fase α e vanádio na fase β .

No estudo de Lasalmonie & Loubradou²⁴ foi observada uma boa relação entre maior dureza e decomposição de β em $\beta + \gamma$. Quando β permaneceu estável no tratamento de têmpera, não foi observado aumento na dureza. Segundo os autores, ficou claro que o envelhecimento endurecedor a 360°C de ligas Ti-6Al-4V, com estrutura $\alpha + \beta$, é conseqüência da precipitação das fases γ e α' dentro dos grãos β .

Segundo Simbi & Scully³⁹ a adição de elementos intersticiais (O, N e C) a aproximadamente 0,4%_m e cerca de 0,2%_m de ferro melhora substancialmente o limite de escoamento, a resistência máxima à tração e em menor grau a dureza do Ti c.p. pelo fortalecimento da solução sólida e refinamento do tamanho dos grãos a sem sacrificar a ductilidade.

Os maiores valores de dureza obtidos neste estudo para o tratamento T2, tanto no Ti c.p. como na liga Ti-6Al-4V, podem ter ocorrido pelas considerações feitas por Fopiano & Hickey Jr.¹⁵, apesar do resfriamento aqui adotado ter sido o lento.

Um aspecto importante que pode ter contribuído para a superioridade das médias de dureza do tratamento térmico enrijecedor de envelhecimento, se refere ao método de resfriamento.

Reportando Anusavice³, o resfriamento lento a partir da temperatura de envelhecimento permite a formação de uma estrutura ordenada, que apresenta à temperatura ambiente maior dureza e resistência, porém menor ductilidade.

Parece clara a relação entre tamanho dos grãos e propriedades mecânicas. O refinamento dos grãos promovido ou pela solidificação rápida⁵⁴, ou pelo efeito da concentração de ferro³⁹, foi responsável pela melhoria nas propriedades mecânicas, incluindo limite de escoamento, resistência à tração e à fadiga, e dureza^{8,12,33,39}.

Zinelis⁶³ reportou considerável aumento no tamanho dos grãos do Ti c.p., provocado pelo processo de fundição, quando comparado com o material de origem, não fundido.

Provavelmente este aumento no tamanho dos grãos possa ter contribuído pelas menores médias de resistência à tração obtidas no presente estudo, quando comparadas com os resultados apresentados por Rocha et al.³⁵, que aplicaram ao Ti c.p. e à liga Ti-6Al-4V usinados as mesmas condições de temperatura.

Nota-se claramente que tanto o Ti c.p. como a liga Ti-6Al-4V, apresentaram comportamentos diferentes de resistência à tração e dureza, frente às mesmas condições de tratamentos térmicos.

Há a tendência de se esperar uma relação direta entre resistência à tração e dureza. Se assim o fosse, os valores de dureza Vickers do Ti c.p., assim como ocorreu com a resistência à tração, não deveriam ter sido influenciados pelos tratamentos térmicos adotados. Porém, de acordo com Felbeck¹⁴ a “correlação” rigorosa entre dureza e resistência à tração ocorre apenas nos aços.

Embora não tenham sido encontradas evidências de relação entre resistência à tração e dureza, observaram-se importantes alterações microestruturais, o que pode indicar a importância da pesquisa de tratamentos térmicos adequados para o titânio, haja vista que possíveis mudanças na microestrutura, podem influenciar diretamente a resistência à fadiga^{8,12,41,42}. Uma vez melhorada esta propriedade, espera-se uma maior longevidade clínica das estruturas de prótese dentária, que são submetidas a constantes ciclos de fadiga no ambiente oral.

Procurando relacionar o comportamento de resistência à tração e dureza ao modo de fratura (Figs. 12 e 13), nota-se no Ti c.p. que o grupo com dureza mais elevada (T2) apresentou fratura do tipo frágil, enquanto nos grupos controle e T1

foi evidenciada fratura dúctil e mista, respectivamente. Se assim o for, espera-se que um material muito duro se torne mais friável, podendo comprometer o desempenho clínico.

Paralelamente, fratura dúctil ou mista, com predominância dúctil, estiveram relacionadas a maiores valores de resistência à tração (Figs.12 A e B, 13 A e B)

Essa relação entre fratura dúctil e resistência à tração está de acordo com o estudo de Sridhar et al.⁴¹, em que obtiveram valores superiores de ductilidade e resistência à tração para uma liga de titânio (IMI) submetida a tratamento com temperatura no campo de fase α - β (975°C por 1 h), comparados com o tratamento realizado no campo de fase β , 1050°C por 1 h.

Em síntese, nota-se uma diversidade de temperaturas, métodos de resfriamento e condições de pressão e controle da atmosfera adotados nos inúmeros tratamentos térmicos empregados em estruturas de titânio, que podem produzir complexa transformação de fases. Isto remete a necessidade de estudos futuros no sentido de desenvolver condições de tratamentos térmicos que promovam efetivas melhoras nas propriedades químicas, físicas, mecânicas e biológicas das estruturas de próteses de titânio fundido.

CONCLUSÃO

7. Conclusão

Dentro dos limites deste estudo, pode-se concluir que:

RESISTÊNCIA À TRACÇÃO

- No Ti c.p. a resistência à tração não foi influenciada pelos tratamentos térmicos adotados, com médias estatisticamente iguais;
- Quanto à liga Ti-6Al-4V, os grupos controle e T1 mostraram-se iguais e estatisticamente superiores ao grupo T2.

DUREZA VICKERS

- No Ti c.p. a dureza do grupo T2 foi estatisticamente superior aos demais, que não apresentaram diferença entre si;
- Na liga Ti-6Al-4V os três grupos revelaram diferença significativa entre si, dispostos na seguinte ordem decrescente: T2 > T1 > controle.

**REFERÊNCIAS
BIBLIOGRÁFICAS**

8. Referências bibliográficas*

1. AFZALI, D.; MARIC, B.; FENTON, A. Titanium RPD clasp performance. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 74, sp. iss., p. 227, Mar. 1995. (Abstract 1723).
2. AHMED, T.; RACK, H. J. Phase transformations during cooling in $\alpha + \beta$ titanium alloys. **Materials Science and Engineering**, Shannon, v. A243, n. 1-2, p. 206-211, 1998.
3. ANUSAVICE, K. J. **Materiais dentários de Phillips**. 10. ed. Rio de Janeiro: Guanabara-Koogan, 1998. 412p.
4. ARANGO, J.; STEIN, R. S.; MILLSTEIN, P. J. Casting and marginal fit of pure titanium castings. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 70, sp. iss., p. 539, Jan. 1991. (Abstract 2187).
5. BAEZ, R., et al. Marginal fit of pure titanium cast crown copings. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 68, sp. iss., p. 269, Jan. 1989. (Abstract 700).
6. BEDER, O. E.; PLOGER, W. J. Intraoral titanium implants. **Oral Surg. Oral Med. Oral Path.**, St. Louis, v. 12, n. 7, p. 787-99, July 1959.

*ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6023**: informação e documentação - referências - elaboração . Rio de Janeiro: ABNT, 2000. 22P.

7. BLACKMAN, R.; TONAKA, T.; BAEZ, R. J. Strength comparisons of cast titanium using three phosphate type investments. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 70, sp. iss., p. 485, Jan. 1991. (Abstract 1756).
8. BOURASSA, P. L.; YUE, S.; BOBYN, J. D. The effect of heat treatment on the fatigue strength of microknurled Ti-6Al-4V. **J. Biomed. Mater. Res.**, New York, v. 37, n. 2, p. 291-300, Nov. 1997.
9. CHAI, T.- I.; STEIN, R. S. Porosity and accuracy of multiple-unit titanium castings. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 73, n. 6, p. 534-541, Jan. 1995.
10. CHAN, D. C. et al. The effects of sprue design on the marginal accuracy of titanium castings. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v. 25, n. 6, p. 424-429, June 1998.
11. CHUNG, H. G.; MORI, T. Investment expansion and accuracy of titanium full crowns. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 72, sp. iss., p. 681, Jan. 1993. (Abstract 128)
12. CRAIG, R. G. et al. Cast and wrought base metal alloys. In: _____. **Restorative dental materials**. 10nd ed. Saint Louis: Mosby, 1997. cap. 15. p. 428-432.
13. DONACHIE Jr., M. J. **Titanium. A technical guide**. Hhio: ASM International, 1988. 233p.
14. FELBECK, D. K. **Introdução aos mecanismos de resistência mecânica**. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 1971. 147p.

15. FOPIANO, P. J.; HICKEY Jr., C. F. Comparison of the heat treatment responses of three commercial titanium alloys. **J. Testing Evaluation**, v. 1, n. 6, p. 514-519, 1973.
16. GREENER, E. H. et al. Properties of centrifugally cast commercial Ti and Ti-6Al-4V. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 65, sp. iss., p. 317, Jan. 1986. (Abstract 1329).
17. HERO, H.; SYVERUD, M.; WAARLI, M. Mold filling and porosity in casting of titanium. **Dent Mater.**, Copenhagen, v. 9, n. 1, p. 15-18, Jan. 1993.
18. HERO, H.; SYVERUD, M.; WAARLI, M. Porosity and mold filling of Ti casting. **J. Mater. Sci. Mater. Med**, Boston, v. 4, p. 296-299, 1993.
19. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 1562. Dental casting gold alloys. 2nd ed. Geneve, 1984. 4p.
20. JANG, K. S.; YOUN, S. J.; KIM, Y. S. Comparison of castability and surface roughness of commercially pure titanium and cobalt-chromium denture frameworks. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 86, n. 1, p. 93-98, July 2001.
21. JONES T. K. et al. Dental implications of nickel hypersensitivity. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 56, n. 4, p. 507-509, Oct. 1986.
22. KERLINS, V.; PHILLIPS, A. Modes of fracture. In: METALS handbook. 9nd ed. ASM International: United States of American, 1992. v. 12, p. 12-71.

23. KURODA, D. et al. Design and mechanical properties of new β type titanium alloys for implant materials. **Materials Science and Engineering**, Shannon, v. A243, n. 1-2, p. 244-249, 1998.
24. LASALMONIE, A.; LOUBRADOU, M. The age hardening effect in Ti-6Al-4V due to α and β precipitation in the β grains. **J. Mater. Science**, v. 14, p. 2589-2595, 1979.
25. LAUTENSCHLAGER, E.; MONAGHAN, P. Titanium and titanium alloys as dental materials. **Int. Dent. J.**, London, v. 43, n. 3, p. 245-253, June 1993.
26. LUCHSINGER, E.; MEYER, J. M.; SUSZ, C. P. Casting of titanium alloys. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 64, sp. iss., p. 352, Jan. 1985. (Abstract 1595).
27. LUTJERING, G. Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α + β) titanium alloys. **Materials Science and Engineering**, Shannon, v. A243, p. 32-45, 1998.
28. MARKOVSKY, P. E. Improvement of structure and mechanical properties of cast titanium alloys using rapid heat treatment. **Materials Science and Engineering**, Shannon, v. A190, p. L9-L12, 1995.
29. MIYAKAWA, T.; TOGAYA, T.; MORI, T. Radiographic evaluation of titanium castings for tensile test. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 72, sp. iss., p. 681, Jan. 1993. (Abstract 127).

30. MUELLER, H. J.; GIUSEPPETTI, A. A.; WATERSTRAT, R. M. Phosphate-bonded investment materials for titanium casting. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 69, sp. iss., p. 367, Feb. 1990. (Abstract 2072).
31. NAKAJIMA, H.; OKABE, T. Titanium en Dentistry: Development and Research in the U.S.A. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v. 15, n. 2, p. 77-90, Dec. 1996.
32. NIINOMI, M. Mechanical properties of biomedical titanium alloys. **Materials Science and Engineering**, Shannon, v. A243, n. 1-2, p. 231-236, 1998.
33. O'BREIN, J. W. Structure and properties of metals and alloys. In: _____. **Dental materials and their selection**. 2nd ed. Carol Stream: Quintessence Books, 1997. chap. 12. p. 175-186.
34. OHKUBO, C. et al. The machinability of cast titanium and Ti-6Al-4V. **Biomaterials**, Guildford, v. 21, n. 4, p. 421-428, Feb. 2000.
35. ROCHA, S. S. et al. Resistência à tração e dureza Vickers de titânio submetido a tratamentos térmicos. **Pesq. Odontol. Bras.**, São Paulo, v. 16, supl., p. 149, 2002. Resumo Pa212.
36. RUPP, N. W. et al. Cast titanium restorations: Clinical observations, **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 66, sp. iss., p. 247, Feb. 1987. (Abstract 1121).

37. SCHMALZ, G.; GARHAMMER, P. Biological interactions of dental cast alloys with oral tissues. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 18, n. 5, p. 396-406, July 2002.
38. SHIMIZU, H. et al. Mold filling of titanium alloys in two different wedge-shaped molds. **Biomaterials**, Guildford, v. 23, n. 11, p. 2275-2281, June 2002.
39. SIMBI, D. J.; SCULLY, J. C. The effect of residual interstitial elements and iron on mechanical properties of commercially pure titanium. **Materials Letters**, Millburn, v. 26, n. 1-2, p. 35-39, Jan. 1996.
40. SOUZA, S. A. **Ensaio mecânicos de materiais metálicos: fundamentos teóricos e práticos**. 5ª ed. São Paulo: Ed. Adgard Blucher Ltda., 1982. 197p.
41. SRIDHAR, G.; KUTUMBARAO, V. V.; SARMA, D. S. The influence of heat treatment on the structure and properties of a near-alpha titanium alloy. **Metallurgical Transactions A**, v. 18A, p. 877-891, May 1987.
42. SUN, Q. Y.; GU, H. C. Tensile and low-cycle fatigue behavior of commercially pure titanium and Ti-5Al-2,5Sn alloy at 293 and 77K. **Materials Science and Engineering**, Shannon, v. A316, n. 1-2, p. 80-86, 2001.

43. SUNNERKRANTZ, P. A.; SYVERUD, M.; HERO, H. Effect of casting atmosphere on the quality of Ti crowns. **Scand. J. Dent. Res.**, Copenhagen, v. 98, n. 3, p. 268-272, June 1990.
44. SYVERUD, M.; HERO, H. Mold filling of Ti casting using investments with different gas permeability. **Dent Mater.**, Copenhagen, v. 11, n. 1, p. 14-18, Jan. 1995.
45. SYVERUD, M.; OKABE, T.; HERO, H. Casting of Ti-6Al-4V alloy compared with pure Ti in an Ar-arc casting machine. **Eur. J. Oral. Sci.**, Cambridge, v. 103, n. 5, p. 327-30, Oct. 1995.
46. TAIRA, M.; MOSER, J. B.; GREENER, E. H. Micro hardness and microstructure of Ti based dental casting alloys. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 64, sp. iss., p. 317, Jan. 1985. (Abstract 1283).
47. TAIRA, M.; MOSER, J. B.; GREENER, E. H. Studies of Ti alloys for dental casting. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 5, n. 1, p. 45-50, Jan. 1989.
48. TAJIMA, K. et al. Efficacy of gas purging for titanium casting. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v. 13, n. 2, p. 206-213, Dec. 1994.
49. TAKAHASHI, J.; ZHANG, J. Z.; OKAZAKI, M. Castability and surface hardness of titanium cast plates obtained from experimental phosphate-bonded silica investment molds. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v. 12, n. 2, p. 238-244, Dec. 1993.

50. TAKAHASHI, J. et al. Effect of casting methods on castability of pure titanium. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v. 12, n. 2, p. 245-252, Dec. 1993.
51. TAMAKI, Y. et al. Titanium casting with newly developed phosphate bonded investments. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 70, sp. iss., p. 485, Jan. 1991. (Abstract 1755).
52. TRILLO, E. A. et al. Evaluation of mechanical and corrosion biocompatibility of TiTa alloys. **J. Mater. Sci. Mater. Med.**, Boston, v. 12, p. 283-292, 2001.
53. VALLITTU, P. K.; KOKKONEN, M. Deflection fatigue of cobalt-chromium, titanium, and gold alloy cast denture clasp. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 74, n. 4, p. 412-419, Oct. 1995.
54. VAN NOORT, R. The structure of metals and alloys. In: _____. **Introduction to dental materials**. Madrid: Mosby, 1994. chap. 4, p. 25-31.
55. WANG, R. R.; BOYLE, A. M. A simple method for inspection of porosity in titanium castings. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 70, n. 3, p. 275-276, Sept. 1993.
56. WANG, R. R.; FENTON, A. Titanium for prosthodontic applications: A review of the literature. **Quintessence Int.**, Illinois, v. 27, n. 6, p. 401-408, June 1996.

57. WATAHA, J. C. Biocompatibility of dental casting alloys: a review. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 83, n. 2, p. 223-234, Fev. 2000.
58. WATANABE, I. et al. Optimizing cast titanium quality through pressure difference. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 75, sp. iss., p. 62, Mar. 1996. (Abstract 359).
59. WATANABE, I. et al. Effect of casting method on castability of titanium and dental alloys. **J. Mater. Sci. Mater. Med.**, Boston, v. 11, p. 547-553, 2000.
60. WATANABE, I. H. et al. Effect of pressure difference on the quality of titanium casting. **J. Dent. Res.**, Washington, DC, v. 76, n. 3, p. 773-779, Mar. 1997.
61. WEISS, I.; SEMIATIN, S. L. Thermomechanical processing of alpha titanium alloys – an overview. **Materials Science and Engineering**, Shannon, v. A263, n. 2, p. 243-256, 1999.
62. ZAVANELLI, R. A. et al. Corrosion-fatigue life of commercially pure titanium and Ti-6Al-4V in different storage. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 84, n. 3, p. 274-279, Sept. 2000.
63. ZINELIS, S. Effect of pressure of helium, argon, krypton, and xenon on the porosity, microstructure, and mechanical properties of commercially pure titanium castings. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 84, n. 5, p. 575-582, Nov. 2000.

ANEXOS

Anexos

TABELA ANEXO A1 – Valores originais de resistência máxima à tração (MPa)

do Ti c.p.

Réplica	Ti c.p. (controle)	Ti c.p. (T1)	Ti c.p. (T2)
1	523,94	552,72	564,32
2	559,69	554,58	551,38
3	549,91	544,99	550,63
4	566,61	517,80	305,40
5	540,78	486,29	601,99
6	504,92	498,47	403,60
7	525,44	545,90	350,19
8	490,21	620,62	455,70
9	525,30	604,14	590,20
10	586,39	582,70	375,13
Média	537,32	550,82	474,85

TABELA ANEXO A2 – Valores originais de resistência máxima à tração (MPa)
da liga Ti-6Al-4V

Réplica	Ti-6Al-4V (controle)	Ti-6Al-4V (T1)	Ti-6Al-4V (T2)
1	877,99	929,49	740,22
2	954,44	947,87	779,75
3	922,98	923,18	673,22
4	923,31	908,29	769,37
5	913,12	898,11	767,96
6	929,96	922,75	737,38
7	885,08	937,75	788,55
8	908,78	948,25	769,36
9	913,42	906,24	791,51
10	935,11	980,96	718,78
Média	916,42	930,29	753,61

TABELA ANEXO B1 – Valores originais de dureza Vickers (VHN) do Ti c.p.

Réplica	Ti c.p. (controle)	Ti c.p. (T1)	Ti c.p. (T2)
1	198,11	201,62	239,93
2	198,23	209,08	253,02
3	204,81	207,86	231,21
4	203,37	212,51	242,37
5	195,17	190,21	257,53
6	195,95	181,82	246,46
7	206,26	204,51	281,47
8	199,78	216,81	298,96
9	191,82	203,71	255,11
10	209,17	194,23	292,96
Média	200,26	202,23	259,90

TABELA ANEXO B2 – Valores originais de dureza Vickers (VHN) da liga

Ti-6Al-4V

Réplica	Ti-6Al-4V (controle)	Ti-6Al-4V (T1)	Ti-6Al-4V (T2)
1	336,12	341,86	373,21
2	349,78	367,25	377,70
3	330,05	359,17	387,35
4	340,77	345,98	381,73
5	338,56	347,03	363,45
6	347,76	351,06	363,20
7	342,97	343,25	366,58
8	344,75	353,85	362,72
9	333,38	357,12	357,45
10	340,97	352,91	357,46
Média	340,51	351,94	369,08

RESUMO

ROCHA, S. S. *Efeito de tratamentos térmicos na resistência à tração e na dureza Vickers do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V obtidos por fundição odontológica*. Araraquara, 2002. 133p. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia, Campus de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”.

RESUMO

O objetivo desta investigação foi determinar se os tratamentos térmicos podem alterar a resistência à tração e a dureza Vickers do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V. Trinta corpos-de-prova na forma de halteres com 3,0 mm no segmento central e 42 mm de comprimento, obtidos por meio de uma matriz de alumínio, foram fundidos no sistema Rematitan. Os corpos-de-prova de Ti c.p. e Ti-6Al-4V foram divididos aleatoriamente em três grupos de 10 cada, e submetidos às seguintes condições de tratamento térmico: (1) controle; (2) T1 – aquecimento a 750°C/2 h; (3) T2 – recozimento a 955°C/1 h e envelhecimento a 620°C/2 h. Ambos, aquecimento e resfriamento, foram realizados em atmosfera controlada de argônio. O ensaio de tração foi efetivado na máquina de testes mecânicos MTS modelo 810 à velocidade de 1,0 mm/min. Após o teste de tração uma das extremidades do corpo-de-prova foi embutida em resina acrílica, regularizada e polida antes da medida da dureza Vickers no durômetro Micromet 2100. As médias de resistência à tração e dureza Vickers foram comparadas estatisticamente usando o teste não-paramétrico de Kluskall-Wallis. Nos grupos de Ti c.p. não foram observadas diferenças significativas na resistência à tração,

entretanto, na dureza Vickers os resultados do grupo T2 foram significativamente maiores que os outros grupos, que se mostraram iguais entre si. Na liga Ti-6Al-4V os grupos controle e T1 revelaram igualdade estatística em relação à resistência à tração, e significativamente superiores ao grupo T2. Quanto à dureza Vickers, diferenças estatisticamente significantes foram observadas entre os três grupos de tratamento térmico: T2>T1>controle. Não foi observada correlação entre as propriedades de resistência à tração e dureza Vickers. Os resultados também demonstraram diferente comportamento mecânico do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V no que diz respeito aos tratamentos térmicos.

Palavras-chave: Ligas dentárias, titânio, tratamento térmico, resistência à tração, dureza.

ABSTRACT

ROCHA, S. S. *Effect of heat treatments in tensile strength and Vickers hardness of CP Ti and Ti-6Al-4V obtained to dental casting*. Araraquara, 2002. 133p.
Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia, Campus de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”.

ABSTRACT

The aim of this investigation was to determine whether heat treatments could change the tensile strength and Vickers hardness of CP Ti and Ti-6Al-4V alloy castings. Thirty dumbbell rods, 3.0 mm in diameter at the central segment and 42 mm in length, obtained from an aluminum matrix, were cast for each metal in the Rematitan system. The specimens of CP Ti and of alloy Ti-6Al-4V, were divided randomly into three groups of ten each; then submitted to the following heat treatments: (1) control group, without heat treatment; (2) T2 – heat at 750°C for 2 h; (3) annealing at 955°C for 1 h and aged at 620°C for 2 h. The heat treatments, as well as the cooling process were conducted in the furnace with argon atmosphere. The tensile strength was measured by means of a universal testing machine, MTS model 810, at a strain of 1.0 mm/min. After the tensile testing the specimens were embedded in acrylic resin, grounded and polished prior to hardness measurements, using the Vickers tester Micromet 2100. The means and standard deviations of tensile strength and Vickers hardness were statistically compared using Kruskal-Wallis non-parametric test at $\alpha=0.05$ significance level. In CP Ti groups, no statistically significant differences in tensile strength were

observed; however, in Vickers hardness the results of group T2 were significantly higher than the other groups, which showed similar mean values among themselves. In Ti-6Al-4V alloy, the control and T1 groups revealed statistically higher tensile strength when compared to T2 group, with no significant difference between control and T1 group. Regarding Vickers hardness, statistically significant differences were observed among the three heat-treatment groups: T2>T1>control. No significant correlation was observed between tensile strength and Vickers hardness properties. The results also demonstrated different mechanical behavior of CP Ti and Ti-6Al-4V as far as heat treatments are concerned.

Keywords: Dental alloys, titanium, thermic treatment, tensile strength, hardness.