FLÁVIA PIRES RODRIGUES

INFLUÊNCIA DA PRESENÇA DE UM FILME FINO DE PLATINA NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO TITÂNIO-CERÂMICA

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica na área de Projetos e Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Aélcio Zangrandi

Co-orientadora: Profa. Dra. Ana Paula Rosifini Alves

Guaratinguetá
2005

unesp

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

"INFLUÊNCIA DA PRESENÇA DE UM FILME FINO DE PLATINA NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO TITÂNIO-CERÂMICA"

FLÁVIA PIRES RODRIGUES

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE "MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA"

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA: PROJETOS E MATERIAIS

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

Prof. Dr. João Andrade de Carvalho Júnior
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. AÉLCIO ZANGRANDI
Orientador / Unesp-Feg

Prof. Dr. SIGMAR DE MELLO RODE
Unesp-SJC

Profª. Drª. CECÍLIA AMÉLIA DE CARVALHO ZAVAGLIA
UNICAMP

Julho de 2005

DADOS CURRICULARES

FLÁVIA PIRES RODRIGUES

NASCIMENTO	10.10.1979 – JACAREÍ / SP
FILIAÇÃO	José Roberto Rodrigues Iracema Elias Pires Rodrigues
1999/2002	Curso de Graduação Curso de Graduação em Odontologia na Faculdade de Odontologia do Campus de São José dos Campos da UNESP
2003/2005	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Mestrado na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da UNESP.

Ao professor Luis Rogério de Oliveira Hein, que, por meio da sua dedicação ao ensino e da sua amizade sincera, foi o grande incentivador para que eu atingisse meus objetivos e buscasse cada vez mais o conhecimento nas áreas de Engenharia Mecânica e de Materiais.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Agradeço aos meus pais *José Roberto Rodrigues* e *Iracema Elias Pires Rodrigues* pelo apoio aos meus estudos e respeito às minhas escolhas.À minha mãe, obrigada por cuidar de mim de um modo tão especial e por me incentivar todos os dias, mesmo quando eu não acreditava mais que meus objetivos pudessem ser alcançados. Ao meu pai, obrigada por acreditar que tudo isso seria possível, pelo apoio financeiro nas horas difíceis e por nunca ter deixado de me incentivar nos estudos e na minha profissão.

às minhas irmãs *Mônica Pires Rodrigues* e *Camila Pires Rodrigues* por estarem sempre ao meu lado apoiando minhas escolhas e acreditando que , com dedicação, podemos tudo. Conseguimos! Em particular, obrigada pela paciência comigo e com meus horários.

aos meus irmãos *Francisco Spinelli Rodrigues* e *Leonardo Spinelli Rodrigues* por sentirem orgulho do que faço e assim torcerem para que eu faça o melhor,sempre.

à *República Xanadu*, de Guaratinguetá, que sempre me acolheu com alegria e amizade. Em especial ao *Antonio Carlos da Silva Filho* que me apoiou e se dedicou em tudo o que fiz e também fez muito para que tudo isso se realizasse da melhor forma possível. Muito obrigada!

Ao grande amigo Daniel César Zeitune Zerbinatti por estar ao meu lado num momento tão importante, não medindo esforços para que este estudo se concretizasse em tempo hábil, sem perder a qualidade que busquei desde o início. Obrigada pela força!

AGRADECIMENTOS

ao meu orientador, *Prof. Dr. Aélcio Zangrandi* pela atenção e esforço para que pudesse sempre me auxiliar.Obrigada pela paciência e por atender às minhas dúvidas freqüentes.

à minha co-orientadora, *Prof. Drª Ana Paula Rosifini Alves* principalmente pela amizade, pelo incentivo diário às minhas escolhas, aos meus estudos, à minha vida pessoal e ao meu desempenho dentro do programa, sempre com alegria e muita, mas muita dedicação mesmo!Agradeço imensamente por tudo o que aprendi desde que a conheci e por muito que ainda sei que irei aprender com sua amizade. Agradeço por este incrível trabalho e pelo auxílio na elaboração desta dissertação.

ao *Prof.Dr. Valdir Alves Guimarães,* obrigada pelo reconhecimento e pela dedicação com que me ensinou muito mais do que imaginei aprender nesse período.

ao *Prof. Angelo Caporalli Filho* por compartilhar de sua alegria sempre me incentivando, principalmente nos momentos que encontrei dificuldades. Obrigada pela confiança em etapas tão importantes da minha vida!

aos demais professores do *Departamento de Tecnologia e Materiais-DMT* com quem tive a oportunidade de dividir esse período de estudo.

aos novos amigos *Prof.Carlos Salles Lambert* e esposa *Emília T. Lambert* e aos amigos *Sebatião José Marassi , José Roberto de Oliveira Bauer e Fernando Claro* pelo interesse na participação deste trabalho.

ao *Prof. Rafael Yagüe Ballester*, da Faculdade de Odontologia de São Paulo-USP, pelo incentivo, amizade e credibilidade e principalmente pelo aprendizado. Obrigada pela atenção e motivação nesta etapa final da minha dissertação.

aos amigos e técnicos da UNITAU *José Arauto Ribeiro* e *Luiz Flávio Martins Pereira* pelo incentivo, amizade e por me auxiliarem a qualquer hora no Laboratório de Ensaios Mecânicos.

a todos aqueles que, direta ou indiretamente, contribuíram para que fossem alcançados os objetivos deste estudo. Obrigada.

Este trabalho contou com apoio da seguinte entidade:

- CAPES – PROGRAMA DE DEMANDA SOCIAL/CAPES.

“Faça as coisas o mais simples que você puder,
porém , não as mais simples” .
Albert Einstein

RODRIGUES, F. P. **Influência da presença de um filme fino de platina na resistência de união titânio-cerâmica**. 2005. 112f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2005.

RESUMO

Problemas com a resistência de união metal-cerâmica têm sido encontrados quando o titânio é utilizado em Odontologia. A proposta deste estudo foi aumentar a resistência na interface titânio-cerâmica pela aplicação de um filme fino de platina na superfície do titânio, por meio da utilização da técnica de deposição por pulverização catódica. Dez padrões (1.0 x 4.0 x 30 mm) foram obtidos por meio de cortes de placas de resina acrílica e incluídos em um revestimento à base de zircônia. As fundições de titânio para preenchimento dos moldes foram realizadas em uma máquina de fundição centrífuga. As amostras foram lixadas até as dimensões finais (0.50 x 3.0 x 30 mm) para a remoção da camada **α-case** e jateadas com pó de alumina (grupo controle) e de dióxido de titânio (grupo experimental). Uma cerâmica de ultrabaixa temperatura de fusão foi aplicada no centro da superfície (8.0 x 1.0 x 3 mm). A resistência de união foi determinada pelo teste de flexão de três pontos em uma máquina universal de ensaios com uma velocidade de 0,5mm/min. As amostras foram analisadas por meio de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura antes e após os ensaios mecânicos. Os resultados revelaram valores maiores de união entre o titânio e a cerâmica quando o filme de platina foi aplicado (25,70 ± 4,54 MPa), mas não houve diferença estatística significante em relação ao grupo controle (24,32 ± 3,11 MPa), o que indica que o primeiro grupo também possui uma resistência de união suficiente para uso clínico.

PALAVRAS-CHAVE: Titânio, metal-cerâmica, pulverização catódica, resistência de união, filme fino.

RODRIGUES, F.P. **Influence of a platinum thin film in titanium-ceramic bond strength.** 2005. 112f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2005.

ABSTRACT

Problems with metal-ceramic bond strength have been encountered when titanium is used in prosthetic dentistry. The purpose of this study was increase the bond strength of titanium-ceramic interface applying a platinum film on the titanium surface using DC-sputtering deposition technique. Ten 1.0 x 4.0 x 30 mm patterns were cut from sheet of acrylic resin and invested in a zirconia-based investment material. Titanium castings were made using a centrifugal casting machine. Specimens were grinded to final dimensions (0.50 x 3.0 x 30 mm) to remove the α-case layer and blasted with alumina (control group) and titanium dioxide (experimental group) powders. An ultra low-fusing dental ceramic was applied to the center of the surface (8.0 x 1.0 x 3 mm). The bond strength was determined by three-point bending test. at a universal testing machine with a loading rate of 0,5mm/min.The samples were analyzed using Optical Microscopy and Scanning Electron Microscopy before and after the mechanical testing.The results showed greater values of adherence between titanium and ceramic when the platinum film was applied (25,70 ± 4,54 MPa), but there were no statistic differences to those of the controls (24,32 ± 3,11 MPa) that indicates that the first one has also sufficient bond strength for clinical use.

KEYWORDS: Titanium, metal-ceramic, d.c. sputtering, bond strength, thin film.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1.1- Seqüência clínica de uma prótese fixa em estrutura de ouro. (a) **coping** metálico no modelo de gesso (fase laboratorial); (b) **coping** metálico sendo provado em boca para ajustes; (c) aspecto final da prótese no paciente..... 21

FIGURA 1.2 - Estrutura em ouro de uma coroa metal-cerâmica..... 21

FIGURA 1.3 Estrutura metálica em titânio CP para prótese fixa..... 23

FIGURA 1.4 Prótese fixa em sistema titânio-cerâmica 23

FIGURA 3.1 Montagem e fixação do padrão de cera e placas de acrílico..... 41

FIGURA 3.2 Espatulador a vácuo Whipmix®..... 42

FIGURA 3.3 Inclusão do padrão de fundição em revestimento à base de zircônia..... 43

FIGURA 3.4 Inferior do anel de fundição após a retirada da base formadora do cadinho..... 43

FIGURA 3.5 Aquecimento do anel para a queima do revestimento..... 44

FIGURA 3.6 Máquina de fundição por centrifugação..... 44

FIGURA 3.7 Presença de revestimento aderido ao padrão fundido..... 45

FIGURA 3.8 Separação entre as amostras e o conduto de alimentação do padrão fundido através de cortes transversais com disco diamantado.(a) vista lateral e (b) vista frontal..... 46

FIGURA 3.9 Detalhe de uma das amostras, após os cortes do padrão fundido. 46

FIGURA 3.10 Conduto de alimentação cortado (a) e das camadas de óxido aderidas ao revestimento (b)..... 47

FIGURA 3.11 Lixadeira metalográfica utilizada para o acabamento das amostras..... 47

FIGURA 3.12 Placas do grupo controle após lixamento..... 48

FIGURA 3.13 Dimensões finais (mm) das amostras atingidas após o lixamento 48

FIGURA 3.14 Radiografias das amostras a serem ensaiadas.(a) tratamento de superfície convencional e (b) filme de platina depositado por pulverização catódica..... 49

FIGURA 3.15 Detalhe da presença de porosidades obtida em exame radiográfico de uma das amostras do estudo piloto desta pesquisa..... 50
FIGURA 3.16 Equipamento utilizado para o jateamento..... 51
FIGURA 3.17 Limpeza das peças com vapor após jateamento..... 50
FIGURA 3.18 Amostras posicionadas no porta-substrato..... 52
FIGURA 3.19 Amostras posicionadas no equipamento para deposição de filmes finos por pulverização catódica (d.c. sputtering)..... 53
FIGURA 3.20 Detalhe da distância entre a amostra e o alvo (platina)..... 54
FIGURA 3.21 Deposição do filme de platina: (a) vista frontal e (b) vista inferior evidenciando a região do alvo (platina)..... 54
FIGURA 3.22 Proteção e armazenamento das amostras após a deposição..... 55
FIGURA 3.23 Dispositivo utilizado para a aplicação da cerâmica..... 55
FIGURA 3.24 Cerâmica odontológica Triceram® (Dentaurum, Alemanha)..... 56
FIGURA 3.25 Forno utilizado para aplicação da cerâmica..... 57
FIGURA 3.26 Detalhe da aplicação da camada de dentina..... 58
FIGURA 3.27 Corpos-de-prova para o ensaio de flexão de três pontos..... 58
FIGURA 3.28 Representação esquemática do corpo-de-prova (a) e do teste de flexão de três pontos (b)..... 59
FIGURA 3.29 Dispositivo utilizado para os ensaios de flexão de três pontos..... 60
FIGURA 3.30 Detalhe do corpo-de-prova a ser submetido ao ensaio de flexão de três pontos..... 60
FIGURA 3.31 Microscópio óptico invertido, metalográfico..... 62
FIGURA 3.32 Microscópio eletrônico de varredura utilizado para análise da interface metal-cerâmica..... 62
FIGURA 4.1 Deslocamento da cerâmica durante a realização do ensaio..... 63
FIGURA 4.2 Amostra na qual houve a separação da cerâmica em relação ao metal (a) vista inferior da cerâmica e (b) vista superior da cerâmica..... 64
FIGURA 4.3 Superfície depositada com filme de platina antes do ensaio (33,33MPa)..... 67
FIGURA 4.4 Superfície depositada com filme de platina após o ensaio

(33,33MPa)..... 67
FIGURA 4.5 Cerâmica na superfície depositada com filme após o ensaio (55,55MPa)..... 68
FIGURA 4.6 Microscopia Eletrônica de Varredura da interface titânio-cerâmica de uma amostra do grupo controle (30,67MPa)..... 69
FIGURA 4.7 Microscopia Eletrônica de Varredura da interface titânio-cerâmica de uma amostra do grupo experimental (33,33MPa).... 70
FIGURA 4.8 EDS da região interfacial da amostra do grupo experimental (33,33MPa)..... 70
FIGURA 4.9 MEV da interface titânio-filme de platina..... 71
FIGURA 4.10 EDS da interface titânio-filme de platina..... 72
FIGURA 4.11 MEV da região do descolamento da cerâmica de uma amostra do grupo experimental (55,55MPa)..... 73
FIGURA 4.12 MEV do corpo-de-prova do grupo controle (30,67MPa)..... 74
FIGURA 4.13 MEV da região do descolamento da cerâmica de uma amostra do grupo controle (30,67MPa)..... 74
FIGURA 4.14 EDS da região “clara” do descolamento da cerâmica de uma amostra do grupo controle (30,67MPa)..... 75
FIGURA 4.15 EDS da região “escura” da amostra do grupo controle (30,67MPa)..... 75
FIGURA 4.16 MEV do corpo-de-prova do grupo controle (17,33MPa)..... 76
FIGURA 4.17 MEV da região do descolamento da cerâmica de uma amostra do grupo controle (17,33MPa)..... 77
FIGURA 4.18 EDS da região “clara” da amostra do grupo controle (17,33MPa)..... 77
FIGURA 4.19 EDS da região “escura” da amostra do grupo controle (17,33MPa)..... 78
FIGURA 4.20 EDS específico de uma porção da região “escura”..... 78
FIGURA 4.21 MEV do corpo-de-prova do grupo experimental (33,33MPa)..... 79
FIGURA 4.22 MEV da região do descolamento da cerâmica de uma amostra do grupo experimental (33,33MPa)..... 80
FIGURA 4.23 EDS da região “clara” da amostra do grupo experimental

(33,33MPa)..... 81
FIGURA 4.24 EDS da região “escura” da amostra do grupo experimental (33,33MPa)..... 81
FIGURA 4.25 MEV do corpo-de-prova do grupo experimental (16,89MPa)..... 82
FIGURA 4.26 MEV da região do descolamento da cerâmica de uma amostra do grupo experimental (16,89MPa)..... 83
FIGURA 4.27 EDS da região “clara” da amostra do grupo experimental (16,89MPa)..... 84
FIGURA 4.28 EDS da região “escura” da amostra do grupo experimental (16,89MPa)..... 84
FIGURA 4.29 MEV da topografia de uma das mostras do grupo controle (17,33MPa)..... 85
FIGURA 4.30 MEV da topografia de uma das mostras do grupo experimental (33,33MPa) 86
FIGURA A.1 Amostras do grupo experimental e lâmina-controle da deposição..... 106

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 – Resultados obtidos após o ensaio de flexão de três pontos 65

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CP	-	Comercialmente Puro
D.C	-	Diode Cathode
ISO	-	International Organization for Standardization
DIN	-	Deutsches Institut für Normung e. V
r.f	-	Radio-frequency
USP	-	Universidade de São Paulo
UNICAMP	-	Universidade Estadual de Campinas
UNESP	-	Universidade Estadual Paulista
UNITAU	-	Universidade de Taubaté
FAENQUIL	-	Faculdade de Engenharia Química de Lorena
MEV	-	Microscopia Eletrônica de Varredura
EDS	-	Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X

LISTA DE SÍMBOLOS

l	comprimento	*mm*
b	largura	*mm*
h	altura	*mm*
σ	resistência de união	*MPa*
F	carga	*N ou kgf*
$Y_{máx}$	limite de manutenção dos dados	-
s	desvio-padrão	-
$\bar{y}$	média	-
D_{ro}	razão do padrão constante com o número de amostras	-

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

LISTA DE SÍMBOLOS

1 INTRODUÇÃO 20

1.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS..... 20
1.2 JUSTIFICATIVA DO TRABALHO..... 25
1.3 OBJETIVOS..... 26

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 27

2.1 METAIS E LIGAS PARA RESTAURAÇÃO METAL-CERÂNICA....28
2.2 AVALIAÇÃO DA UNIÃO METAL-CERÂMICA..... 29
2.3 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE DO SUBSTRATO METÁLICO...36

3 MATERIAIS E MÉTODOS .41

3.1 PREPARAÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA .41

3.1.1 Montagem dos padrões para fundição das amostras .41

3.1.2 Inclusão e queima dos padrões para fundição..... 42

3.1.3 Fundição por cera perdida.....44

3.1.4 Lixamento das amostras 45

3.1.5 Exame radiográfico para a detecção de porosidades.....49

3.1.6 Tratamento de superfície.....50

3.1.7 Aplicação da cerâmica odontológica nos dois grupos de amostras **55**

3.2 ENSAIO DE FLEXÃO DE TRÊS PONTOS.....59

3.3 MICROSCOPIA ÓPTICA.....60

3.4. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....62

4 RESULTADOS .63

4.1 ENSAIO DE FLEXÃO DE TRÊS PONTOS .63

4.2 ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DAS AMOSTRAS ANTES E APÓS A REALIZAÇÃO DO ENSAIO..... 66

4.2.1. Microscopia Óptica.....66

4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura ..68

5 DISCUSSÃO ..87

6 CONCLUSÃO ..97

REFERÊNCIAS.....99

APÊNDICE A – Controle da deposição dos filmes finos de platina 106

ANEXO A – Mapeamento por Raios-X da interface titânio-filme de platina...107

Glossário.....108

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Restaurações em sistemas metal-cerâmica são utilizadas em Odontologia há aproximadamente quarenta anos**,** para atender pacientes com necessidade de reabilitação em Prótese Fixa (como coroas, próteses parciais**,** etc.) A viabilidade dessas restaurações é, até hoje, atribuída à combinação das propriedades mecânicas das ligas metálicas com as propriedades estéticas da cerâmica (FISCHER 2000, GALIATSATOS, 2005).

No desenvolvimento das cerâmicas para esse tipo de aplicação, aquelas que apresentavam coeficientes de expansão térmica semelhantes ao das ligas metálicas foram conseguidas pela adição de óxidos de sódio e potássio. Essas cerâmicas passaram a apresentar elevada resistência à compressão, porém**,** propriedades mecânicas como resistência à tração, até hoje, ainda se apresentam como um problema associado ao risco de fratura frágil.

Atualmente, estudos voltados para sistemas metal-cerâmica concentram-se nas propriedades dos óxidos formados e tratamentos de superfície da estrutura metálica**,** com a finalidade de aumentar a resistência de união entre esses dois materiais.

Problemas associados às diferenças entre os valores dos coeficientes de expansão térmica do metal e da cerâmica tais como a presença de tensões residuais e baixo molhamento, são os maiores responsáveis pela falha na união dos sistemas metal-cerâmica. Para tanto, melhorias nas propriedades físicas e na composição das ligas, assim como das cerâmicas e dos revestimentos**,** para obtenção de restaurações em metal-cerâmica satisfatórias, além das técnicas para avaliação desses materiais têm sido amplamente estudados (HAMMAD; TALIC, 1996; ATSÜ; BERKSUN,

2000, CAI et al. 2001, ALBAKRY; GUAZZATO, 2003, SUANSWAN; SWAIN, 2003).

A resistência de união entre a cerâmica e o metal é, sem dúvida, o requisito mais importante para a longevidade desse tipo de restauração. Métodos que produzam uma união química e um embricamento mecânico fortes ainda não foram desenvolvidos, apesar de ser reconhecida a contribuição da formação de óxidos na superfície da liga durante o molhamento pela cerâmica e durante a queima da mesma**,** como agentes que favorecem uma união mais forte (CRAIG, 1999).

A primeira liga utilizada para sistemas em metal-cerâmica foi uma liga em ouro (Figuras 1.1 e 1.2)**,** com adições de platina e paládio. Porém, devido à baixa dureza apresentada, metais como o índio e o estanho foram adicionados, o que levou também a um aumento no coeficiente de expansão térmica, resultando em uma liga com boa capacidade de adesão por meio da formação de óxidos (FISCHER, 2000)..

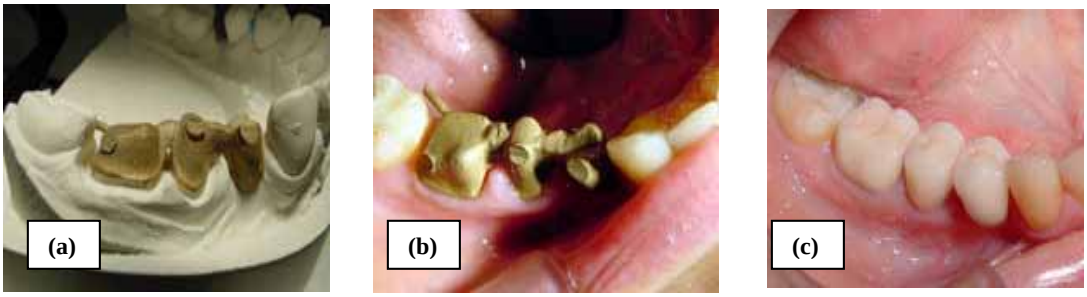


Figura 1.1 – Seqüência clínica de uma prótese fixa em estrutura de ouro. (a) **coping** metálico no modelo de gesso (fase laboratorial); (b) **coping** metálico sendo provado em boca para ajustes; (c) aspecto final da prótese no paciente.

Figura 1.2 – Estrutura em ouro de uma coroa metal-cerâmica

Com o passar dos anos, a substituição das ligas de ouro e platina passou a ocorrer com freqüência, devido ao custo dessas ligas, muitas vezes não compatível com a situação econômica do paciente e também do cirurgião-dentista. Em 1978, ligas Ni-Cr e Co-Cr eram introduzidas para utilização em metal-cerâmica e, apesar das últimas já serem utilizadas desde a década de trinta em próteses parciais removíveis, as ligas de Ni-Cr apresentavam preferência, mesmo sabendo que havia tanto na liga Ni-Cr-Be quanto na Ni-Cr, um potencial citotóxico anteriormente relatado.

No caso das ligas a base de paládio, apesar de apresentarem baixo custo e terem sido utilizadas por muitos anos sem qualquer problema, foi relatado que podem apresentar baixa biocompatibilidade, principalmente, em pacientes que já têm alergia ao níquel, o que vem sendo bastante relatado nessas últimas décadas (BEZZON, 1993; YILMAZ;DINÇER, 1999, GARAU et al., 2005).

Desde então, pesquisas mais intensivas, não somente voltadas aos testes de biocompatibilidade, mas também com o intuito de desenvolver novas ligas, se fizeram necessárias. Inúmeras investigações de ligas metálicas alternativas sucedâneas das ligas clássicas, a base de ouro e platina, têm sido realizadas até os dias atuais com o objetivo de melhorar a qualidade de vida da população, completa ou parcialmente edêntula (BEZZON et al., 2001, MEIRA; ARGENTA; CAMPOS JÚNIOR, 2001; KOBAYASHI et al., 1998).

Desde a década de oitenta, o titânio é pesquisado como um metal alternativo ideal para uso em prótese metal-cerâmica destinada a pacientes alérgicos a outros metais (GARAU et al., 2005) e, principalmente, devido à sua excelente resistência à corrosão e biocompatibilidade, além de outras características favoráveis exigidas para aplicação em Odontologia, tais como: baixa densidade e baixa condutividade térmica, quando comparado às ligas nobres como as de ouro e platina (WATANABE et al., 2002; WANG; FENTON, 1996).

As figuras 1.3 e 1.4 ilustram uma estrutura metálica em titânio para prótese fixa e uma prótese fixa preparada com o sistema titânio-cerâmica, respectivamente.

Figura 1.3 – Estrutura metálica em titânio CP para prótese fixa

Figura 1.4 – Prótese fixa em sistema titânio-cerâmica

Apesar das inúmeras vantagens apresentadas pelo titânio, suas desvantagens também surgiram como foco de preocupação**,** com respeito ao seu uso em prótese para reabilitação em metal-cerâmica. Além de possuir um elevado ponto de fusão (1650ºC), o titânio apresenta reatividade química com gases como oxigênio, nitrogênio e hidrogênio em temperaturas elevadas**,** resultando na absorção desses gases dentro dos

sítios intersticiais da sua rede cristalina (CAI et al., 2001) e na formação de uma camada reativa de óxido denominada **α-case.**

A formação desta camada de óxido torna-se o principal obstáculo para uma forte adesão do metal com as cerâmicas odontológicas disponíveis no mercado. Uma fraca adesão entre o metal e a cerâmica ocorre devido à oxidação do titânio durante a queima da porcelana e a presença da camada de óxido não-aderente, denominada "α-case"**,** na qual estão presentes os elementos Si, P, O e C homogeneamente distribuídos, provenientes do revestimento (KALIL, 2003, ZINELIS, 2000, SEAGLE; GIANGIORDANO, 1999, MITCHELL, 1998). A remoção desta camada anteriormente à aplicação da cerâmica faz-se necessária (KALIL, 2003).

Na tentativa de contornar os obstáculos relacionados ao processamento do titânio comercialmente puro, pesquisadores recorrem à busca de ligas de titânio**,** que possam suprir as suas deficiências (HERO; AUSTRHEIM, 1987, WATANABE, 2003). No entanto, estudos realizados com ligas de titânio de alta resistência do tipo Ti6Al4V, a liga de titânio mais utilizada em Odontologia, relatam que a possível liberação de elementos como o vanádio (V) e o alumínio (Al) está associada com distúrbios neurológicos (LIN; CHERN LIN; JU, 2002), Doença de Alzheimer (KOBAYASHI et al., 1998) e demais reações de sensibilidade (CHUNG et al., 2002).

Dessa forma, a melhoria do processo de fundição do titânio comercialmente puro (Ti CP) e o estudo de novas ligas a base de titânio, livres de elementos que possam trazer algum problema de saúde ao paciente, podem eventualmente levar a minimização dos problemas apresentados.

Em meio a tantas dificuldades com relação ao uso odontológico do titânio CP, devido a sua alta reatividade, mas estando diante de um material com reconhecidas propriedades mecânicas, processos de tratamentos de superfície tais como: jateamento com óxidos, tratamentos com ácidos e tratamentos a plasma como implantação iônica, pulverização catódica, entre outros, são propostos na literatura para controlar a alta natureza oxidativa

deste metal, postulada como sendo a causa de sua fraca adesão à cerâmica odontológica (CRAIG, 1999).

A deposição de uma camada intermediária de um metal ou composto na superfície do metal previamente à aplicação da porcelana visando promover uma melhor resistência de união, tem recebido atenção considerável de vários pesquisadores (YANAGIDA et al., 2002; CHUNG et al., 2002), embora poucos estudos tenham apresentado resultados favoráveis.

O aprimoramento das técnicas que envolvem esses processos de tratamentos para modificação da superfície metálica (substrato do sistema metal-cerâmica) é necessário para a melhoria dos serviços oferecidos pelos laboratórios de prótese dentária e, conseqüentemente, para o sucesso clínico dessas reabilitações.

1.2 JUSTIFICATIVA DO TRABALHO

As ligas metálicas e as cerâmicas utilizadas na confecção de restaurações odontológicas, que constituem um sistema metal-cerâmica, devem possuir um grande número de requisitos específicos para que seja evitada a fratura desses materiais. A superfície oxidada do metal, por exemplo, é reconhecida como sendo a grande responsável pelo sucesso deste sistema, desde que essa camada não seja espessa e não contenha a camada **α-case**.

No entanto, embora a união química seja abordada por muitos autores como sendo a responsável pela aderência metal-cerâmica, existem evidências**,** que apontam também para o embricamento mecânico e para os tratamentos de recobrimentos superficiais**,** como possíveis responsáveis pela melhoria da adesão nesses sistemas. Na verdade, há uma inter-relação entre esses fatores influenciando a união metal-cerâmica.

Com a finalidade de melhorar a resistência de união entre o titânio e a cerâmica odontológica, este estudo propõe o aprimoramento das técnicas laboratoriais utilizadas para a confecção de reabilitações odontológicas

neste sistema, por meio da deposição de uma pequena camada intermediária (filme fino de platina) pelo método da pulverização catódica, também denominada de d.c **sputtering**, no substrato de titânio comercialmente puro (grau 1).

1.3 OBJETIVOS

Os objetivos deste trabalho foram:

- Avaliar a influência da deposição de um filme fino de platina na superfície do titânio comercialmente puro na resistência de união titânio-cerâmica por meio do teste de flexão de três pontos, tendo como grupo controle um sistema de titânio comercialmente puro e uma cerâmica de ultrabaixa fusão com tratamento de superfície convencional;
- Analisar e comparar os resultados da resistência da união, obtidos nos ensaios de flexão de três pontos, que mede a resistência de união na interface desses materiais, para as duas situações estudadas e, com o valor estabelecido pela norma ISO 9693(apud YODA et al., 2001);
- Utilizar as técnicas de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura para esclarecer detalhes envolvidos na fratura da união, que possam eventualmente explicar o comportamento dos resultados.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Qualidades estéticas apresentadas anteriormente apenas pelas restaurações em cerâmica pura e propriedades como elevada dureza, resistência à compressão e excelente biocompatibilidade puderam, aos poucos, ser combinadas com a resistência e a tenacidade dos metais produzindo próteses em sistema metal-cerâmica que possuam uma aparência natural e desempenho clínico satisfatório, ainda que fossem reconhecidas falhas em seu desempenho em longo prazo.

O sistema metal-cerâmica em Odontologia consiste numa estrutura metálica denominada **coping** e da cerâmica odontológica sobre ela aplicada. A adesão entre esses materiais é possível devido à aplicação de um adesivo (**bonder**) entre esses dois materiais, necessária para todos os sistemas metal-cerâmica para controle da camada de óxido. Clinicamente são restaurações cuja confecção é realizada em laboratório protético (por isso também denominadas de restaurações indiretas).

Nesse sistema, a cerâmica odontológica deve fundir sem causar a deformação do **coping,** durante o resfriamento, a cerâmica e o metal devem contrair concomitantemente, ou seja, a cerâmica não deverá trincar ou se soltar do metal. Quando essas condições são atingidas, restaurações fortes com excelentes propriedades são produzidas.

Devido à grande popularidade dessas restaurações tanto na área clínica como na científica, pesquisadores puderam enumerar alguns requisitos para que fossem evitadas falhas nessas restaurações. Ozcan (2003) realizou um estudo buscando as possíveis razões para fraturas em restaurações metal-cerâmica concentrando-se tanto em dados laboratoriais como clínicos. A autora verificou que a fratura desse tipo de reabilitação pode estar associada a erros clínicos e laboratoriais relacionados à estrutura inerente das cerâmicas, ou simplesmente ao trauma mecânico associado, por exemplo, a um contato prematuro entre os dentes.

Vários são os fatores que controlam a união metal-cerâmica: a formação de uma união química forte, uma adesão mecânica entre dois materiais e as tensões residuais. Porém sabe-se atualmente que há uma grande dificuldade de se obter uma interface uniforme sem lacunas. Segundo Craig (1999), a união metal-cerâmica foi e ainda é considerada o fator responsável pelo sucesso desse tipo de reabilitação. A autora ainda afirma que há uma interface entre o metal e a cerâmica com várias ligações químicas fortes que mantêm os dois materiais unidos.

Fischer (2002) destaca em um de seus estudos sobre o sistema metal-cerâmica, que a adesão da cerâmica a uma liga é atribuída à força de van der Waals, intertravamento mecânico entre os dois materiais envolvidos e adesão química entre a cerâmica e uma camada de óxido, resultante do processo de queima na superfície do metal. Por isso, faz-se necessária muita cautela na escolha do metal ou liga metálica a serem utilizados, assim como da cerâmica odontológica.

2.1 METAIS E LIGAS PARA RESTAURAÇÕES EM METAL-CERÂMICA

Mc Lean (1983) sugeriu alguns parâmetros que devem ser considerados na escolha de uma liga utilizada na confecção de restaurações metal-cerâmica: ausência de deformação plástica (evitando a fratura da porcelana); elevado módulo de elasticidade, suficiente para permitir a confecção de infra-estruturas com espessura fina, com alta resistência; elevada resiliência; resistência à fadiga; excelente biocompatibilidade e ainda boa compatibilidade térmica com a porcelana.

O alto custo das ligas de ouro estimulou a pesquisa por ligas odontológicas alternativas. Essas ligas alternativas, no entanto, podem ser consideradas viáveis apenas se seu uso for seguro para dentistas, técnicos de laboratório protético e também para os pacientes. A segurança deve estar associada com qualidades que garantam a longevidade dos tratamentos desenvolvidos, assim como sua biocompatibilidade. Não há dúvida de que

as ligas de ouro são as mais biocompatíveis, no entanto, a prática clínica revela o aumento do uso de ligas alternativas para restaurações metal-cerâmica (BEZZON et al., 2001).

O titânio comercialmente puro (Ti CP) conquistou boa popularidade, devido a sua excelente biocompatibilidade como metal odontológico, sendo apropriado para aplicações em Prótese Fixa. Segundo Wang e Fenton (1996), há um grande avanço nos estudos envolvendo o uso do titânio como um substituto econômico e biocompatível para as ligas existentes para próteses fixas e removíveis. No entanto, é considerado um dos mais difíceis metais para processamento, principalmente, devido a sua elevada temperatura de fusão (1670ºC±5ºC) e reatividade química a altas temperaturas. Uma das maneiras de se contornar esses inconvenientes consiste na adição de outros elementos de liga ao titânio. (KIKUCHI et al., 2003).

Seagle et al. (1999) realizaram um estudo sobre o processamento do titânio. De acordo com os autores, várias características particulares ao titânio devem ser consideradas, quando analisamos os processos termomecânicos, tais como: rápida perda de calor, formação de porosidades, elevada resistência mecânica e taxa de oxidação. Segundo os autores, diversos processos têm sido desenvolvidos para minimizar esses efeitos.

De acordo com Bauer et al. (2002), de 1984 a 1996, as pesquisas apresentadas em congressos americanos relacionados com o titânio e seu processamento aumentaram, com o objetivo de aprimorar o processo de fundição do titânio, buscando transformar o material em uma alternativa vantajosa em relação às ligas convencionais.

2.2 AVALIAÇÃO DA UNIÃO METAL-CERÂMICA

Diversos aspectos das coroas metal-cerâmicas como resistência de união, expansão térmica, adaptação à estrutura dental, entre outras propriedades, foram analisados por Yamamoto (1985). Segundo o autor, na

década de oitenta, 7% das restaurações em metal-cerâmica falhavam devido à estrutura metálica, falha da cerâmica e também devido ao surgimento de trincas. A fratura da cerâmica odontológica ocorrerá se existir a deformação do metal. O autor ainda destaca o fato de que a tensão que afeta uma restauração metal-cerâmica na boca é muito pequena (26kgf a 48 kgf quando os dentes anteriores estão em função), sendo assim, a cerâmica nunca iria fraturar-se se a estrutura metálica apresentasse resistência mecânica suficiente.

Albakry et al. (2003) observaram que o aumento da aceitação de todas as restaurações cerâmicas, tanto pelos dentistas quanto pelos pacientes, é baseada nas propriedades únicas desses materiais, incluindo biocompatibilidade e estética. No entanto, a falha mecânica freqüentemente ocorre nesses materiais devido à sua incapacidade de acomodar tensões resultantes da deformação plástica.

Em um estudo sobre a evolução das cerâmicas odontológicas no século XX, Mc Lean (2001) afirma que para alcançar uma forte adesão ao metal, certas condições precisam ser consideradas, principalmente o "molhamento" do metal pelo material cerâmico e o valor das tensões resultantes da expansão térmica e da contração do metal, que não deverão exceder a resistência à tração das cerâmicas. Neste trabalho, o autor ainda ressalta que a cerâmica odontológica a que o mesmo denomina "porcelana dental" irá aderir a qualquer metal limpo e livre de gás e que, apesar da presença de óxido na superfície do metal ser importante para o processo de adesão, seu excesso pode resultar em uma adesão fraca, como muitas vezes ocorre em peças nas quais ligas de Ni-Cr são utilizadas.

De acordo com Wang e Fenton (1999), resultados em longo prazo sobre o titânio e sua adesão à porcelana têm que ser avaliados antes desse metal ser usado rotineiramente na clínica odontológica.

Inúmeros testes têm sido utilizados e estudados para determinar a resistência de união dos sistemas metal-cerâmica entre eles basicamente encontram-se os teste de cisalhamento e flexão.

De acordo com Ban e Anusavice (1990), a principal vantagem do teste de flexão para análise de fratura em materiais frágeis é que o estado puro de tensões pode ser estabelecido em um lado da amostra. Os testes de flexão de três e quatro pontos também são utilizados para avaliar a resistência de materiais frágeis e estruturas metal-cerâmica. Esses métodos foram inicialmente desenvolvidos para materiais de engenharia que são freqüentemente associados com amostras relativamente grandes. Para materiais odontológicos frágeis, a construção de tais amostras não é conveniente, pois freqüentemente, a quantidade disponível de material odontológico é pequena para preparar um número suficiente de amostras para obtenção de dados estatísticos significativos. Devido ao elevado módulo de elasticidade e dureza, típicos dos materiais frágeis, qualquer contato imperfeito entre a ferramenta e a amostra ensaiada pode levar a um substancial desvio da simetria radial no campo de tensões e conseqüentemente, a erros na obtenção dos resultados.

Segundo Hammad e Talic (1996), a validade dos testes de flexão para avaliação da resistência de união metal-cerâmica de diferentes ligas tem sido questionada, pois a trinca da cerâmica depende do módulo de elasticidade do metal testado. Uma liga com um elevado módulo de elasticidade deveria resistir à flexão criando uma forte adesão. No entanto, pode existir uma ambigüidade, pois não se sabe se a característica testada, na verdade, foi a adesão ou o módulo de elasticidade do metal.

Para Albakry et al. (2003) a existência de microtrincas, que crescem inerentemente durante os processos térmico e químico, pode influenciar significativamente na mensuração da resistência mecânica de um material. O autor ainda cita vários métodos de mensuração dessa propriedade ressaltando que o ensaio de flexão de três pontos é o padrão para avaliar a resistência em cerâmicas odontológicas.

Dérand e Hero (1992) avaliaram a resistência de união da porcelana com dois tipos de titânio: fundido (processo de cera perdida) e usinado (a partir de barras extrudadas) por meio do ensaio de flexão de quatro pontos. As placas com a porcelana foram coladas com resina epóxi a duas barras de

aço, ficando localizadas na porção central. Os autores observaram que, após o ensaio, ocorreu em quase todas as amostras a fratura na interface metal-cerâmica permanecendo alguns resquícios da cerâmica sobre o metal. Somente em duas amostras verificou-se a fratura na porcelana e em três casos entre a cola e o metal (essas amostras foram unidas novamente). O lado da porcelana fraturada apresentou evidências da formação de óxido de titânio (aspecto cinza na superfície). Nenhuma diferença significante na resistência de união foi verificada entre as duas porcelanas ou entre os dois tipos de titânio, para as amostras jateadas com alumina 250 μm. Os valores de resistência de união foram de 40-50 MPa.

Person e Bergman (1996), por sua vez, sugeriram a realização do ensaio de cisalhamento para análise da resistência de união em sistemas metal-cerâmica. Três grupos de amostras foram preparados: titânio fundido-cerâmica, titânio usinado-cerâmica e uma liga de ouro-cerâmica. Foram confeccionadas amostras cilíndricas com 25 mm de comprimento, ambas possuindo 6 mm de diâmetro, unidas por meio da queima da cerâmica. As amostras de titânio usinado foram retiradas das barras e as amostras de titânio fundido foram preparadas. Durante a queima da porcelana com espessura de 1,5 mm, os dois pedaços metálicos foram centrados em um suporte para criar um centro de rotação comum. Isso foi importante para facilitar o cálculo e a avaliação dos resultados. Após a queima, as amostras foram checadas a olho nu para verificar a presença de defeitos. O método de ensaio utilizado foi o cisalhamento baseado na carga torcional. A partir dos ensaios realizados, os autores observaram que: as combinações titânio-cerâmica estudadas apresentaram uma tensão de cisalhamento superior à da liga de ouro; nenhuma diferença na resistência de união foi observada entre o titânio fundido e usinado; o teste pode ser empregado quando a fratura frágil é esperada.

Chung et al. (1997) avaliaram a fratura da interface titânio-porcelana pela realização do ensaio de flexão de quatro pontos. As placas de titânio, cujas dimensões eram 1,5 x 8 x 25 mm, foram fundidas utilizando um revestimento a base de fosfato em uma máquina de fundição. Após

fundição as amostras foram radiografadas e descartadas aquelas que apresentavam defeitos internos. As amostras foram então jateadas com alumina (110 μm), recobertas com agente de união e em seguida uma porcelana transparente foi aplicada até que uma espessura de 1,5 mm fosse obtida. Um entalhe de 0,4 mm de largura foi introduzido através da porção central da amostra na região da porcelana. Uma trinca foi criada na base do entalhe para permitir somente uma extensão interfacial. As amostras foram ensaiadas a uma velocidade de 0,1 mm/min, com ciclos de carregamento e descarregamento até que a trinca se propagasse na região entre as punções. Com a realização do ensaio os autores conseguiram medir a energia de deformação crítica na interface metal-cerâmica.

Papazoglou e Brantley (1998) realizaram um estudo para o ensaio de resistência de união metal (Pd-Ga) -cerâmica com dois diferentes testes, ambos para verificar adesão à porcelana de quatro ligas comerciais dos sistemas binário paládio (Pd) e gálio(Ga), com uma liga comercial paládio (Pd) – prata (Ag), sendo utilizada para controle. Foi realizado o teste de resistência de união no qual as amostras foram fundidas por centrifugação, em um revestimento à base de fosfato preparado de acordo com as recomendações do fabricante. Após essa etapa, a porcelana foi removida e o ensaio foi realizado novamente com as mesmas amostras, porém visando a determinação do módulo de elasticidade das ligas. Os autores verificaram que: para as duas ligas Pd-Ga, ocorreu uma falha adesiva do tipo mista, entre a liga e o óxido, e coesiva, dentro da porcelana; Nas ligas Pd-Ag e em apenas uma das ligas Pd-Ga ocorreu uma combinação da falha adesiva entre o óxido do metal e a porcelana e coesiva na porcelana. O estudo propõe que as novas ligas Pd-Ga devem ser comercialmente introduzidas com pequenas informações sobre a qualidade de adesão à porcelana.

Dekon et al. (1999) avaliaram a resistência de união entre uma liga Ni-Cr, submetida a diferentes tempos de oxidação prévia por meio da realização do ensaio de cisalhamento e uma cerâmica odontológica convencional. Segundo esses autores, o teste de cisalhamento empregado na porcelana em forma semicircular evita a formação de tensões residuais que

poderiam traduzir-se em falhas de adesão. Em seguida a um tratamento térmico de oxidação, as amostras foram submetidas a um ciclo cuja temperatura inicial de 650 °C sob vácuo, sendo elevada a temperatura final de 1010 °C, a uma taxa de 70 °C por minuto. Essa temperatura foi mantida em tempos variáveis, formando os grupos: controle, sem oxidação prévia; e respectivos grupos experimentais com oxidação prévia por três tempos: por 1 min; 3 min e 5 min; e posteriormente jateamento com óxido de alumínio por cerca de 30 s. Para a padronização da quantidade de material cerâmico os autores confeccionaram uma matriz especial com suas porções superiores móveis, em formas semicirculares de 3,0 mm de altura, apresentando orifícios de 6,0 e 7,0 mm de diâmetro. Os autores concluíram que a ausência da oxidação prévia possibilitou os melhores resultados, quando comparados com os demais grupos; os diferentes tempos de oxidação prévia provocaram redução acentuada nos valores obtidos e foram semelhantes entre si; o grupo submetido ao processo de jateamento após a oxidação prévia por cinco minutos mostrou resultados similares aos grupos tratados com diferentes tempos de oxidação prévia sem jateamento.

Yilmaz e Dinçer (1999) avaliaram a união metal-cerâmica para dois sistemas: titânio comercialmente puro (grau 2) e uma liga níquel-cromo (Ni-Cr) ambos com a mesma cerâmica comercial convencional. Foram realizados ensaios de flexão de três pontos, análise de aderência de óxido e expansão térmica. Após a realização dos ensaios, os autores puderam verificar que: os valores médios da resistência de união para a liga níquel-cromo e titânio foram maiores que o valor mínimo exigido pela norma DIN 13927 que é de 25 MPa; a inspeção das amostras fraturadas após o ensaio de flexão revelou que as fraturas ocorreram na interface e não na porcelana para os dois grupos de amostras; em ambas as ligas os óxidos formados apresentaram boa aderência; existiu maior compatibilidade térmica entre as ligas níquel-cromo e a cerâmica do que entre o titânio e a cerâmica. Os autores concluíram que o sistema titânio-cerâmica estudado é aceito, sendo os seus valores comparáveis ao do sistema níquel-cromo.

Atsi e Berksun (2000) avaliaram a resistência de união de três tipos de cerâmicas odontológicas comerciais submetidas à queima em atmosfera de argônio e a vácuo. Foram preparadas 120 amostras de titânio comercialmente puro, sendo sessenta amostras fundidas e sessenta obtidas por eletro-erosão. Também foram fundidas vinte amostras de Ni-Cr como grupo controle. As amostras foram lixadas até que atingissem as dimensões de 25 x 3 x 0,5 mm e jateadas com alumina (250 μm). A cerâmica foi aplicada na porção central apresentando 8 x 3 x 1 mm de dimensões finais e as amostras submetidas ao teste de flexão (5mm/min). A resistência de união das amostras titânio-porcelana foram de 33% a 60% da resistência de união da liga Ni-Cr. A resistência de união metal-cerâmica foi aumentada significativamente em alguns grupos em que o metal era o titânio e quando uma atmosfera de argônio foi utilizada. Os autores concluíram que: apenas os sistemas Ni - Cr - cerâmica convencional e titânio - cerâmica excederam o limite mínimo de resistência de união estipulado pela norma (25 MPa); os demais sistemas para titânio mostraram valores de resistência de união significativamente mais baixos; comparada com a queima a vácuo.

Yoda et al. (2001) testaram a força de adesão de onze tipos de ligas de titânio: Ti-Cr (15, 20,25%), Ti-Ag (10, 15,20%), Ti-Cu (5,10%), Ti-Pd (15, 20, 25%), usando como controle a resistência de união do titânio comercialmente puro e uma liga rica em ouro. A resistência de união foi avaliada utilizando o ensaio de flexão de três pontos (ISO 9693). Para remoção da camada de óxido, as amostras, após fundição centrífuga, foram polidas obtendo dimensão final de 0,45-0,55 X 3,5 X 25mm. Nove amostras foram submetidas ao ensaio de flexão para análise do módulo de elasticidade sendo realizados todos os ciclos de queima da porcelana, porém sem a aplicação da mesma. Nas outras seis amostras de cada liga foi realizado o mesmo ensaio sendo que nesse caso foi realizada a aplicação da cerâmica sobre a superfície jateada. Os valores de resistência de união obtidos variaram de 29,4 a 37,2 MPa. A resistência de união encontrada para o titânio foi equivalente a 32,2 MPa. Os autores concluíram que a composição das ligas de titânio afetou diretamente o módulo de elasticidade

das ligas. As ligas Ti-Pd apresentaram módulo de elasticidade mais baixo, enquanto para as ligas Ti-Cu o módulo de elasticidade foi mais elevado. No entanto, a composição das ligas teve pouco efeito sobre a adesão da porcelana ao metal, inclusive se comparada aos grupos controles.

Troia Jr et al. (2003) avaliaram as características de adesão de uma porcelana para titânio aderida ao titânio comercialmente puro e à liga Ti-6Al-4V assim como o efeito da termociclagem na resistência de união. Foi utilizado um teste de flexão em 3 pontos para avaliar a resistência de união (DIN 13.927). Para verificar o efeito da termociclagem nas amostras, metade foi termociclada em temperaturas na faixa de 4ºC(±2ºC) a 55ºC(±2ºC). Os resultados foram comparados com uma liga paládio-prata (Pd-Ag) aderida à porcelana convencional (controle). Os resultados revelaram que a termociclagem não enfraqueceu significantemente a resistência de união da porcelana ao substrato de titânio. Não houve diferença significante na resistência de união entre o Ti comercialmente puro para o grupo termociclado (23.60 MPa) e para o não termociclado (24,99MPa) e para a liga Ti6Al4V (24.98 e 25.60MPa para termociclado e não termociclado respectivamente).Os valores de resistência de união para o grupo controle (47,98 e 45.30 respectivamente) foram significativamente melhores que aqueles para combinações de titânio comercialmente puro e Ti6Al4V. A resistência de união à porcelana de baixa fusão para o titânio comercialmente puro e para a liga Ti6Al4V foi significativamente mais baixa que a convencional Pd-Ag.

2.3 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE DO SUBSTRATO METÁLICO

Atualmente, tratamentos da superfície de metais são empregados para melhorar algumas propriedades desses materiais. A adesão interfacial entre camadas de filme resultantes desses tratamentos e o substrato causam uma interação física tão boa quanto química.

Segundo Sioshansi e Tobin (1996), o tratamento de superfície dos biomateriais está se tornando um método popular que promove devida

função e biocompatibilidade, sem custos e com pouco tempo requerido para o desenvolvimento de novos materiais.

Cai et al. (2001) estudaram os efeitos da modificação da superfície do titânio comercialmente puro (CP) para união com porcelana. O titânio CP foi fundido dentro de uma base de óxido de magnésio (MgO). Após a remoção das amostras do interior do revestimento as mesmas foram submetidas a um jateamento com partículas de Al_2O_3 (50 μm). Seis tipos de procedimentos para modificação de superfícies por imersão foram realizados: 1) 35% HNO3-5%HF em temperatura ambiente por um minuto; 2) 50% NaOH-10%CuSo4.5H2O a 105°C por dez minutos; 3) solução de NaOHCuSo4 seguida pela solução HNO3-HF; 4) 50% NaOH-10% NaSO4 a 105°C por dez minutos; 5) solução NaSO4 seguida pela solução HNO3-HF; 6) 50% NaOH solução a 105°C por dez minutos. Como controle foram utilizadas superfícies jateadas com alumina somente. Todas as superfícies foram jateadas com partículas de Al_2O_3 de 110 μm antes da queima da porcelana (porcelana de baixa fusão). A união titânio-porcelana foi avaliada por um teste biaxial de flexão e, a área de porcelana aderente, foi determinada por espectroscopia. Os autores concluíram que a melhor união da porcelana com o titânio CP ocorreu com o uso dos banhos de imersão em água.

Outras técnicas, não convencionais, são atualmente propostas em Odontologia. Trata-se de tecnologias já utilizadas na área de Engenharia, que vão desde o aumento de resistência de ferramentas de corte, por exemplo, até a deposição de metais puros em embalagens de papel, em tecidos,etc, para decoração.

Dentre as técnicas de tratamento de superfície que utilizam a tecnologia a plasma, a evaporação térmica é a mais simples e a mais utilizada para depositar filmes finos. O processo ocorre dentro de uma campânula de alto vácuo quando uma corrente elétrica é passada no filamento de tungstênio (tântalo ou molibdênio), que é aquecido fazendo com que o material que está nele seja depositado sobre um substrato. Neste caso, a fonte térmica é o filamento aquecido (a fonte de vapor), mas

também poderá ser um canhão de elétrons (**electron beam**), um laser (por exemplo, de CO_2) e uma bobina de indução.

Outra técnica para obtenção de filmes finos é a pulverização catódica (em inglês, sputtering). Esta, ao contrário da evaporação térmica, não depende da temperatura para a formação do filme. O vapor é criado pelo "arrancamento mecânico" de átomos ou moléculas da superfície de um material sólido (chamado alvo) através do bombardeamento destes íons energéticos gerados por uma descarga elétrica num gás inerte (normalmente argônio), contido numa câmara à baixa pressão. O gás ionizado é chamado de plasma, que se forma quando estabelecemos uma diferença de potencial entre o alvo (catodo-material a ser evaporado) e o substrato (anodo-peça a ser revestida), na presença de um gás à baixa pressão (vácuo) (LAMBERT; USUMAKI, 2002).

Mecanismos de adesão podem ser amplamente utilizados para que o metal e a porcelana possam aderir um ao outro com forças mais eficazes. Segundo Meletis (1999), diversos estudos de modificações de superfície por plasma e feixe iônico têm sido conduzidos no passado num esforço para alterar as características superficiais de ligas a base de titânio e aumentar suas propriedades mecânicas. Esses esforços têm se concentrado, principalmente, nos processos de bombardeamento de partículas com alta energia. Esses processos exigem altas temperaturas e podem produzir efeitos indesejáveis assim como tensões residuais, alterações dimensionais, distorções térmicas, etc.

A natureza altamente oxidativa da superfície do titânio tem sido postulada como causa das falhas de adesão entre a cerâmica odontológica e o titânio. Em vista deste comportamento desfavorável do titânio, muitos tratamentos de superfície têm sido propostos para contorná-lo como: jateamento, tratamentos ácidos e coberturas com outros materiais. Esses estudos, no entanto, estabelecem claramente que a superfície do metal deve formar uma zona de oxidação durante o processo de queima.

Chung et al. (2002) investigaram as características de filmes de (Ti, Al)N depositados por **r.f. sputtering** em substratos metálicos de duas ligas

Ni-Cr disponíveis comercialmente e identificaram os efeitos que este filme poderia ter na resistência de união entre essas ligas e a cerâmica odontológica, através dos testes de flexão por 3 e 4 pontos. Padrões de cera para obtenção das placas de titânio (1,5mm x 8mm x 25 mm) foram incluídos em um revestimento de fosfato. As amostras foram então jateadas com alumina (110 μm), recobertas com agente de união e em seguida uma cerâmica translúcida foi aplicada até que uma espessura de 1,5 mm fosse obtida. Os resultados permitiram verificar que o filme de (Ti,Al) N aumentou a resistência de união entre a cerâmica e os substratos investigados e que a difusão dos elementos contidos no filme no substrato interfere na formação de óxido na superfície do mesmo, favoravelmente à adesão metal-cerâmica. Variações nos resultados obtidos foram relacionadas ao jateamento adicional, com alumina, que causou o aumento dos valores de resistência de união nas amostras tratadas com o filme de (Ti,Al)N.

Hofstede et al. (2000) avaliaram como a direção do polimento e o jateamento com óxido de alumínio influenciam a formação de porosidades e na resistência de união metal-cerâmica. As amostras fundidas foram obtidas a partir de uma liga nobre de Pd-Ag comercial, por fundição por maçarico. As placas foram divididas em quatro grupos: grupo A, polidas com pedra de alumina (74 μm) na direção perpendicular e jateadas com alumina (50 μm); grupo B, cujo polimento foi realizado em apenas uma direção e grupos C e D polidos como A e B, porém não jateados. Após limpeza das placas fundidas foi realizada a deposição da cerâmica (1,5mm). Após a realização do ensaio de flexão os valores médios de carga obtidos foram: 5,03 kgf, 5,08 kgf, 1,81 kgf e 2,26 kgf respectivamente para A,B,C e D. Os grupos A e B foram significativamente diferentes dos grupos C e D. O exame das amostras após o ensaio de flexão revelou uma mistura do modo de falha adesiva - coesiva para os grupos A e B e falha adesiva para os grupos C e D (nenhum opaco residual sobre a superfície do metal). O tamanho médio da porosidade na interface foi 8,99μm para o grupo A e 10,03μm para o grupo B. Os autores concluíram que a direção do

acabamento não influencia a carga de falha da porcelana e nem o número de porosidades. Por outro lado, as amostras jateadas apresentaram valores significativamente mais elevados do que as não jateadas. O exame da interface no microscópio óptico revelou que as amostras dos grupos C e D apresentaram uma separação na interface de 12 a 20 μm. Esses resultados mostram a importância do jateamento antes da oxidação e aplicação da porcelana.

Suansuan e Swain (2003) observaram que o sistema ouro-porcelana possui a mais elevada resistência de união. Segundo o estudo desses autores, é também sabido que uma camada fina de ouro, na qual seu principal componente é o ouro puro aplicado em forma de pasta, foi também reconhecido como sendo um "melhorador" da resistência dos sistemas metal-cerâmica.

Sadeq et al. (2003) testaram as hipóteses de que a adesão entre o titânio e a cerâmica pode ser significativamente aumentada pela limitação da oxidação do titânio durante os ciclos de queima da porcelana através da aplicação de uma cobertura por **sputtering** de filme fino de ouro na superfície do titânio usinado e fundido; da queima da porcelana sobre esses substratos numa atmosfera reduzida de argônio; ou pela combinação de ambas variáveis. Todas as amostras de titânio foram abrasionadas com partículas de alumina (110μm) sendo que o grupo controle foi preparado com 50μm Vinte amostras de cada condição experimental (Ti usinado/fundido) foram selecionadas aleatoriamente para cobertura em ouro por **sputtering** antes da queima da porcelana de ultra-baixa fusão, fundida na porção central de 6mm de diâmetro da área circular em cada amostra. Os resultados revelaram que o titânio usinado recoberto com o filme de ouro a uma atmosfera reduzida foi significantemente mais alta que as demais amostras. Os autores concluíram que a queima da porcelana numa atmosfera reduzida de argônio aumentou significantemente a adesão titânio cerâmica para o titânio usinado e fundido. A camada de cobertura de ouro feita por **sputtering** no titânio aumentou a adesão apenas quando combinado à queima da porcelana em atmosfera reduzida de argônio.

Quando a mesma foi queimada a vácuo na presença da camada de ouro, a adesão titânio-cerâmica foi enfraquecida no titânio usinado. A adesão das ligas convencionais de metais nobres em relação à cerâmica foi superior a do titânio-cerâmica independente das variações interfaciais examinadas nesse estudo.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 PREPARAÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA

A partir de amostras fundidas em titânio comercialmente puro (grau 1), foram obtidos corpos-de-prova de dimensões de 0,50mm x 3,0mm x 30mm. Os mesmos foram submetidos a dois diferentes tratamentos de superfície e, posteriormente, recobertos por uma cerâmica odontológica para que fossem testadas as resistências de união titânio-cerâmica de acordo com a metodologia proposta por Yoda et al. (2001).

3.1.1 Montagem dos padrões para fundição das amostras

Os padrões medindo 0,75 x 3.5 x 35 mm foram obtidos a partir de placas de acrílico fixadas na posição horizontal, paralelamente, por ambas as extremidades, a condutos de alimentação que, por sua vez, foram fixados à base formadora do cadinho. Pequenos capilares (canais de ventilação)**,** também denominados **ventings,** foram adicionados às extremidades da estrutura do conduto de alimentação em cera para servirem de escape para gases e refluxo de metal (Figura 3.1).

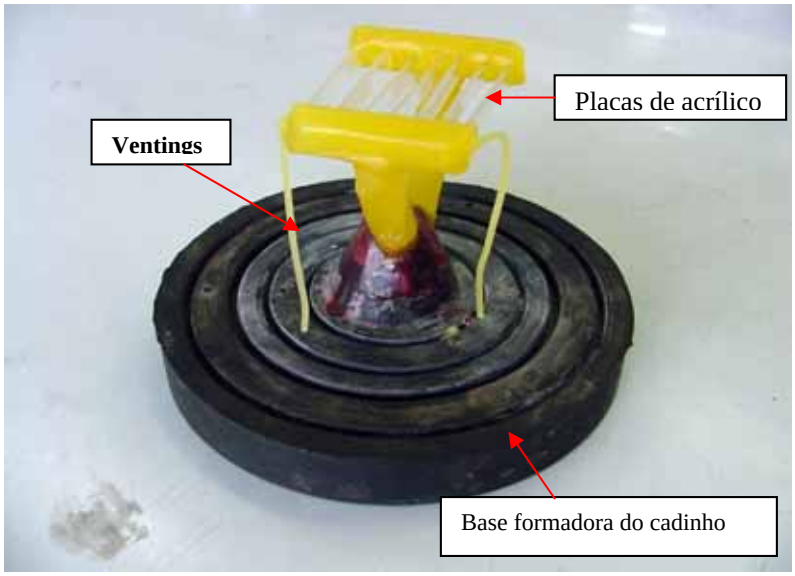


Figura 3.1- Montagem e fixação do padrão de cera e placas de acrílico

3.1.2 Inclusão e queima dos padrões para fundição

O conjunto formado pelas placas acrílicas, padrão de cera e canal de alimentação foi envolvido por um anel metálico (anel de fundição) para posterior preenchimento com revestimento cerâmico (processo de inclusão), segundo as recomendações do fabricante.

O anel de fundição foi revestido por uma folha de amianto fixada ao anel com por meio de cera em apenas alguns pontos de sua extremidade. Em seguida, o anel foi mergulhado em água para que houvesse a hidratação da folha de amianto e, logo depois, o mesmo foi fixado à base formadora de cadinho para que o padrão pudesse ser incluído.

O revestimento utilizado para a inclusão do padrão de fundição foi o Rematitan Ultra® (Dentaurum, Alemanha), à base de zircônia que, segundo Kalil (2003), leva à formação de uma camada de óxido, denominada **α-case**, com espessura reduzida. Este material foi pesado em uma balança de precisão (Panambra®, Sartorua) na proporção recomendada pelo fabricante. Sua espatulação foi realizada em um espatulador a vácuo (Whipmix®, Modelo B, Canadá) (Fig.3.2) durante aproximadamente 45 segundos sendo que, antes de levá-lo ao espatulador, o pó foi incorporado à água destilada, manualmente, durante 15 segundos.

Figura 3.2 – Espatulador a vácuo Whipmix®

O revestimento foi vertido vagarosamente dentro do anel, sem prejudicar a posição ou fixação do padrão de cera em relação à base formadora do cadinho (Figura 3.3).

Figura 3.3 – Inclusão do padrão de fundição em revestimento à base de zircônia

Após o período de uma hora, a base formadora de cadinho foi retirada (Figura 3.4) e o anel foi levado ao forno com a base voltada para baixo. O anel foi mantido no forno por 24 horas, quando foi realizado o processo de fundição.

Figura 3.4- Inferior do anel de fundição após a retirada da base formadora do cadinho

O aquecimento do anel para a queima do revestimento foi realizado em um forno programável Ovmat-7 (Manfredi, Itália) (Figura 3.5).

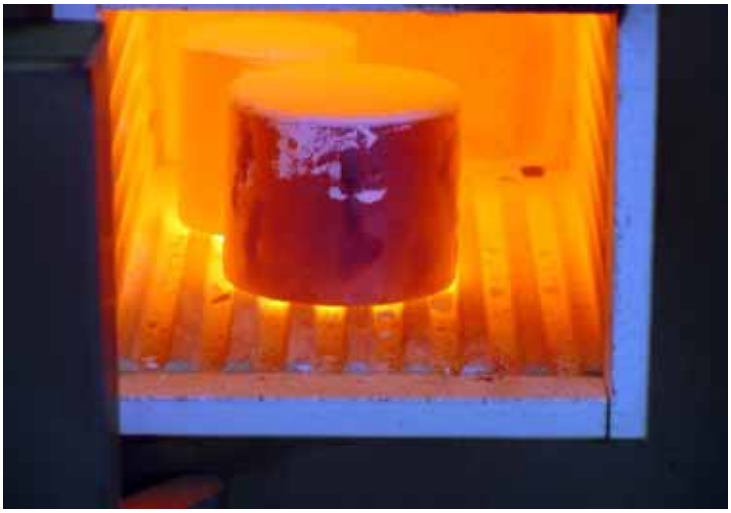


Figura 3.5- Aquecimento do anel para a queima do revestimento.

3.1.3 Fundição por cera perdida

Após a etapa de queima do revestimento, o anel foi retirado do forno, ainda aquecido, e colocado em uma máquina de fundição centrífuga (Easyti®, Manfredi, Itália) pertencente ao Departamento de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia da USP, São Paulo. (Figura 3.6).

Figura 3.6 - Máquina de fundição por centrifugação

Todo esse processo de fundição centrífuga foi realizado com atmosfera de argônio, sendo o metal centrifugado automaticamente a vácuo a uma velocidade de rotação de aproximadamente 3000 rpm.

3.1.4 Lixamento das amostras

Após a fundição e posterior resfriamento do conjunto ao ar, foi realizada a desinclusão do padrão fundido envolvido pelo revestimento utilizado. Pela dificuldade de remoção do revestimento, que fica fortemente aderido ao padrão fundido, foram retirados somente os excessos que pudessem dificultar o processo de acabamento inicial das amostras (Figura 3.7).

Posteriormente, foi realizada a separação das amostras por meio de cortes transversais em relação ao plano da superfície das placas, em um cortador automático (Modelo Accuton-5, Struers®) com disco diamantado (Figura 3.8), de modo que as separassem dos condutos de alimentação (Figura 3.9). Nessa etapa observou-se que uma fina película, correspondente à camada de óxido, ficou aderida ao revestimento (Figura 3.10).

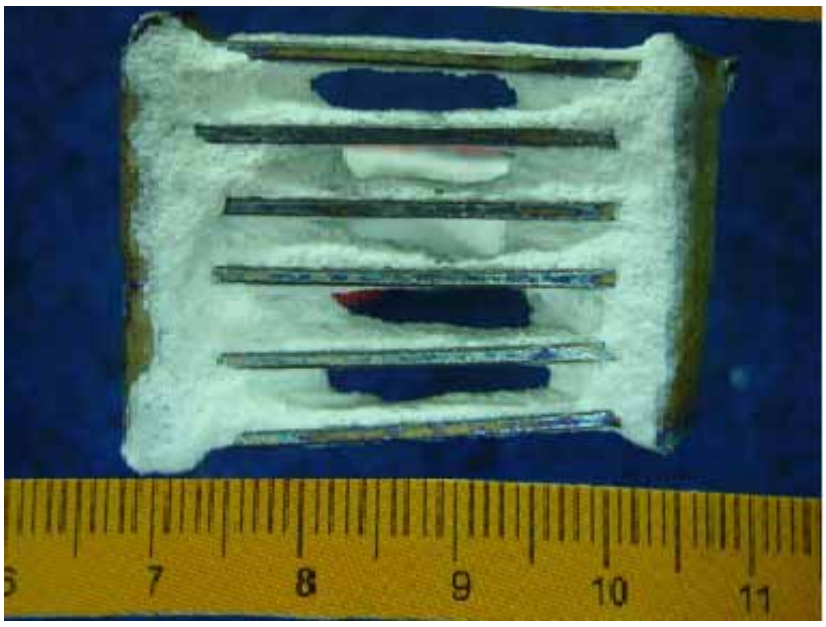


Figura 3.7 – Presença de revestimento aderido ao padrão fundido

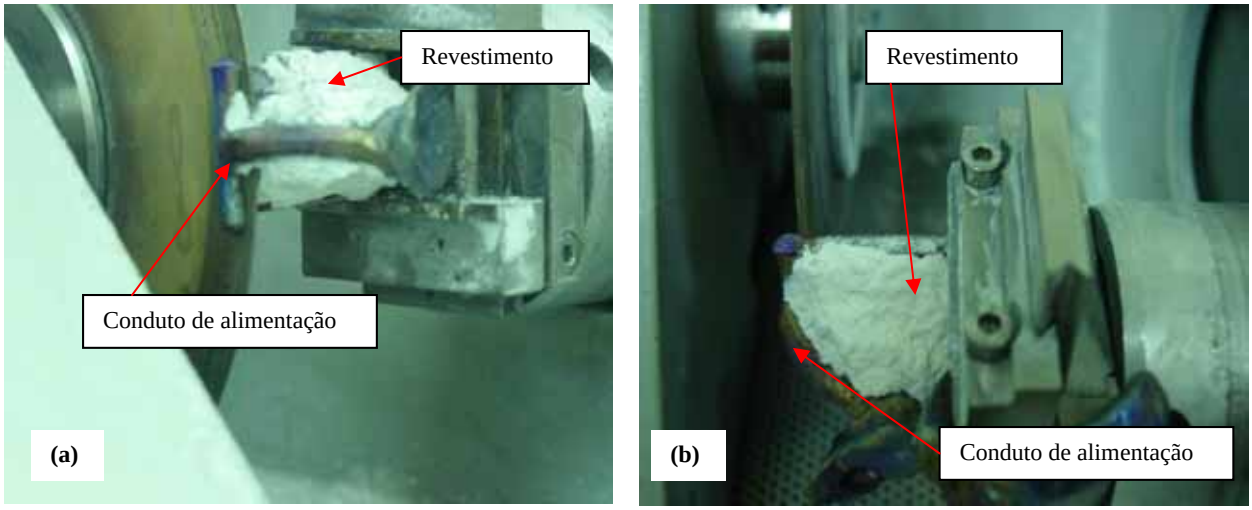


Figura 3.8 – Separação entre as amostras e o conduto de alimentação do padrão fundido através de cortes transversais com disco diamantado.(a) vista lateral e (b) vista frontal

Figura 3.9 – Detalhe de uma das amostras, após os cortes do padrão fundido

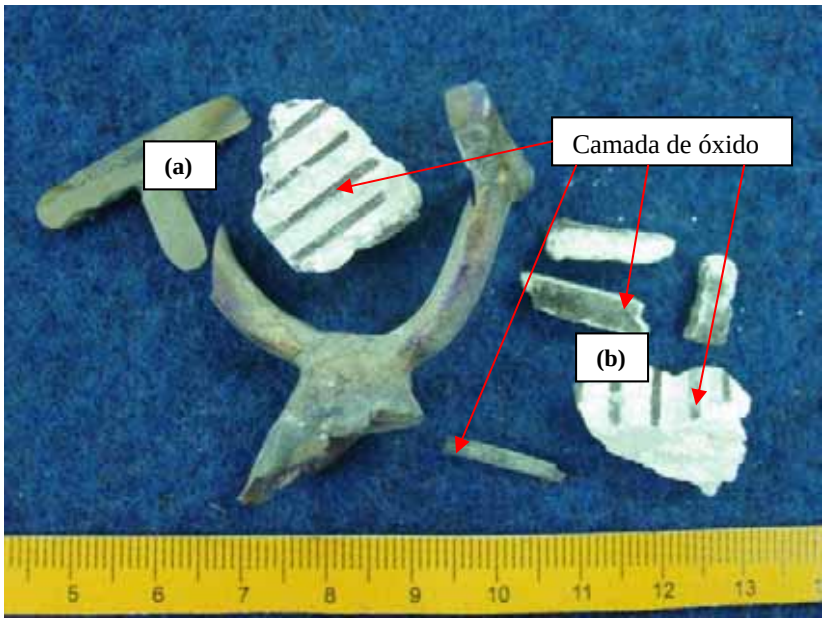


Figura 3.10 – Conduto de alimentação cortado (a) e das camadas de óxido aderidas ao revestimento (b).

As amostras separadas do conduto de alimentação foram submetidas a um lixamento em politriz automática (Modelo DPU-10, Panambra®) (Figura 3.11), com lixa de carbeto de silício, para a remoção do restante do revestimento da camada **α-case,** assim como para atingir as dimensões finais de 30mm x 3mm x 0,50mm (Figuras 3.12 e 3.13) de acordo com a norma ISSO 9693 (*apud* Yoda et al. 2001).

Figura 3.11 -Lixadeira metalográfica utilizada para o acabamento das amostras

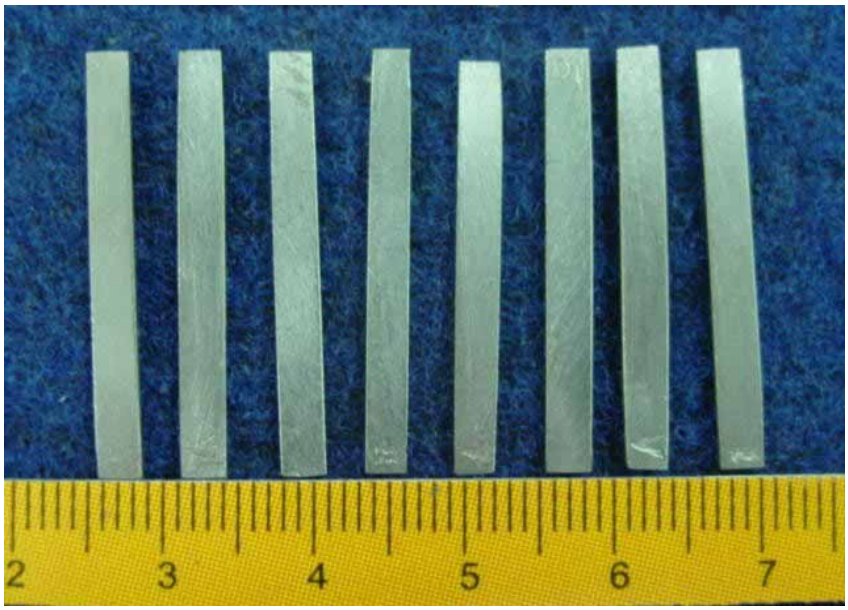


Figura 3.12 – Placas do grupo controle após lixamento

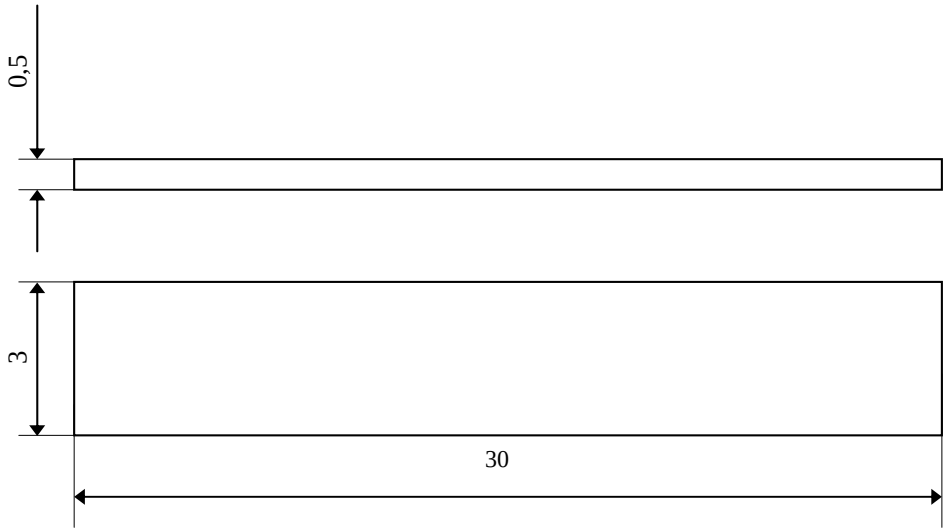


Figura 3.13 – Dimensões finais (mm) das amostras atingidas após o lixamento

3.1.5 Exame radiográfico para a detecção de porosidades

Com a finalidade de garantir o menor número possível de variáveis que pudessem afetar o desempenho deste estudo, antes da aplicação da cerâmica, foram realizadas análises radiográficas das amostras pré-selecionadas para verificar a presença de defeitos e porosidades (Figura 3.14).

Foram utilizadas películas radiográficas para exposições das amostras em um aparelho de Raios-X odontológico com 80 kV durante 0,5s. A distância entre o filme e o feixe de Raios-X foi de 50cm.

As amostras que apresentaram defeitos externos ou internos foram eliminadas (Figura 3.15).

Figura 3.14 – Radiografias das amostras a serem ensaiadas.(a) tratamento de superfície convencional e (b) filme de platina depositado por pulverização catódica.

Figura 3.15 – Detalhe da presença de porosidades obtida em exame radiográfico de uma das amostras do estudo piloto desta pesquisa.

3.1.6 Tratamento de superfície

As amostras foram divididas em dois grupos: com tratamento de superfície convencional (grupo controle) e com deposição de filme de platina por meio de pulverização catódica (grupo experimental) num total de dezesseis amostras, oito para cada grupo. O processo de aplicação da cerâmica odontológica foi o mesmo para ambos grupos experimentais.

A) Grupo Controle

No grupo controle, oito corpos-de-prova foram jateados com alumina (50μm) com jateador modelo Multjet®, EDG (Figura 3.16), com a finalidade de criar micro-porosidades na superfície funcionando como coadjuvante do adesivo na retenção da cerâmica.

Imediatamente após o jateamento com alumina, foi realizada uma limpeza criteriosa desta superfície com jato de vapor com equipamento específico (Vaporjet®, EDG)(Figura 3.17), para eliminação de

impurezas. Todo o procedimento foi realizado por um mesmo operador a fim de minimizar variáveis como a distância, angulação e pressão de jateamento e aproximar todo o processo da condição real de um laboratório de prótese dentária. Essa superfície não foi mais manuseada até que a aplicação da cerâmica odontológica fosse realizada, a fim de evitar qualquer tipo de contaminação e até mesmo atrito entre as superfícies. A aplicação da cerâmica foi realizada imediatamente após este processo.

Figura 3.16 - Equipamento utilizado para o jateamento

Figura 3.17 - Limpeza das peças com vapor após jateamento

B) Grupo experimental

Para a composição do grupo experimental, as amostras fundidas e limpas foram jateadas com pó de TiO_2 e submetidas a um tratamento da superfície por pulverização catódica (**sputtering**). Esta etapa do trabalho foi realizada no Departamento de Física Aplicada - Instituto de Física Gleb Wataghin da Universidade Estadual de Campinas-UNICAMP e constituiu da limpeza e jateamento do substrato e deposição do filme de platina.

Após terem sido submetidas ao jateamento com pó de TiO_2, as amostras foram colocadas em ultrassom com acetona por vinte minutos para iniciar o processo de limpeza da superfície jateada.

Em seguida, as amostras foram colocadas em álcool isopropílico por mais 10 minutos para a retirada da acetona com a finalidade de evitar a oxidação.

Para permitir o sucesso do processo de pulverização catódica, as amostras ainda molhadas foram levadas ao equipamento (Figura 3.18), pois com o processo de deposição do filme o álcool evapora-se e não há risco de contaminação das mesmas com outro processo de secagem.

Figura 3.18 – Amostras posicionadas no porta-substrato

Por meio desta técnica, um filme de platina , medindo aproximadamente 0,2μm, foi depositado em todas as amostras deste grupo. Para o processo da deposição, inicialmente, foi feito um vácuo de 10^{-6} torr (limpeza), sendo em seguida injetado o argônio até que a pressão atingisse 10^{-2} torr (pressão de trabalho). O eletrodo de platina foi utilizado devido às características de alto ponto de fusão (1769ºC), condutibilidade elétrica e menor coeficiente de expansão térmica (8,9. 10^{-6}/ºC).

Toda a deposição do filme foi feita pelo processo a plasma (Figura 3.19), a temperatura ambiente, porém o porta-substrato foi aquecido a 150º C. Esta temperatura foi mantida durante o processo de deposição por 30 minutos. A distância entre a amostra e o alvo (eletrodo de platina) foi de aproximadamente 4cm (Figura 3.20) sendo o filme depositado apenas em um lado das amostras, especificamente aquele em que posteriormente será aplicada a cerâmica odontológica (Figura 3.21).

Figura 3.19 – Amostras posicionadas no equipamento para deposição de filmes finos por pulverização catódica (d.c. sputtering)

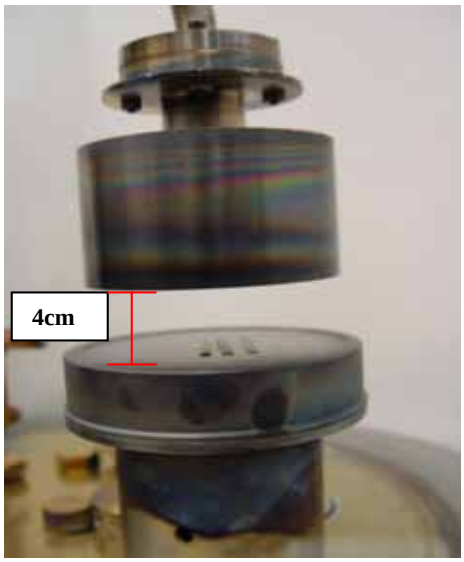


Figura 3.20 – Detalhe da distância entre a amostra e o alvo (platina)

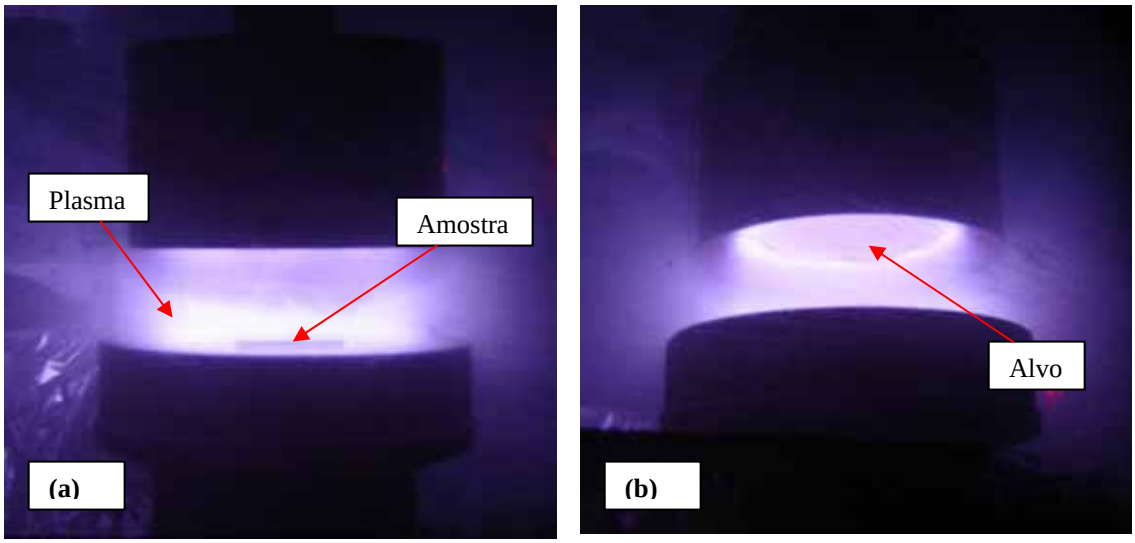


Figura 3.21 – Deposição do filme de platina: (a) vista frontal e (b) vista inferior evidenciando a região do alvo (platina)

Após a finalização deste processo, as amostras foram levadas a um forno de alto vácuo (10^{-6}torr) a uma temperatura de 600ºC, durante 30 minutos, para a difusão deste filme nas amostras e, em seguida, protegidas com papel absorvente e mantidas em um recipiente plástico até a aplicação da cerâmica (Figura 3.22).

Figura 3.22 – Proteção e armazenamento das amostras após a deposição

3.1.7 Aplicação da cerâmica odontológica nos dois grupos de amostras

Para garantir as dimensões estabelecidas na norma ISO 9693 (*apud* Yoda et. al., 2001) para a cerâmica, foi construído um dispositivo que contém em sua placa inferior, uma canaleta de 30 mm de comprimento por 3 mm de largura, na qual se aloja a amostra depois de lixada e jateada (grupo controle) ou lixada e com filme de platina (grupo experimental). Sobre essa placa é encaixada uma segunda, que possui uma abertura central, com 8 mm de comprimento por 3 mm de largura e 1 mm de altura, pela qual foi aplicada a cerâmica sobre a amostra (Figura 3.23).

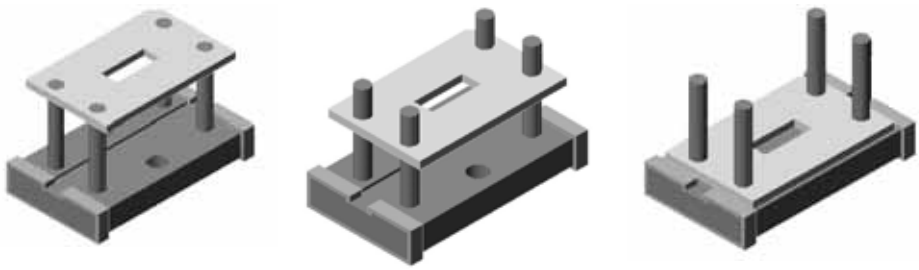


Figura 3.23 - Dispositivo utilizado para a aplicação da cerâmica

Após estarem constituídos os grupos controle e experimental, todas as amostras foram submetidas à aplicação da cerâmica odontológica Triceram®, comercialmente desenvolvida pela Dentaurum (Alemanha) , para uso em titânio e suas ligas (Figura 3.24).Trata-se de uma cerâmica odontológica de ultrabaixa fusão, por ser sinterizada a uma temperatura abaixo de 800ºC.

Figura 3.24- Cerâmica odontológica Triceram® (Dentaurum, Alemanha).

Inicialmente, o pó adesivo (**bonder**) foi incorporado ao líquido universal até a obtenção de uma pasta, que foi aplicada com pincel apropriado para esta técnica (pincel de pêlo de marta), sobre a camada tratada (jateada ou pulverizada por platina), respeitando sempre o espaço disponível no dispositivo utilizado (8mm x 3mm x 1mm).

Em seguida, em um forno especial a vácuo para a aplicação de cerâmica, modelo Vacumat 40® (VITA, Alemanha) (Figura 3.25) pertencente à Faculdade de Odontologia de São José dos Campos-UNESP, foi realizada a queima da camada de adesivo, assim como para as demais camadas de cerâmica que foram aplicadas.

Figura 3.25 - Forno utilizado para aplicação da cerâmica

A temperatura inicial deste processo foi de 500 °C com tempo de secagem de quatro minutos. O início do vácuo ocorreu a uma temperatura de 500 °C com término a 795 °C (temperatura final de queima) a uma taxa de aumento da temperatura de 65 °C/ min.Após esta etapa, o vácuo foi mantido por um minuto e, em seguida, realizado o resfriamento rápido ao ar.

A camada posteriormente aplicada foi a camada de “opaco” (cerâmica que recebe este nome por representar a camada opaca do tecido dentinário). O processo de aplicação foi o mesmo que para a camada de adesivo, porém, o pó de opaco foi incorporado a um líquido específico para ele.

Depois de aplicada a camada de opaco, foi aplicada a camada de dentina (cerâmica que recebe este nome por representar a camada responsável pela cor escolhida para o dente, em relação à coloração do tecido dentinário do paciente) (Figura 3.26).

Para a aplicação desta camada, o término do vácuo ocorreu a uma temperatura de 755ºC a uma taxa de aumento da temperatura de 55ºC/min, com vácuo também mantido por um minuto seguido de resfriamento rápido ao ar.

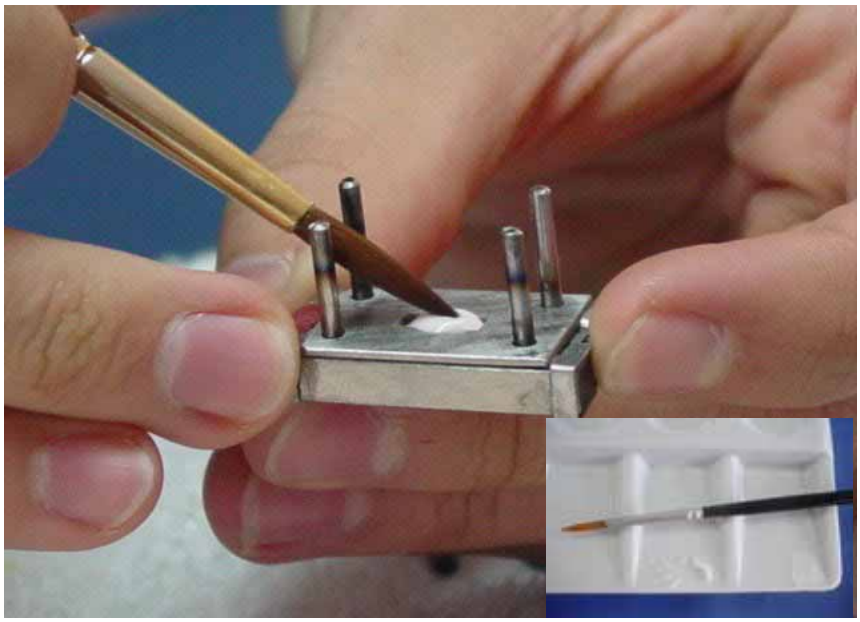


Figura 3.26 – Detalhe da aplicação da camada de dentina

Todas as amostras foram submetidas a esta mesma seqüência de aplicação de cerâmica até que cada grupo estivesse constituído de nove corpos-de-prova totalizando dezoito . (Figura 3.27). Concluída a fase de preparação, cada uma das amostras do grupo controle e do grupo experimental constitui, portanto, um corpo-de-prova.

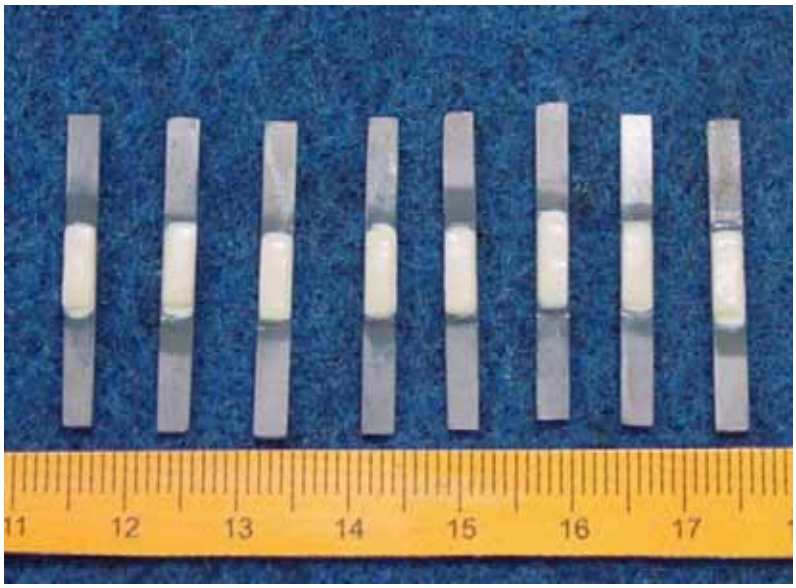


Figura 3.27 – Corpos-de-prova para o ensaio de flexão de três pontos

3.2 ENSAIO DE FLEXÃO DE TRÊS PONTOS

Os corpos-de-prova dos dois grupos preparados para esse estudo foram submetidos ao ensaio de flexão de três pontos em uma máquina universal de ensaios mecânicos (Versat 2000, Panambra®), para avaliar a resistência de união titânio-cerâmica.

Cada corpo-de-prova foi biapoiado mantendo-se uma distância entre centros dos apoios de 20 mm (l), sendo que a carga de ensaio foi aplicada lentamente no centro da distância entre os apoios (1/2 l) utilizando-se um punção com ponta cilíndrica, conforme ilustrado nas Figuras 3.28 e 3.29 e com maior detalhe na Figura 3.30.

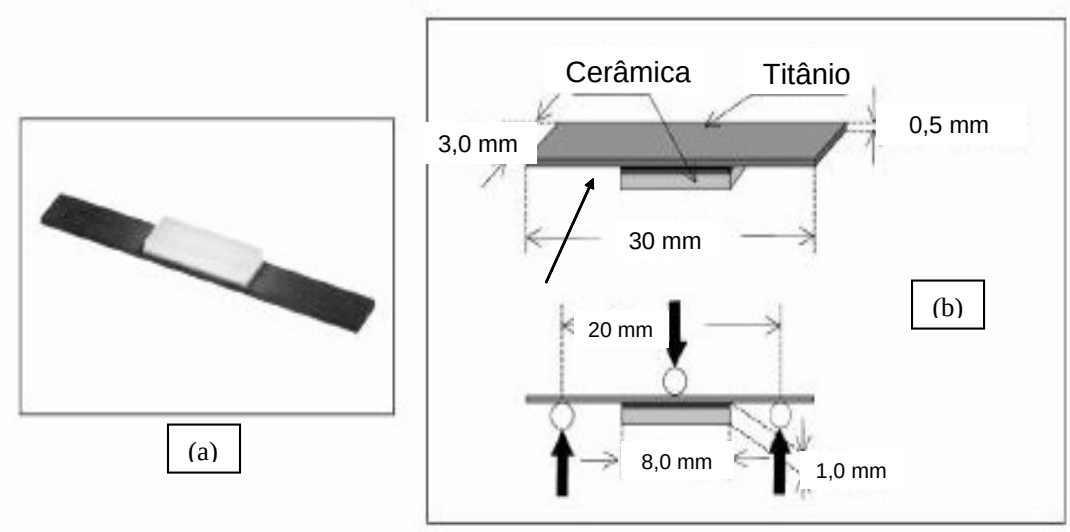


Figura 3.28 – Representação esquemática do corpo-de-prova (a) e do teste de flexão de três pontos (b).

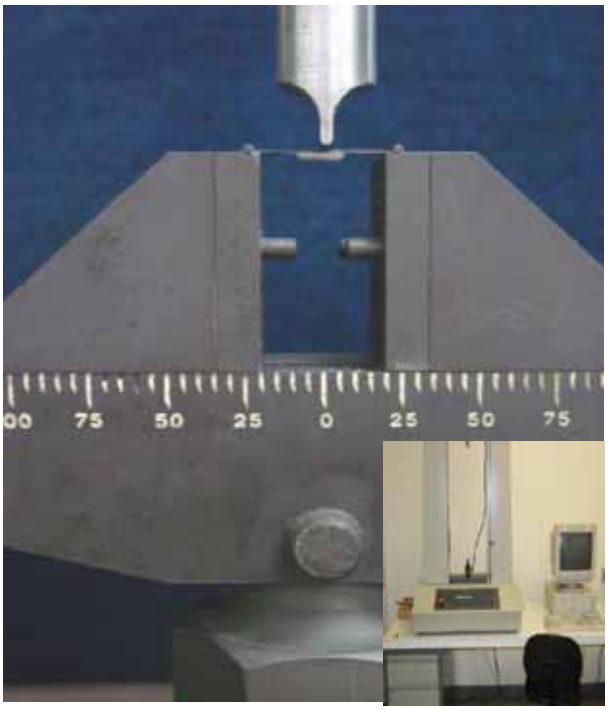


Figura 3.29 – Dispositivo utilizado para os ensaios de flexão de três pontos

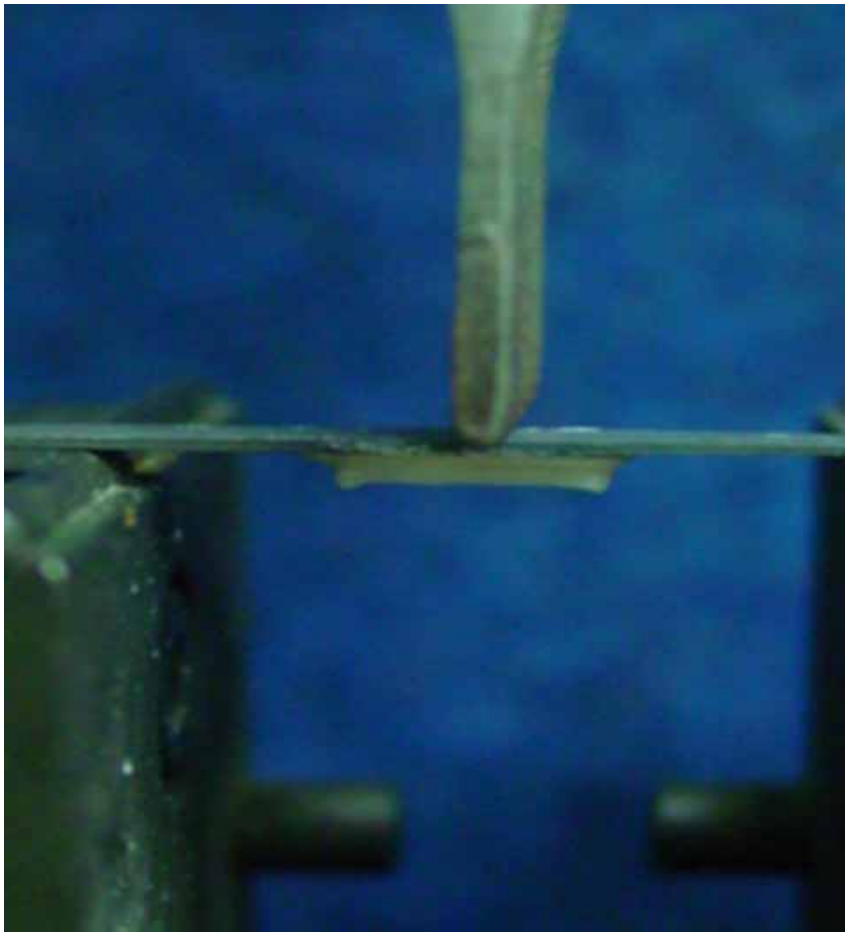


Figura 3.30 – Detalhe da amostra a ser submetida ao ensaio de flexão de três pontos

Os apoios são cilíndricos, com possibilidade de giro, o que ajuda na diminuição do atrito entre o corpo-de-prova e os suportes. Uma carga crescente e lenta foi aplicada no centro da distância entre os apoios a uma velocidade de 0,5mm/min até que houvesse uma queda no valor da carga de deflexão na curva obtida, o que indicou a falha na união adesiva. O valor da resistência à flexão foi determinado a partir da equação 1 (HO et al. 1999; YODA et al. 2001):

$$\sigma = \frac{3Fl}{2bh^2} \qquad (1)$$

onde : σ é a resistência à flexão (MPa), **l** é a distância entre os apoios (20 mm), **F** é a carga aplicada no centro da distância entre os apoios(N) , **b** é largura **h** é a altura do corpo-de-prova (região metal+cerâmica) (mm).

As resistências determinadas para este estudo foram comparadas ao valor mínimo requerido pela norma ISO 9693 (apud Yoda et al. 2001) que é de 25MPa. Os valores obtidos nos dois grupos foram submetidos à análise estatística através do procedimento de Chaveunet e d teste *t* e sendo que os resultados foram discutidos juntamente com a análise das imagens obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura.

3.3 MICROSCOPIA ÓPTICA

De cada grupo de amostras tratadas foram selecionadas duas amostras aleatoriamente para análise da interface metal-cerâmica em um microscópio óptico invertido, metalográfico, Nikon Epiphot 200, pertencente ao Departamento de Materiais e Tecnologia –Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá-UNESP (Figura 3.31).

Figura 3.31- Microscópio óptico invertido, metalográfico

3.4. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

De cada grupo de amostras preparadas, após a aplicação da cerâmica, foram selecionadas quatro amostras (uma de menor valor e outra de maior valor de resistência de união, de cada grupo experimental) para análise da interface metal-cerâmica em um microscópio eletrônico de varredura, LEO 1450V (Zeiss-Köln – Alemanha) pertencente a Faculdade de Engenharia Química de Lorena-FAENQUIL (Figura 3.32).

Figura 3.32 - Microscópio eletrônico de varredura utilizado para análise da interface metal-cerâmica

4 RESULTADOS

4.1 ENSAIO DE FLEXÃO DE TRÊS PONTOS

Durante a realização do ensaio de flexão de três pontos, os valores da força de ruptura, posteriormente utilizados para o cálculo da resistência de união titânio-cerâmica por meio da equação (1), foram registrados no momento em que havia o desprendimento da cerâmica em relação ao metal de uma das extremidades. As Figuras 4.1 e 4.2 permitem a visualização do momento de descolamento da cerâmica em relação ao metal e uma das amostras em que houve a separação entre os dois materiais envolvidos nesse sistema, respectivamente.

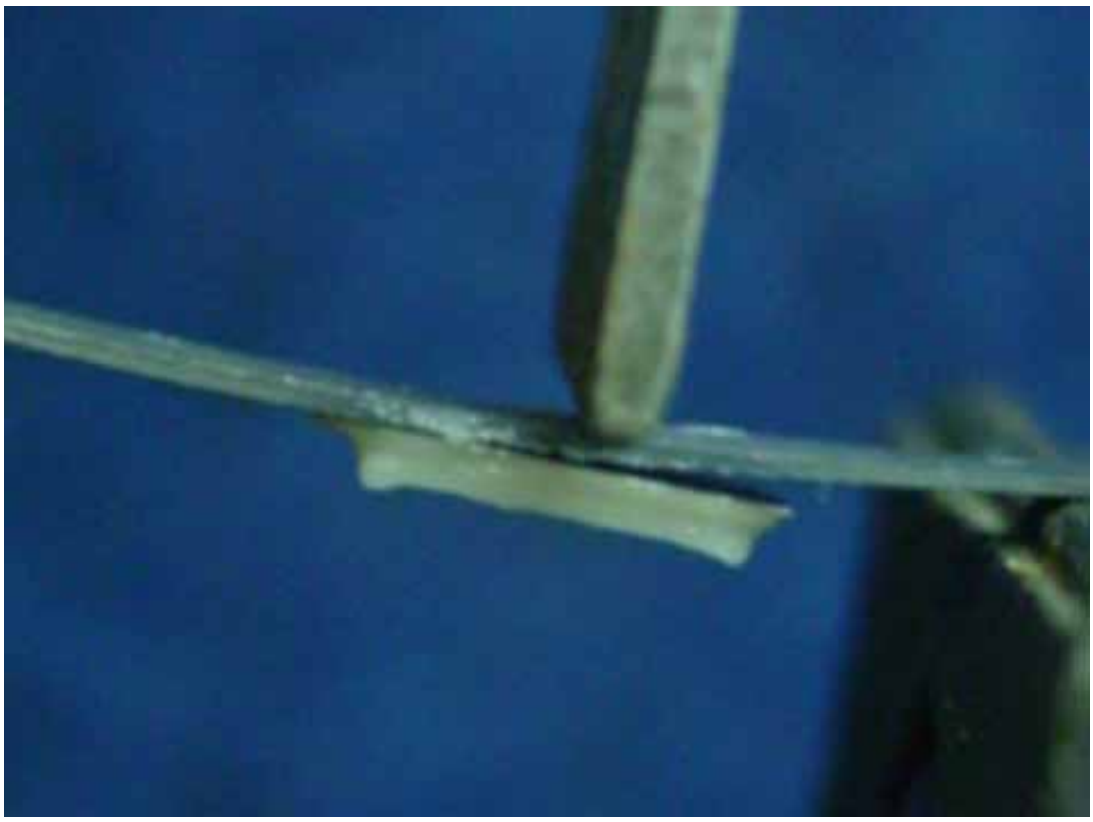


Figura 4.1 – Deslocamento da cerâmica durante a realização do ensaio

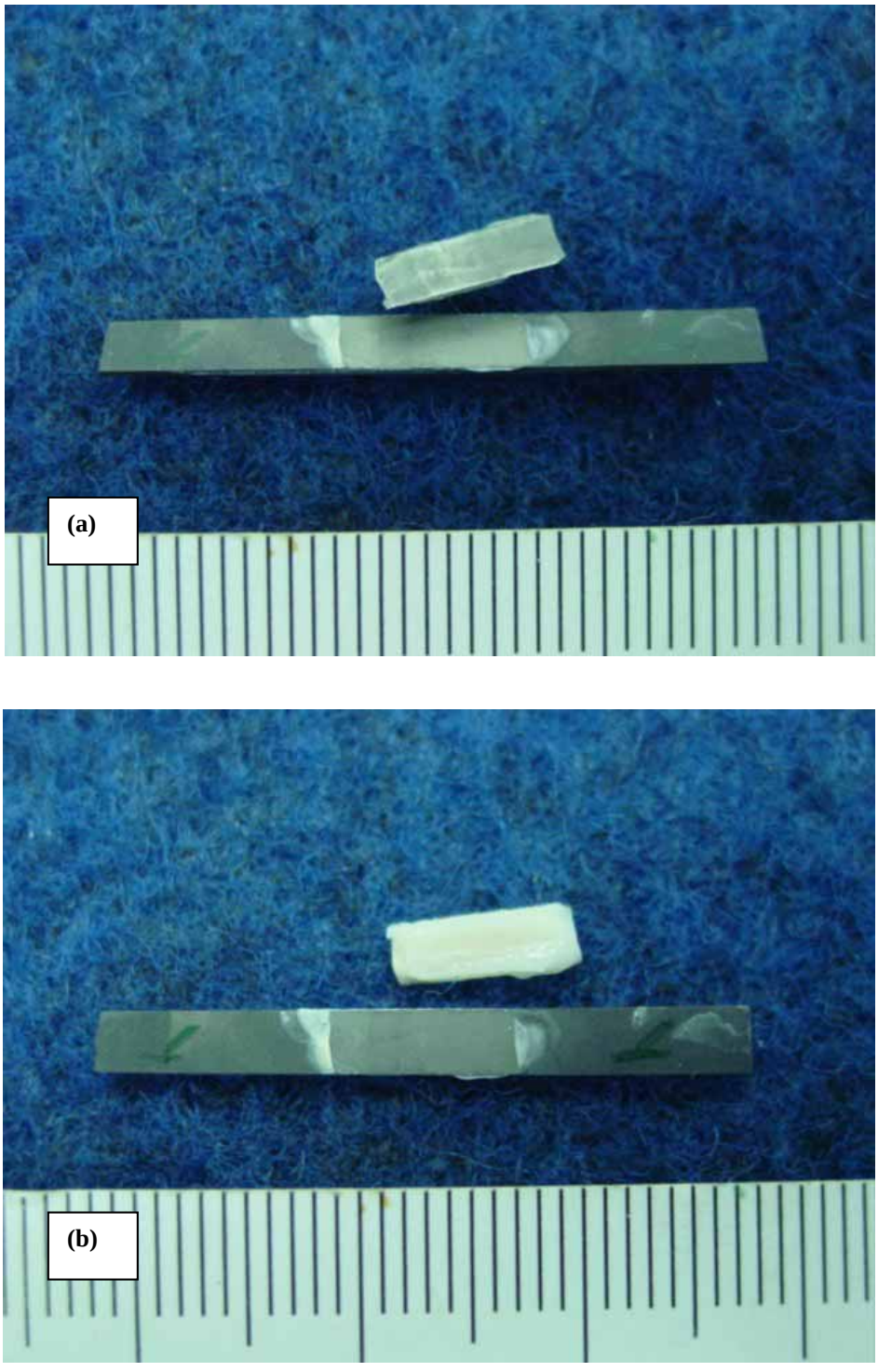


Figura 4.2 – Amostra na qual houve a separação da cerâmica em relação ao metal (a) vista inferior da cerâmica e (b) vista superior da cerâmica.

Os valores de tensão obtidos após a realização do ensaio de flexão podem ser visualizados na Tabela 1

Tabela 1 - Resultados obtidos após ensaio de flexão de três pontos

Corpo-de-prova	Resistência de união (MPa)	
	Grupo Controle	Grupo experimental
1	24,89	24,00
2	22,67	22,67
3	20,89	33,33
4	24,44	25,78
5	24,00	20,44
6	30,67	28,00
7	22,67	**
8	40,00*	16,89*
9	17,33*	55,55*
Média/ Desvio Padrão	24,32 ±3,11	25,70±4,54

Para análise estatística dos valores, inicialmente, foi aplicado o procedimento de Chaveunet para condicionamento dos dados recebidos no banco original de dados. Os limites de manutenção dos dados são:

$$Y_{máx} = s.Dr_O + \bar{y} \quad \text{e} \quad Y_{min} = \bar{y} - s.Dr_O \quad (2)$$

onde: s: desvio padrão da amostra; : $\bar{y}$ média da amostra; D_{ro}: razão do padrão constante com o número de amostras.

Os resultados encontrados levaram à exclusão* dos valores 40,0MPa do grupo controle e 55,55MPa do grupo experimental. A exclusão do corpo-de-prova de número sete** do grupo experimental deveu-se a erros no processo de lixamento, causando uma pré-deformação da amostra.

Outros dois valores, correspondentes aos corpos-de-prova oito e nove respectivamente do grupo experimental e grupo controle, foram descartados* devido à presença de porosidades na interface metal-cerâmica, visíveis macroscopicamente. Com estes valores excluídos, os dados remanescentes são aceitáveis e apresentam os parâmetros apresentados na Tabela 1 correspondentes à média e ao desvio-padrão dos grupos experimentais.

As médias dos grupos foram comparadas através do teste *t* para amostras independentes encontrando-se um p-valor de 0,529, o que permite supor que não haja diferenças entre eles.

4.2. ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DAS AMOSTRAS ANTES E APÓS A REALIZAÇÃO DO ENSAIO

4.2.1. Microscopia Óptica

Na Figuras 4.3 é possível visualizar a camada de filme depositada sobre o substrato de titânio antes da deposição da cerâmica. Observa-se um aspecto brilhante caracterizado pela presença de platina.

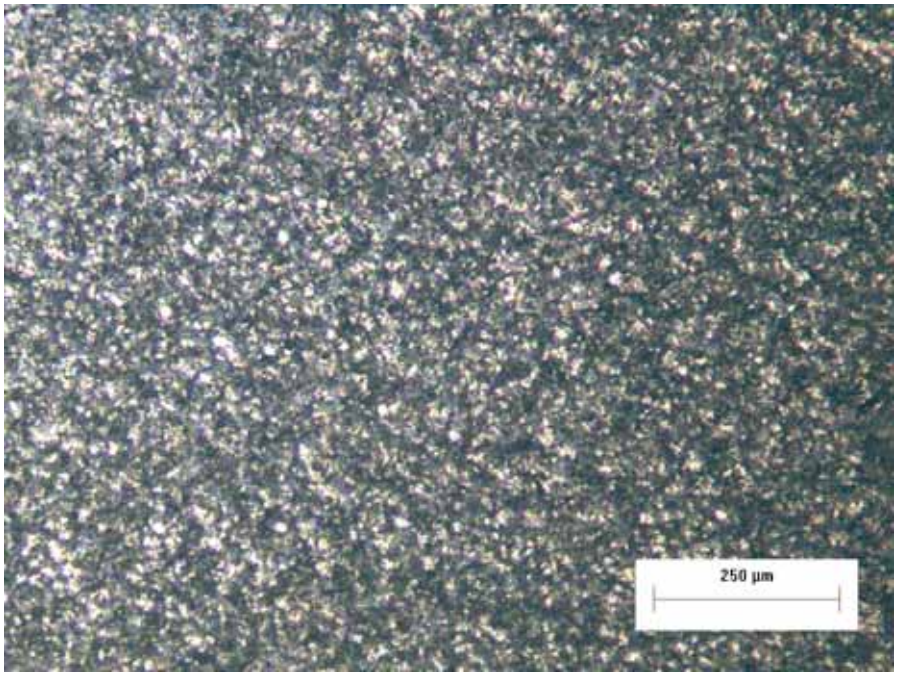


Figura 4.3- Superfície depositada com filme de platina antes do ensaio (33,33MPa)

Após a realização do ensaio de flexão de três pontos verificou-se o arrancamento do filme (Figura 4.4), destacando-se tanto regiões com restos de cerâmica (C) quanto aquelas apenas com titânio (Ti) (Figura 4.5).

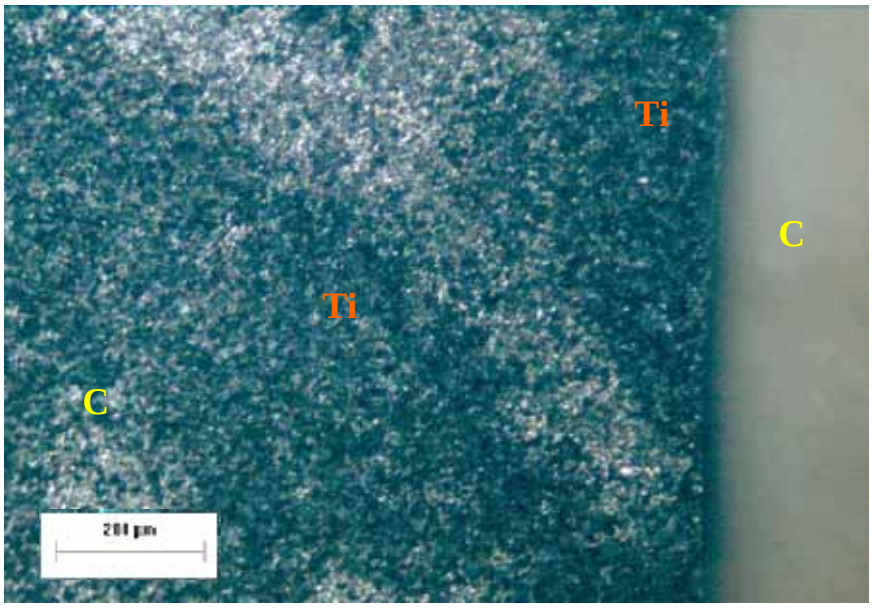


Figura 4.4- Superfície depositada com filme de platina após o ensaio (33,33MPa)

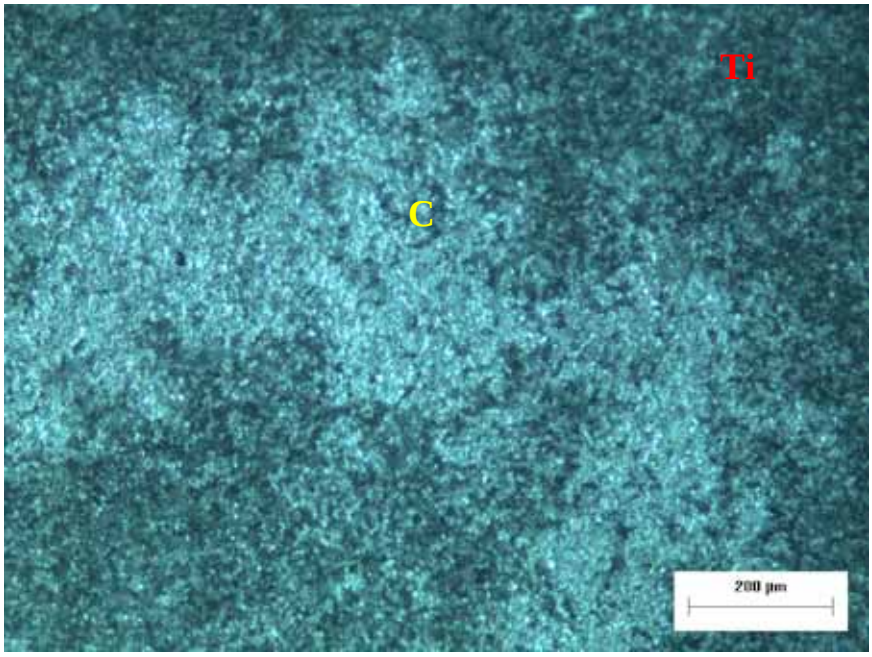


Figura 4.5 – Cerâmica na superfície depositada com filme após o ensaio (55,55MPa)

4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

Para o grupo controle observou-se antes da realização dos ensaios uma interface metal-cerâmica com trincas (Figura 4.6). Na figura 4.7 é possível visualizar a interface formada pelo titânio e o filme de platina, antes da aplicação da cerâmica, na qual podemos visualizar o titânio (Ti), a interface formada pelo filme de platina (I),a camada de óxido (O) e a cerâmica(C).

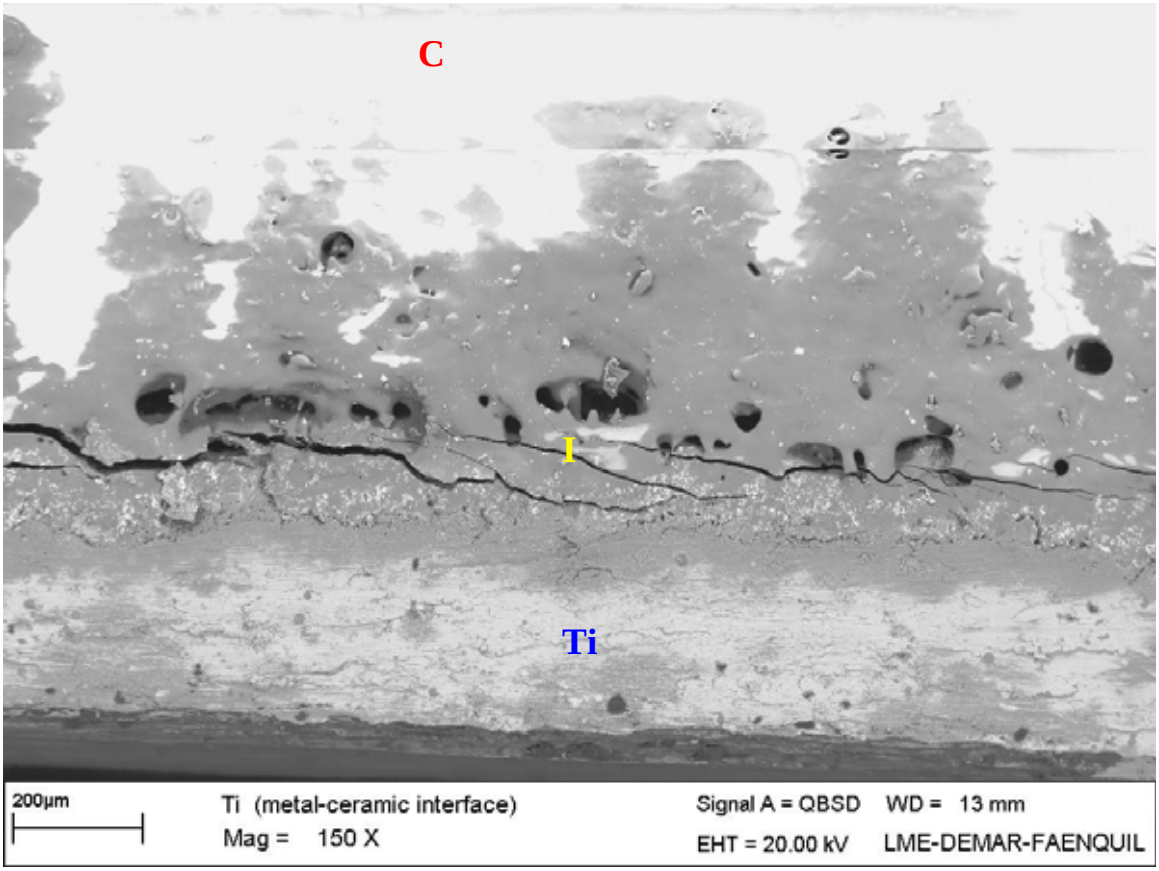
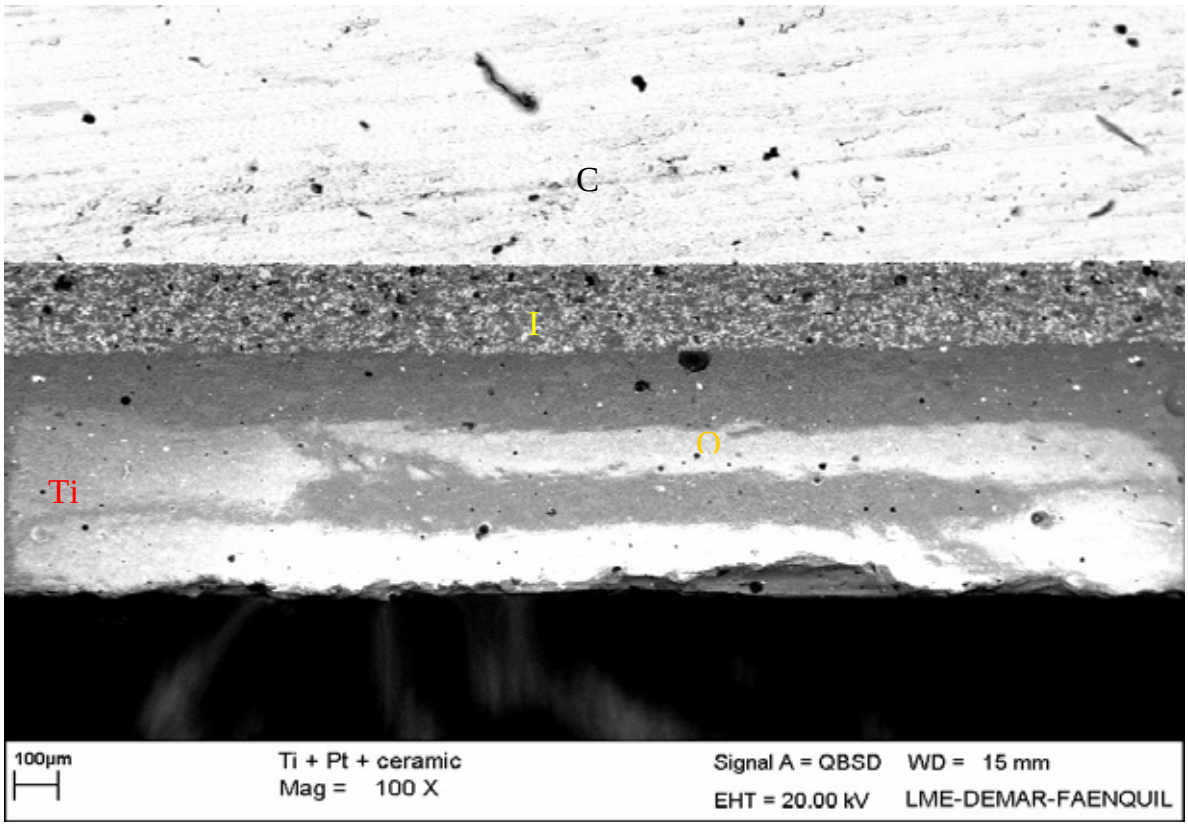


Figura 4.6 – MEV da interface titânio-cerâmica de uma amostra do grupo controle (30,67MPa)

Na Figura 4.8 é possível visualizar a análise por microssonda da amostra visualizada anteriormente pela Figura 4.7. Nota-se que não é identificada a presença do filme de platina na região correspondente à interface (I).



o

Figura 4.7 – MEV da interface titânio-cerâmica de uma amostra do grupo experimental (33,33MPa)

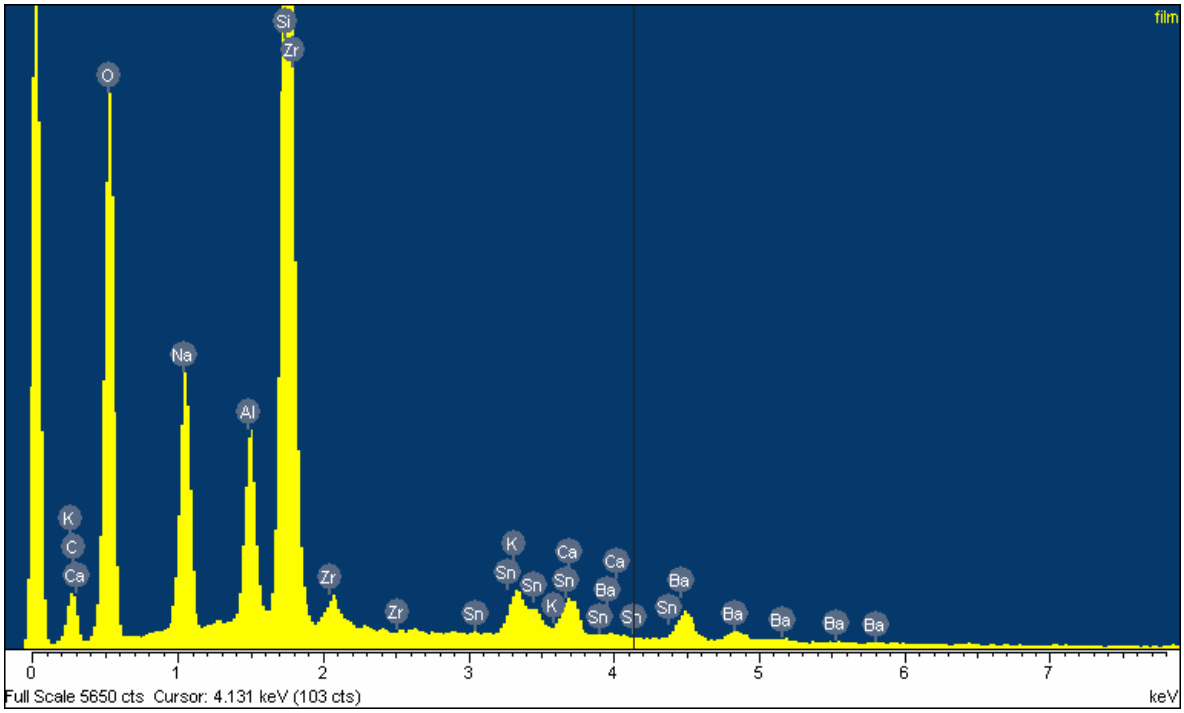


Figura 4.8 – EDS da região interfacial da amostra do grupo experimental (33,33MPa)

Anteriormente à realização dos ensaios, a interface titânio-filme foi submetida à análise por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e também pela Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X ou análise por microssonda, como já foi descrito no item Materiais e Métodos.

A interface titânio-filme de platina é visualizada como uma camada fina, brilhante e aderente à superfície do titânio (Figura 4.9). Com a análise por meio de EDS foi possível identificar a presença de platina (Figura 4.10).

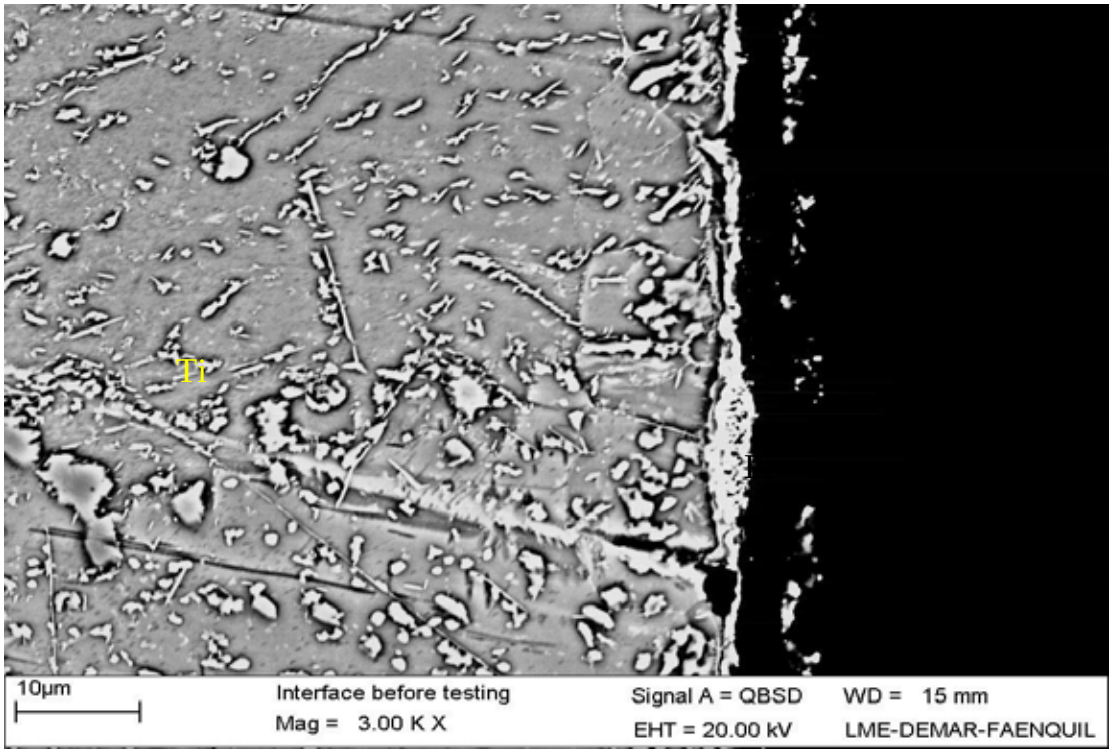


Figura 4.9 – MEV da interface titânio-filme de platina

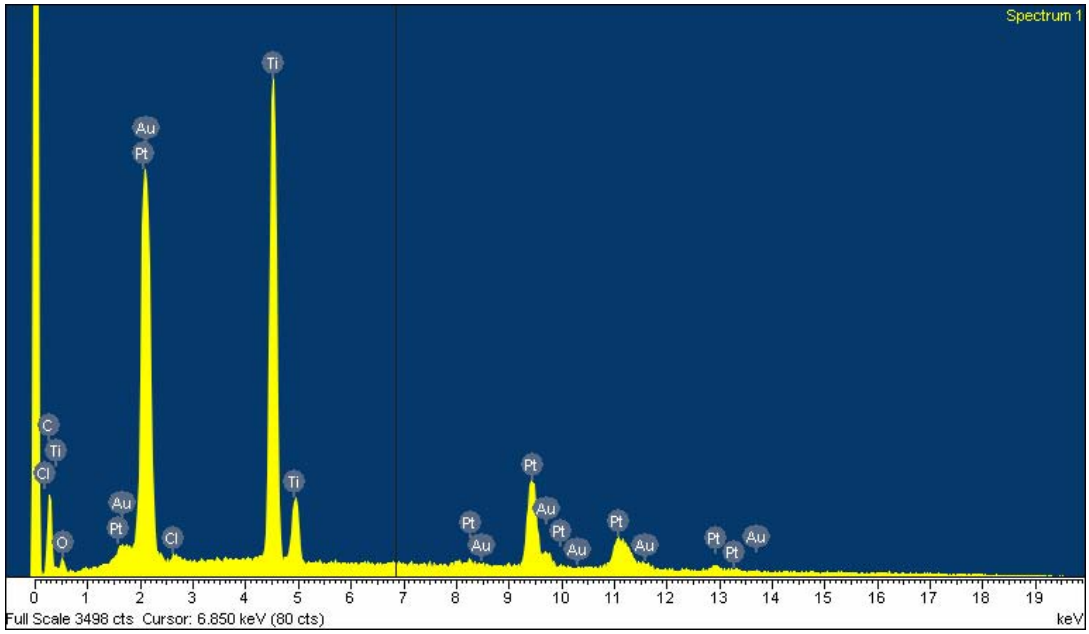


Figura 4.10 – EDS da interface titânio-filme de platina

Na Figura 4.11 é possível observar a interface de uma amostra do grupo experimental (55,55MPa) após a realização do ensaio de flexão de três pontos, onde podem ser identificadas duas regiões: o titânio (Ti) e a presença de uma região mais clara (L). A análise desta amostra por meio de EDS não identificou a presença do filme de platina.

Após o ensaio de flexão de três pontos, duas amostras de cada grupo foram selecionadas e submetidas à análise por meio de microscopia eletrônica de varredura e EDS. As amostras não foram escolhidas aleatoriamente. De cada grupo, foram selecionadas as que obtiveram respectivamente o maior e o menor valor de resistência de união.

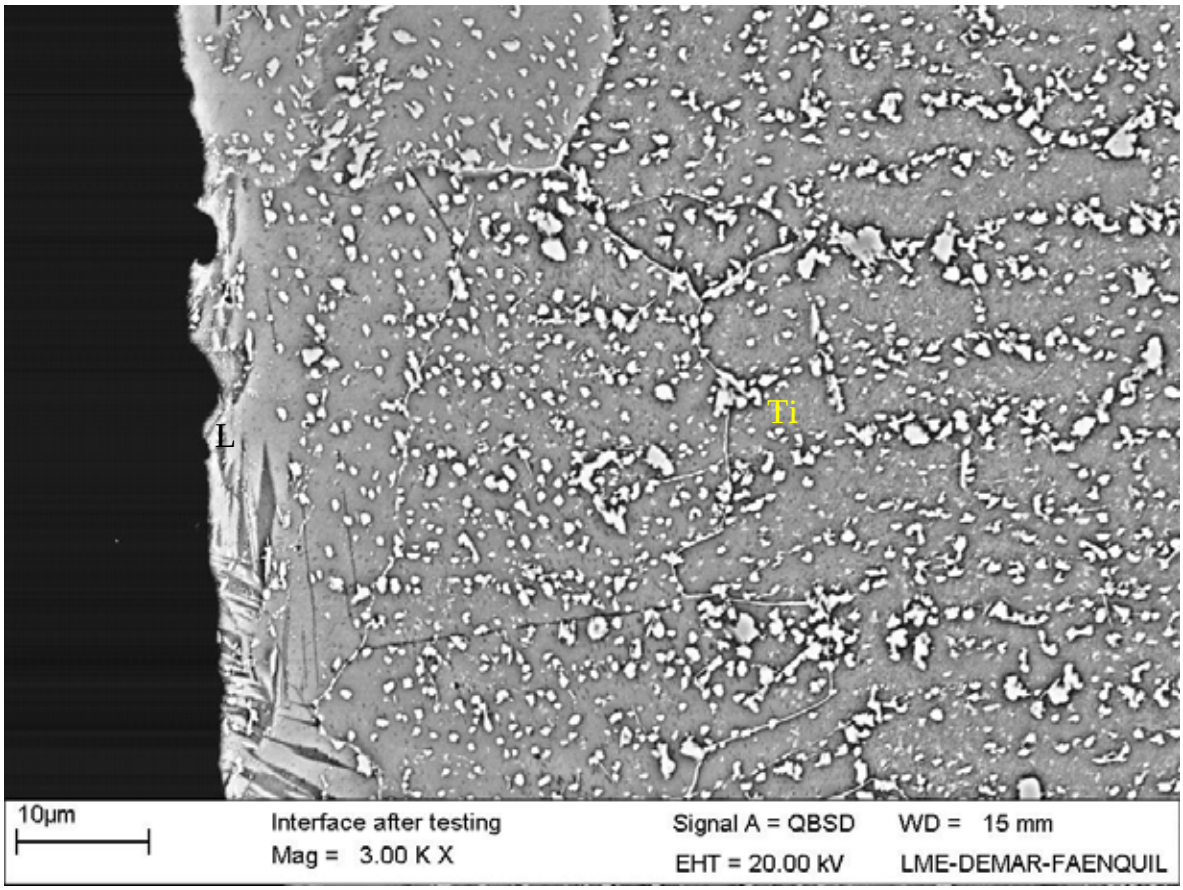


Figura 4.11 – MEV da região do descolamento da cerâmica de uma amostra do grupo experimental (55,55MPa)

Nas Figuras 4.12 e 4.13 é possível visualizar a microscopia eletrônica de varredura (MEV) da amostra do grupo controle correspondente à resistência de 30,67MPa. Na Figura 4.12 é possível visualizar três regiões a serem destacadas: o titânio (Ti), o adesivo (B) e a superfície representada pelo descolamento da cerâmica (D). Em maior aumento na Figura 4.13, verificou-se a presença de titânio (Ti) na região mais clara e da cerâmica (C) na região mais escura.

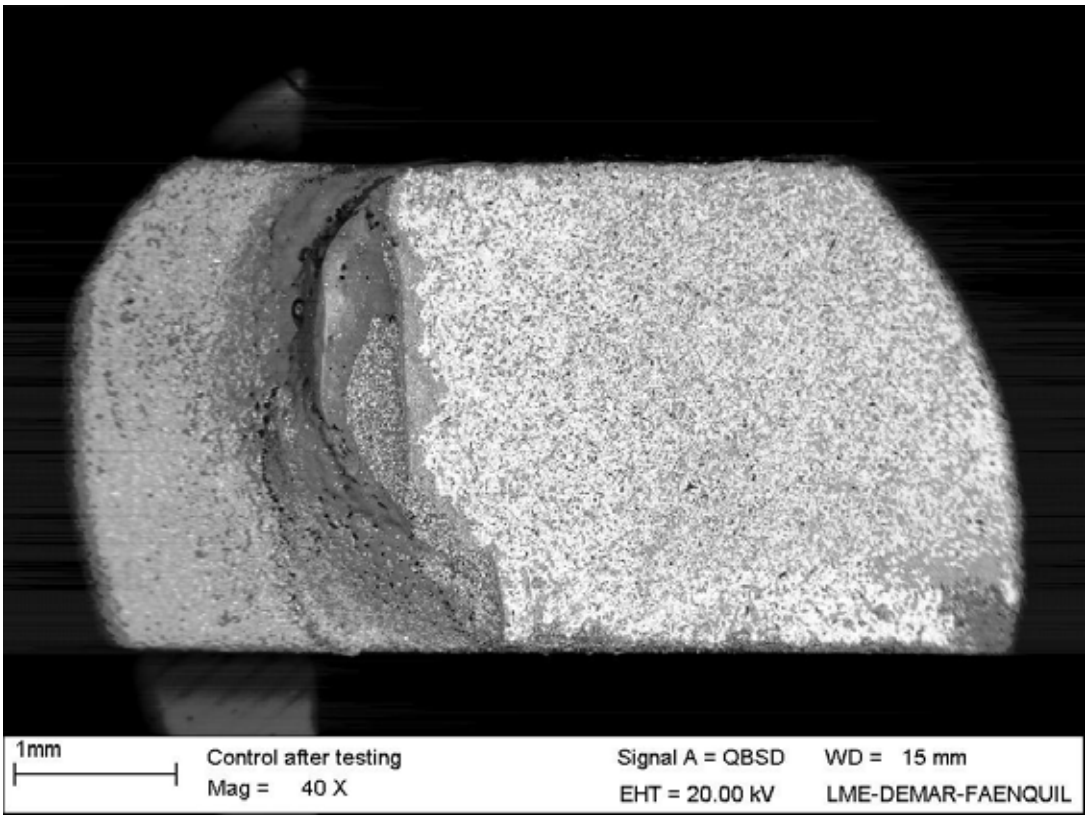


Figura 4.12 - MEV do corpo-de-prova do grupo controle (30,67MPa)

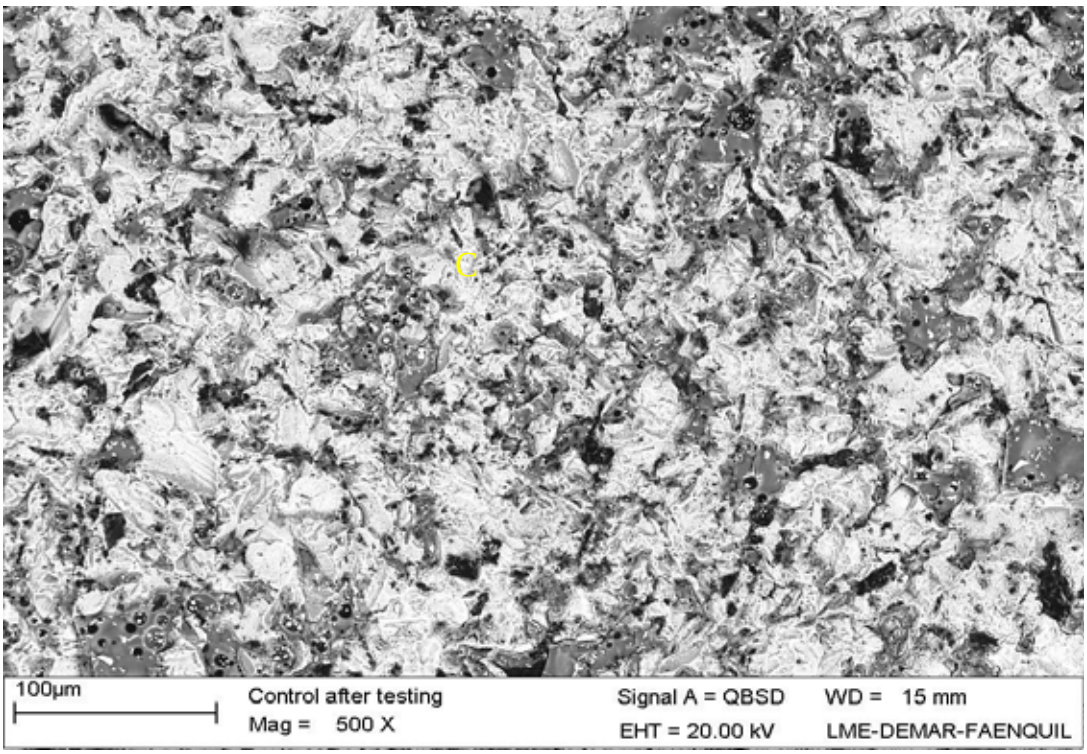


Figura 4.13 – MEV da região do descolamento da cerâmica de uma amostra do grupo controle (30,67MPa)

Nas Figuras 4.14 e 4.15 é possível verificar a análise por meio de EDS da amostra do grupo controle em suas regiões clara e escura, respectivamente, identificadas desta forma de acordo com a imagem correspondente à Figura 4.13.

Verificou-se através desta análise que a região “clara” é rica em titânio enquanto que a região “escura” é rica em silício.

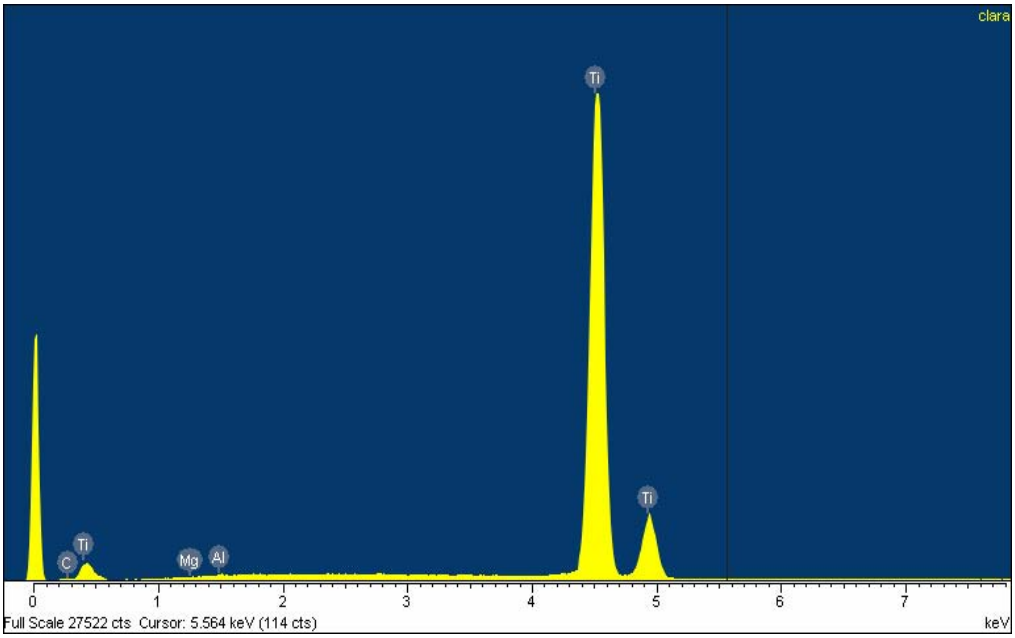


Figura 4.14 – EDS da região “clara” da amostra do grupo controle (30,67MPa)

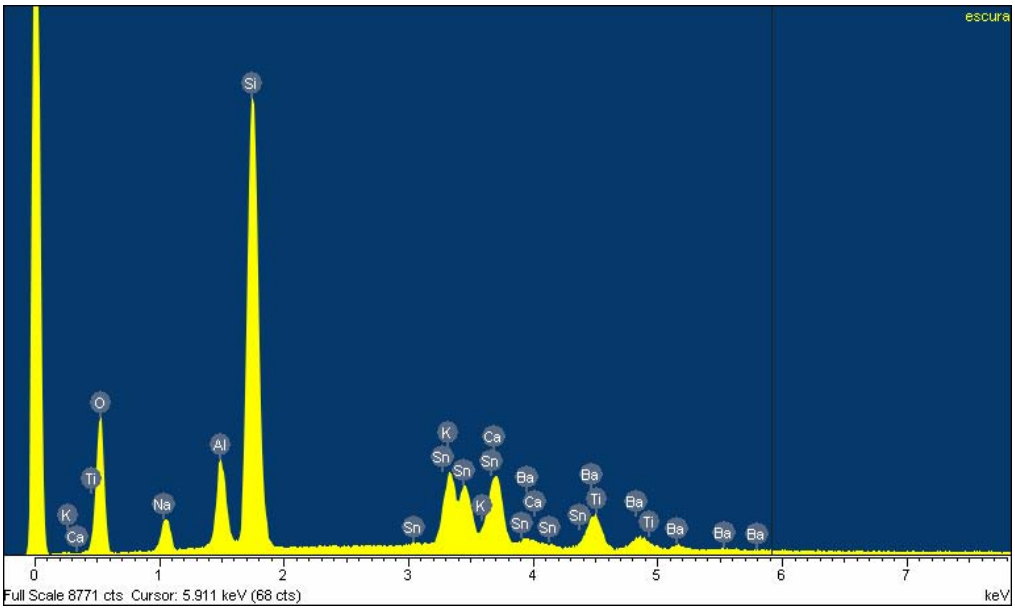


Figura 4.15 – EDS da região “escura” da amostra do grupo controle (30,67MPa)

Nas Figuras 4.16 e 4.17 observa-se a microscopia eletrônica de varredura (MEV) da amostra do grupo controle correspondente ao corpo-de-prova de resistência igual a 17,33MPa, eliminada dos dados para o cálculo da estatística comparativa entre os grupos, devido à presença de defeitos de união em nível macroscópico.

Na Figura 4.16 é possível visualizar três regiões a serem destacadas: o titânio (Ti), o adesivo (B) e a superfície representada pelo descolamento da cerâmica (D), destacada em maior aumento na Figura 4.17, na qual pode ser observada a presença de titânio (Ti) na região mais clara e da cerâmica (C) na região mais escura.

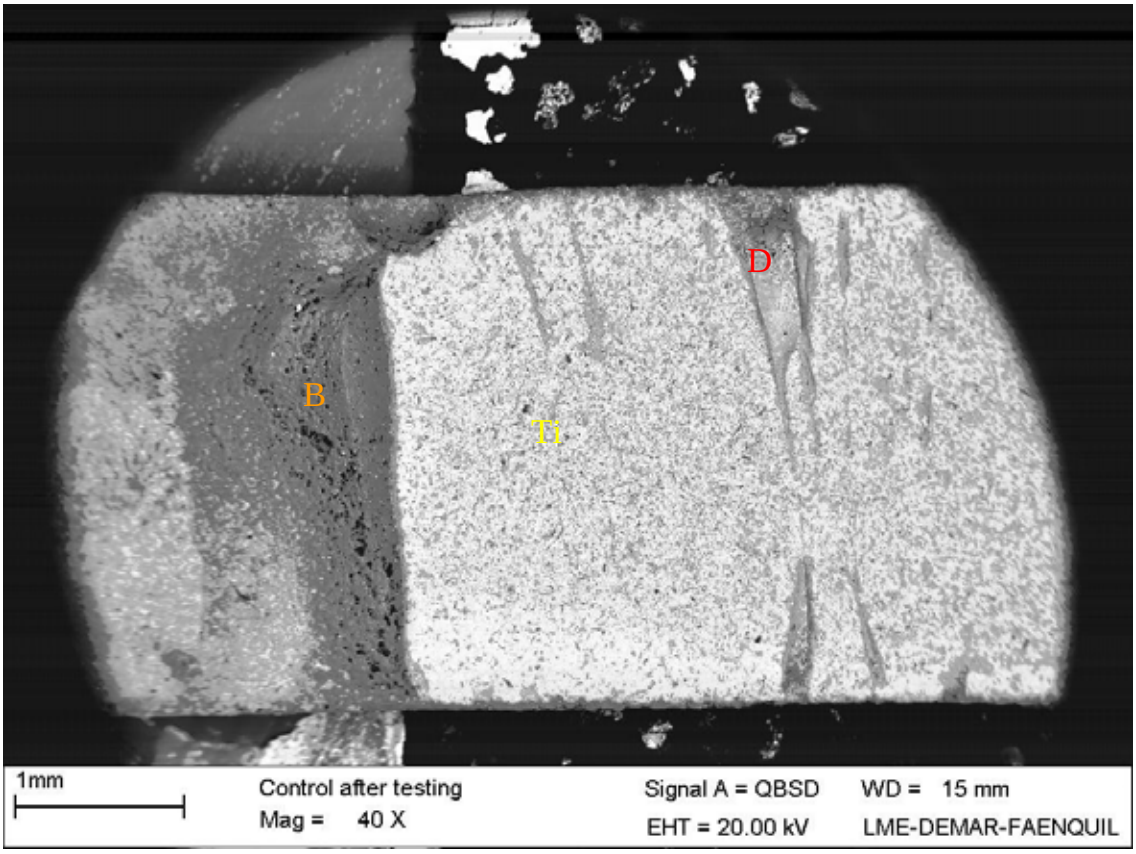


Figura 4.16 – MEV do corpo-de-prova do grupo controle (17,33MPa)

Com a realização do EDS na superfície dessas amostras verificou-se a composição das regiões “clara” e “escura” (Figuras 4.18 e 4.19), identificadas desta forma de acordo com a imagem correspondente à Figura 4.17.

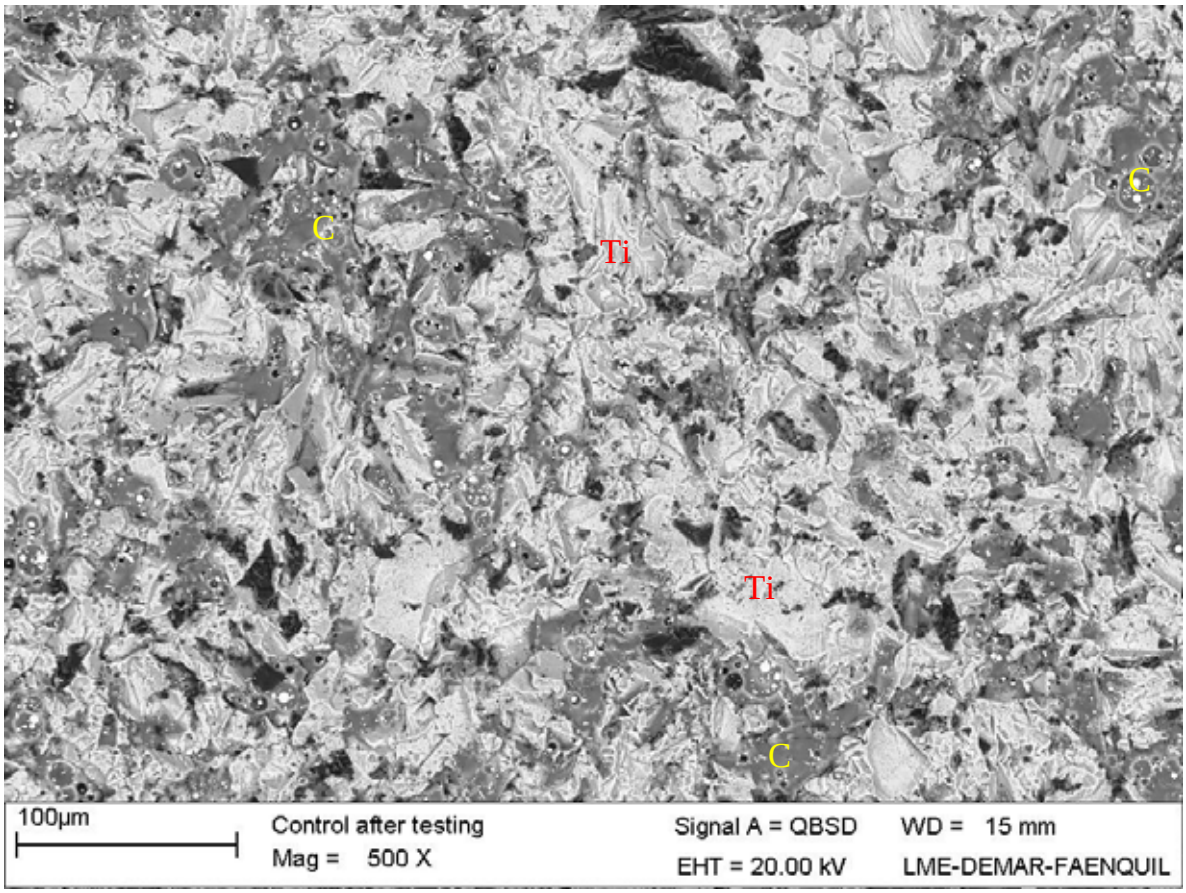


Figura 4.17 – MEV da região do descolamento da cerâmica de uma amostra do grupo controle (17,33MPa)

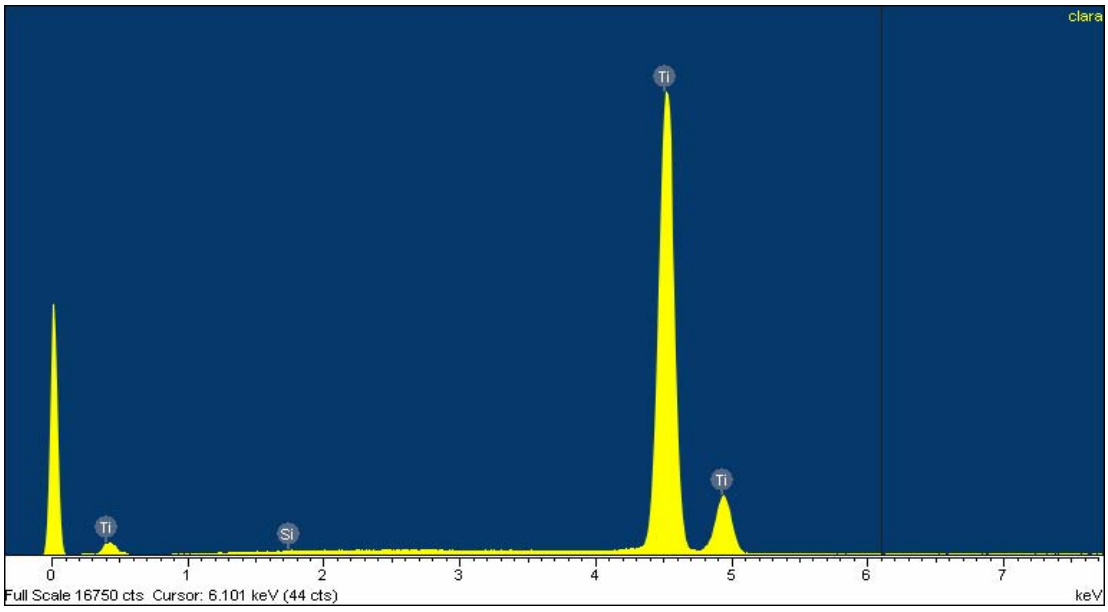


Figura 4.18 – EDS da região “clara” da amostra do grupo controle (17,33MPa)

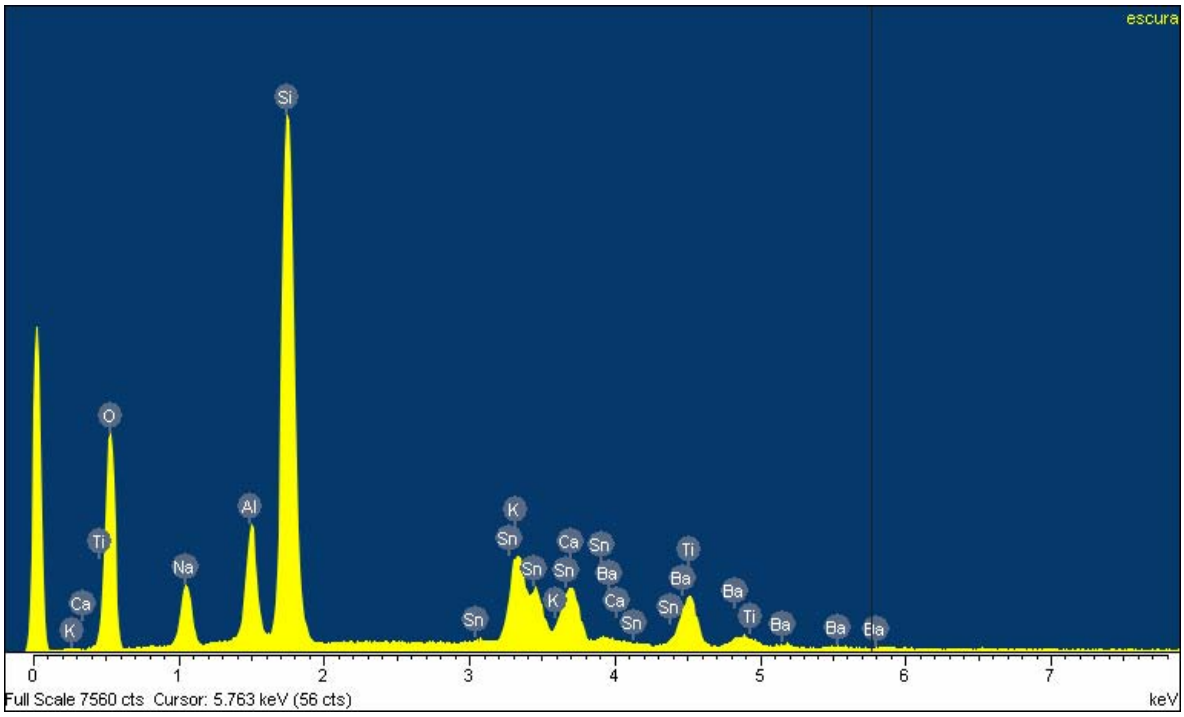


Figura 4.19 – EDS da região “escura” da amostra do grupo controle (17,33MPa)

Uma análise pr meio de EDS, mais específica, da região escura pode ser visualizada na Figura 4.20.

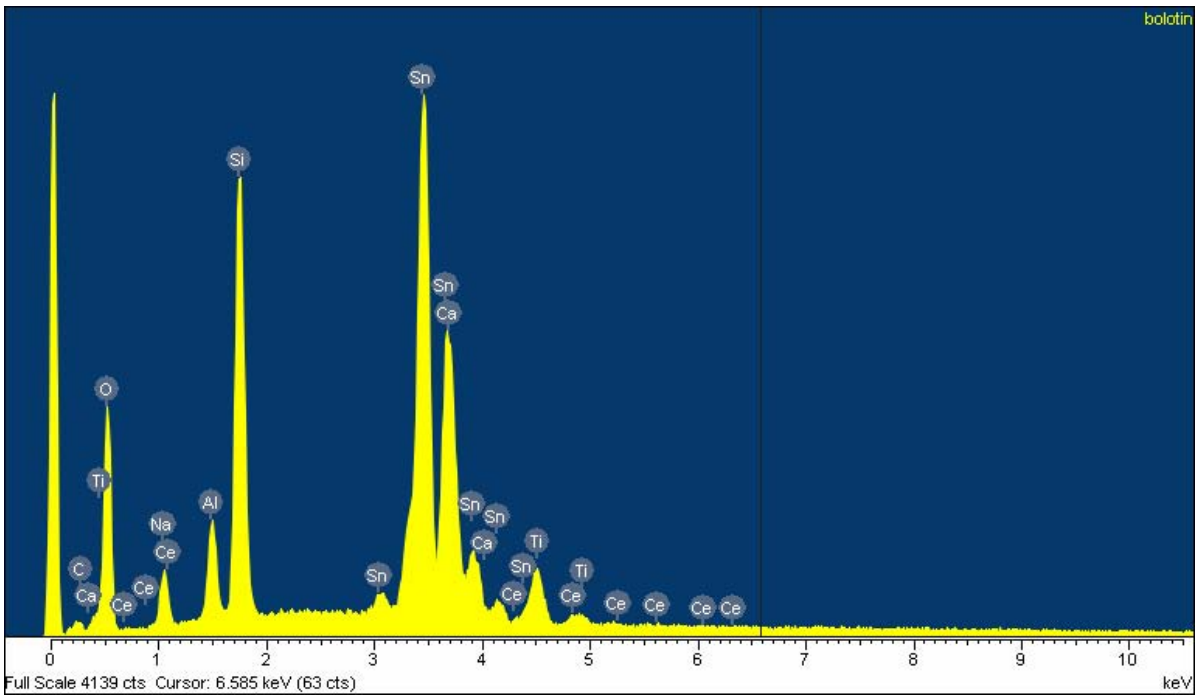


Figura 4.20 – EDS específico de uma porção da região “escura”

Assim como foi realizado para as amostras do grupo controle, as amostras do grupo experimental foram submetidas à análise por meio de microscopia eletrônica de varredura.

A partir da realização da MEV na amostra de maior valor de resistência de união (33,33MPa) verificou-se três regiões a serem destacadas (Figura 4.21): o titânio (Ti), o adesivo (B) e a superfície representada pelo descolamento da cerâmica (D).Um maior aumento (Figura 4.22) possibilitou a verificação da presença de titânio (Ti) na região mais clara e da cerâmica (C) na região mais escura.

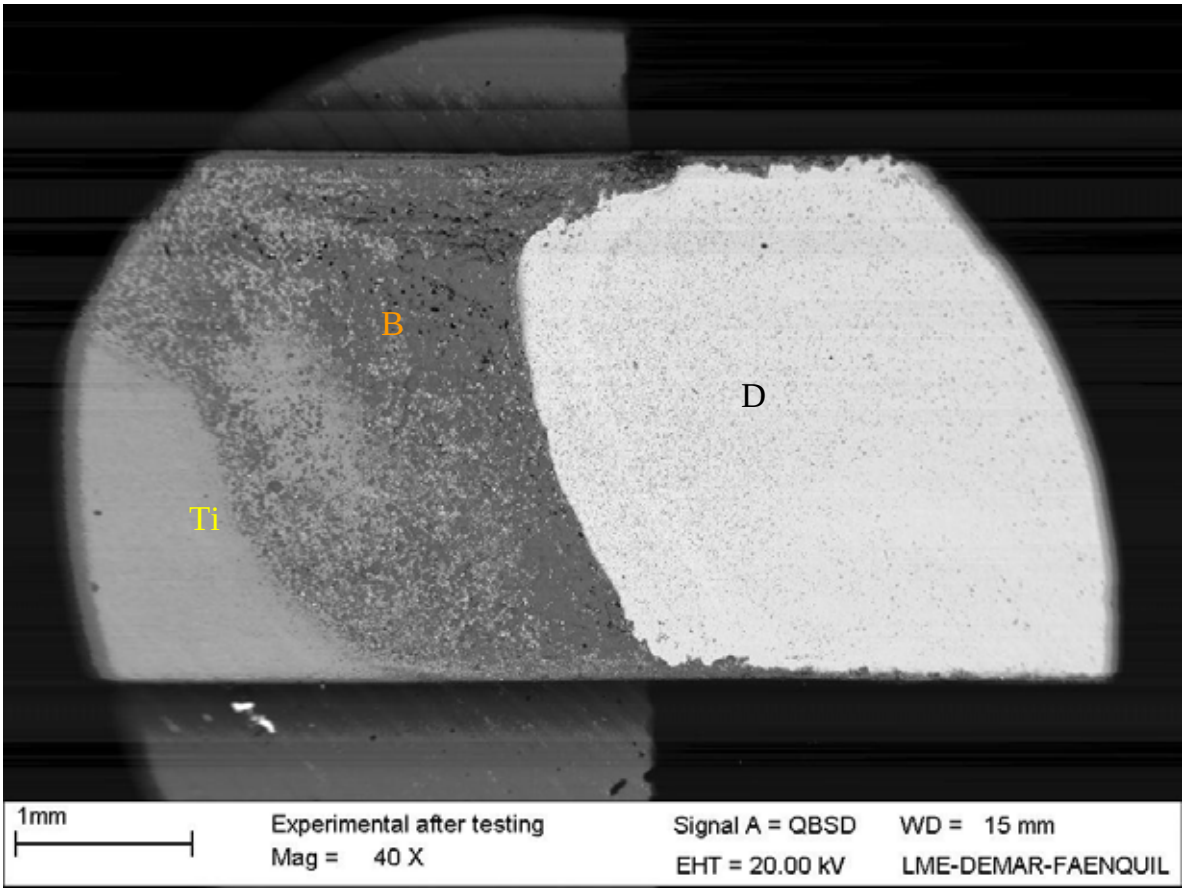


Figura 4.21 – MEV do corpo-de-prova do grupo experimental (33,33MPa)

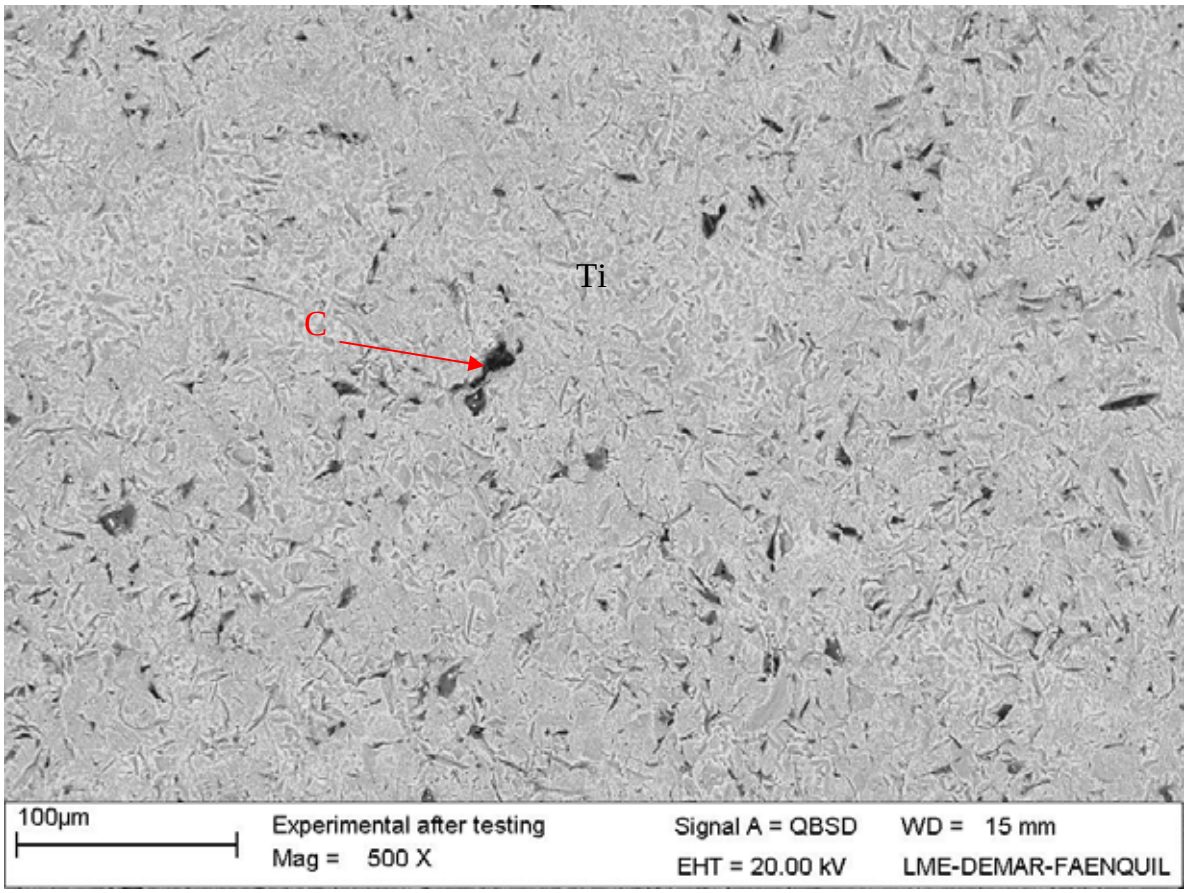


Figura 4.22 – MEV da região do descolamento da cerâmica de uma amostra do grupo experimental (33,33MPa)

Nas Figuras 4.23 e 4.24 pode-se observar a análise por meio de EDS da amostra do grupo experimental correspondente à Figura 4.22, região “clara” e “escura” respectivamente.

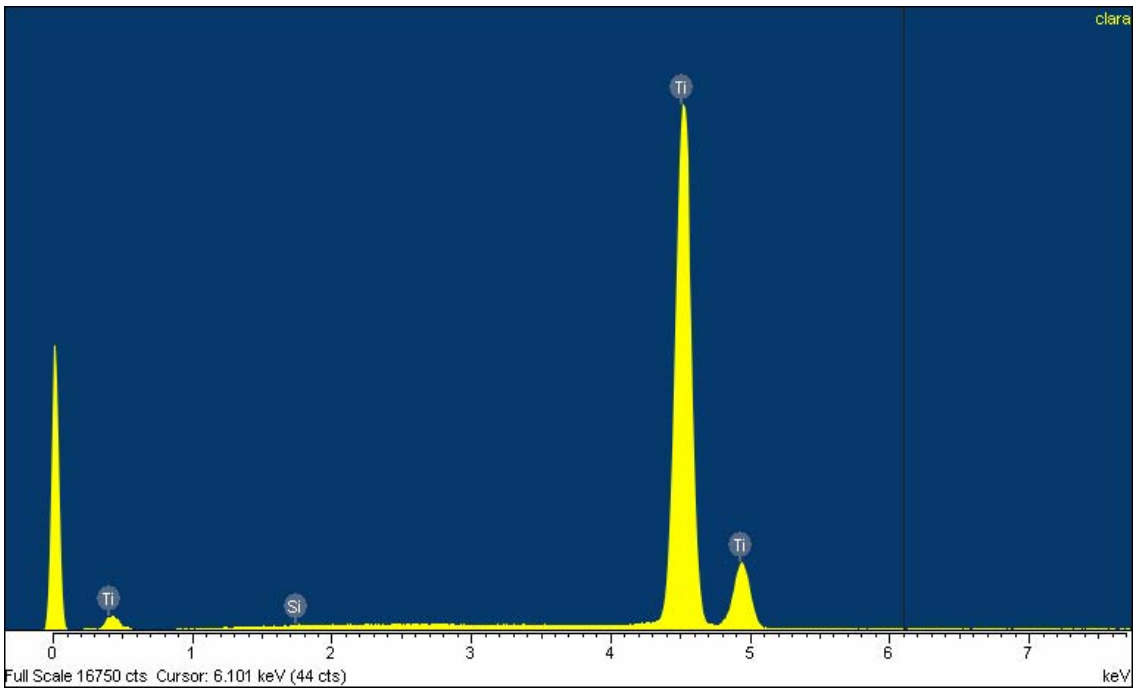


Figura 4.23 - EDS da região “clara” da amostra do grupo experimental (33,33MPa)

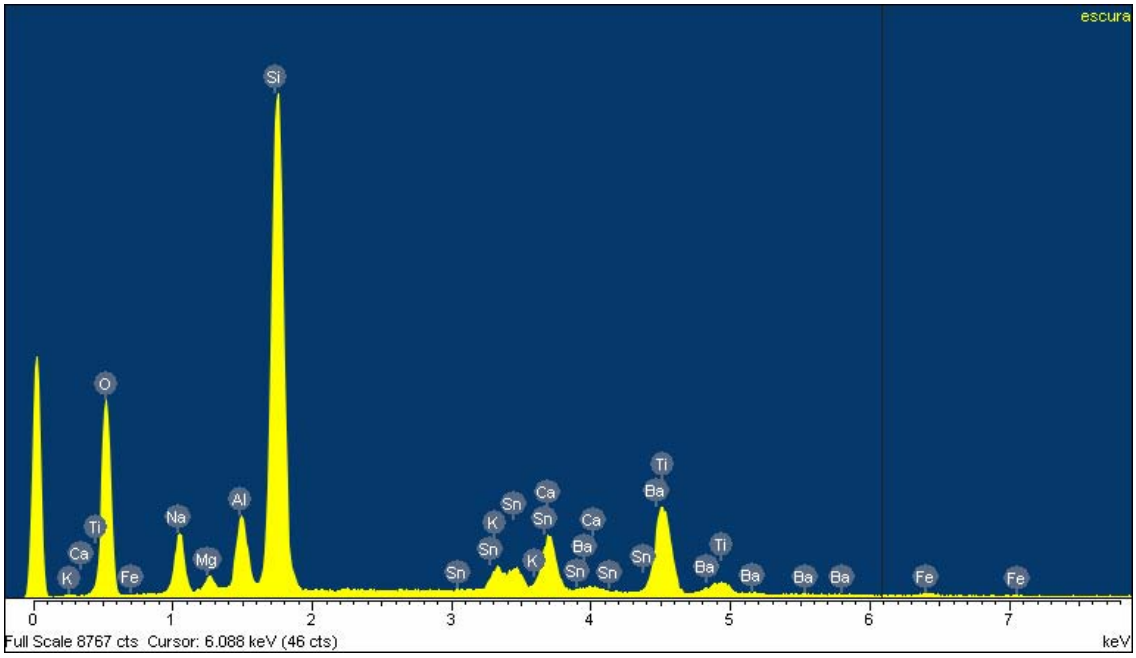


Figura 4.24 - EDS da região “escura” da amostra do grupo experimental (33,33MPa)

Na Figura 4.25 observa-se três regiões na amostra do grupo experimental de menor resistência de união (16,89MPa): o titânio (Ti), o adesivo (B) e a superfície representada pelo descolamento da cerâmica (D), assim como para as outras amostras com maior aumento (Figura 4.26), observa-se a presença de titânio (Ti) na região mais clara e da cerâmica (C) na região mais escura.

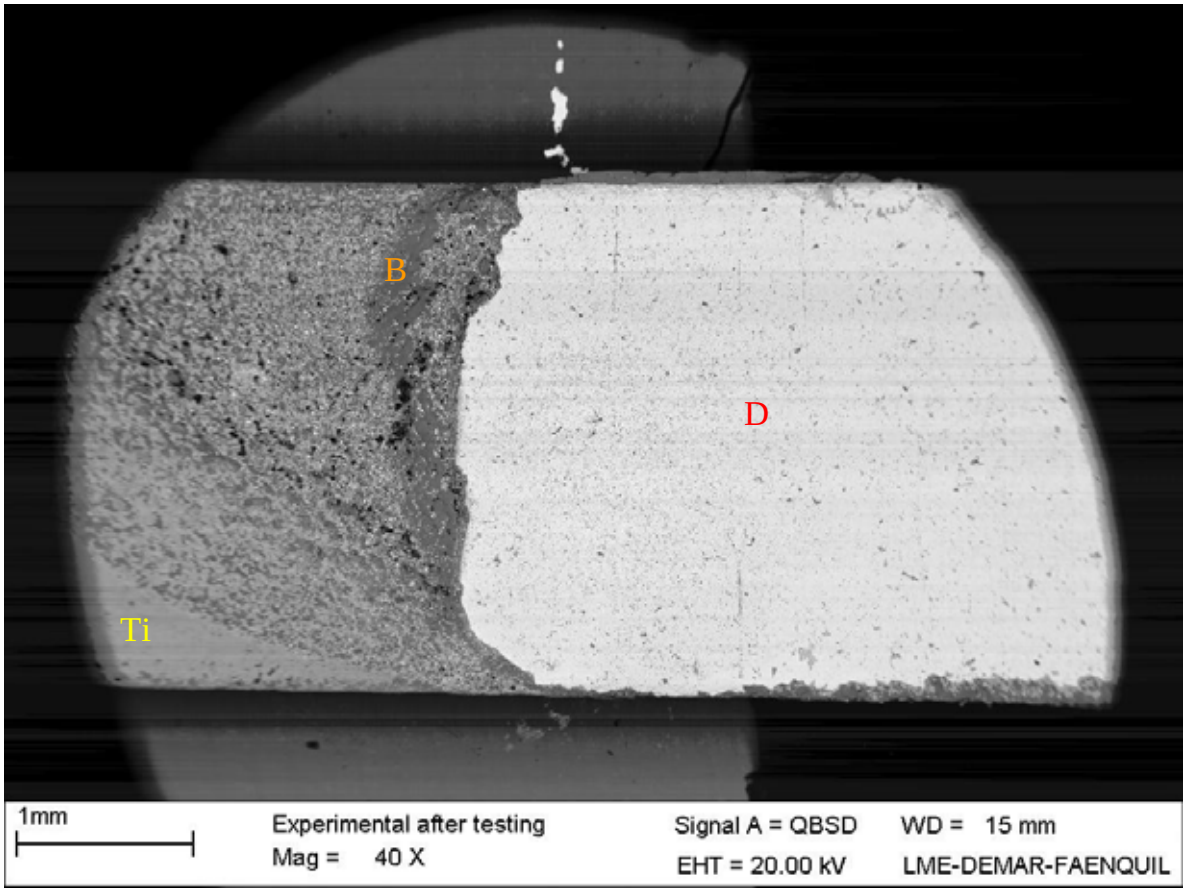


Figura 4.25 – MEV do corpo-de-prova do grupo experimental (16,89MPa)

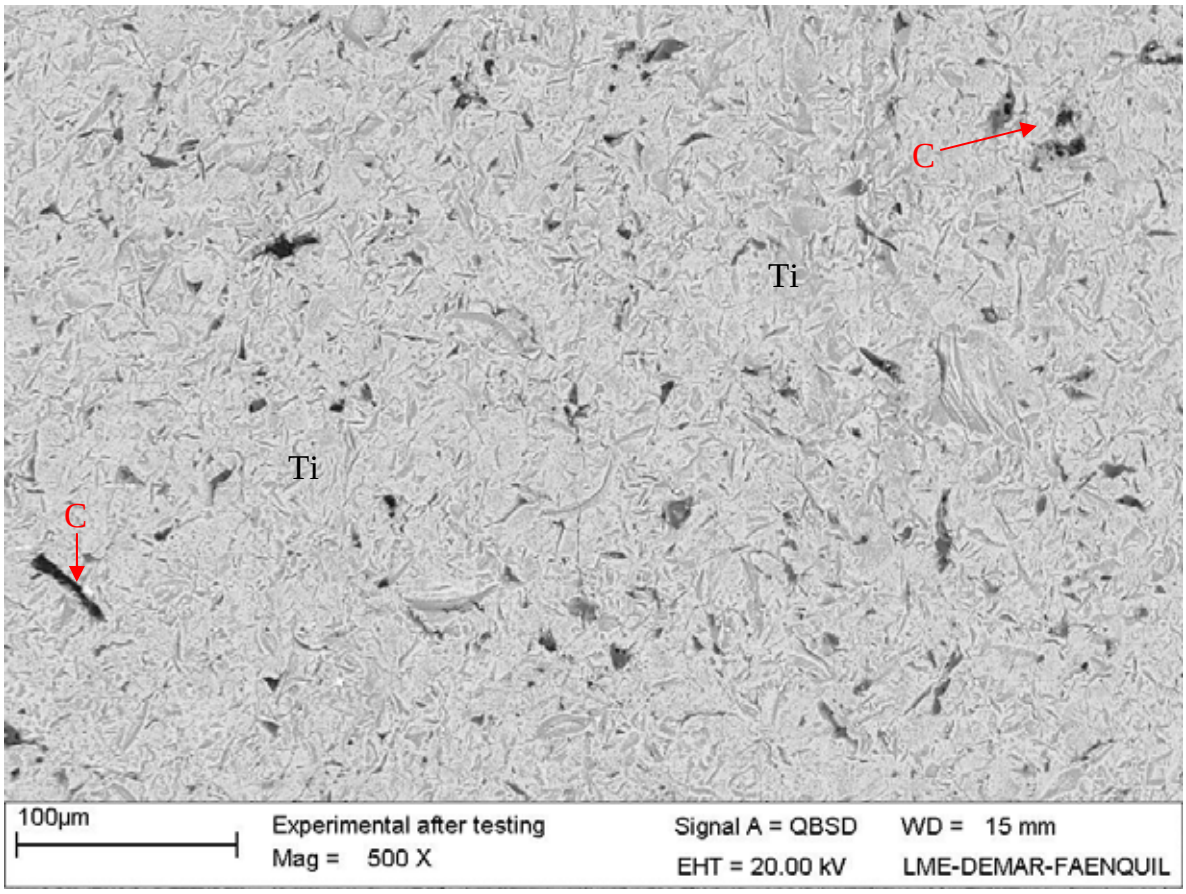


Figura 4.26 – MEV da região do descolamento da cerâmica de uma amostra do grupo experimental (16,89MPa)

Nas Figuras 4.27 e 4.28 observa-se o resultado da análise por meio de microssonda (EDS) da amostra visualizada na Figura 4.25. Na Figura 4.27 verifica-se os elementos presentes na região “clara” enquanto que na Figura 4.28 os elementos da região “escura”.

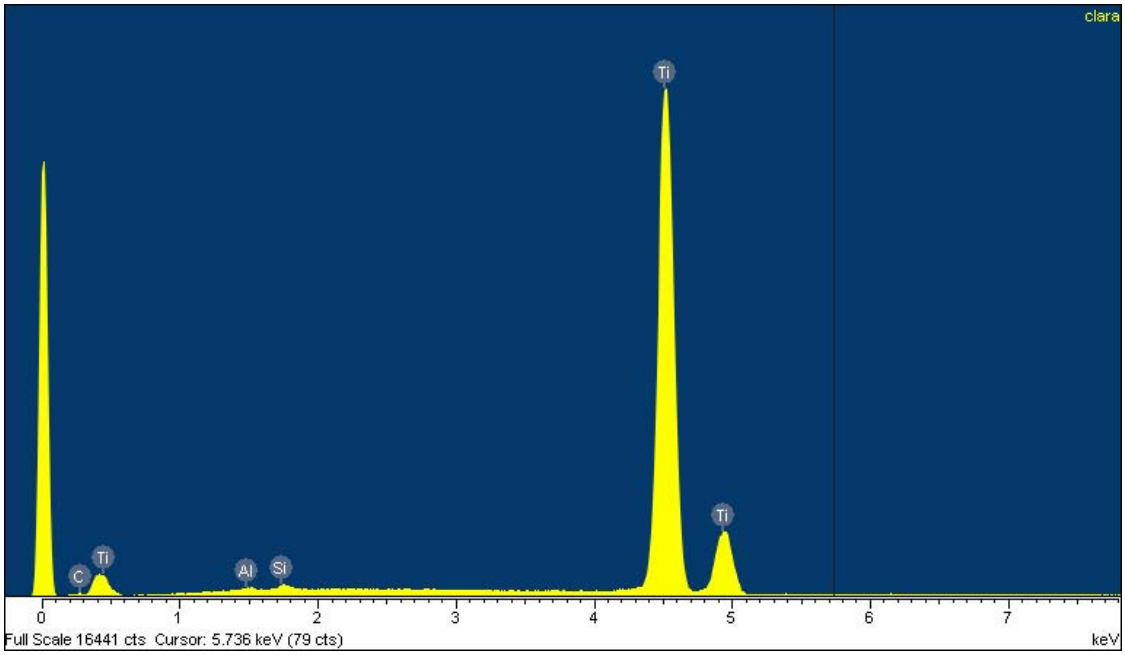


Figura 4.27 - EDS da região “clara” da amostra do grupo experimental (16,89MPa)

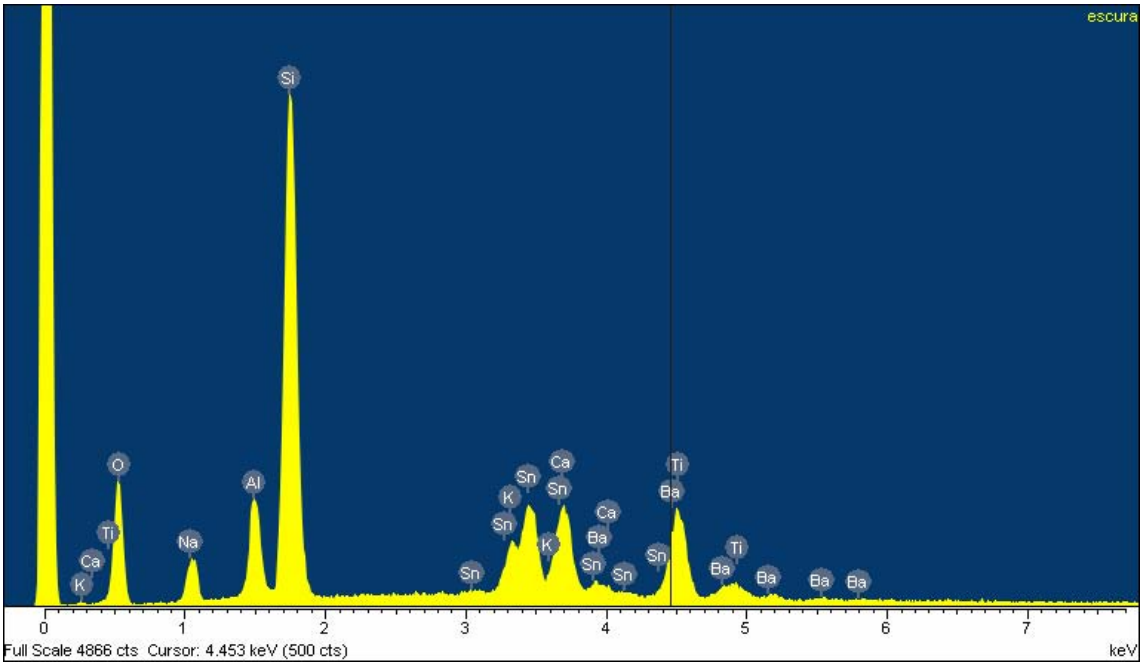


Figura 4.28 - EDS da região “escura” da amostra do grupo experimental (16,89MPa)

Com a utilização do feixe de elétrons secundários foi possível realizar uma análise da topografia da superfície de descolamento da cerâmica da amostra do grupo controle com o menor valor de resistência de união (17,33MPa) (Figura 4.29) e da amostra do grupo experimental com maior valor de resistência(33,33MPa) (Figura 4.30).

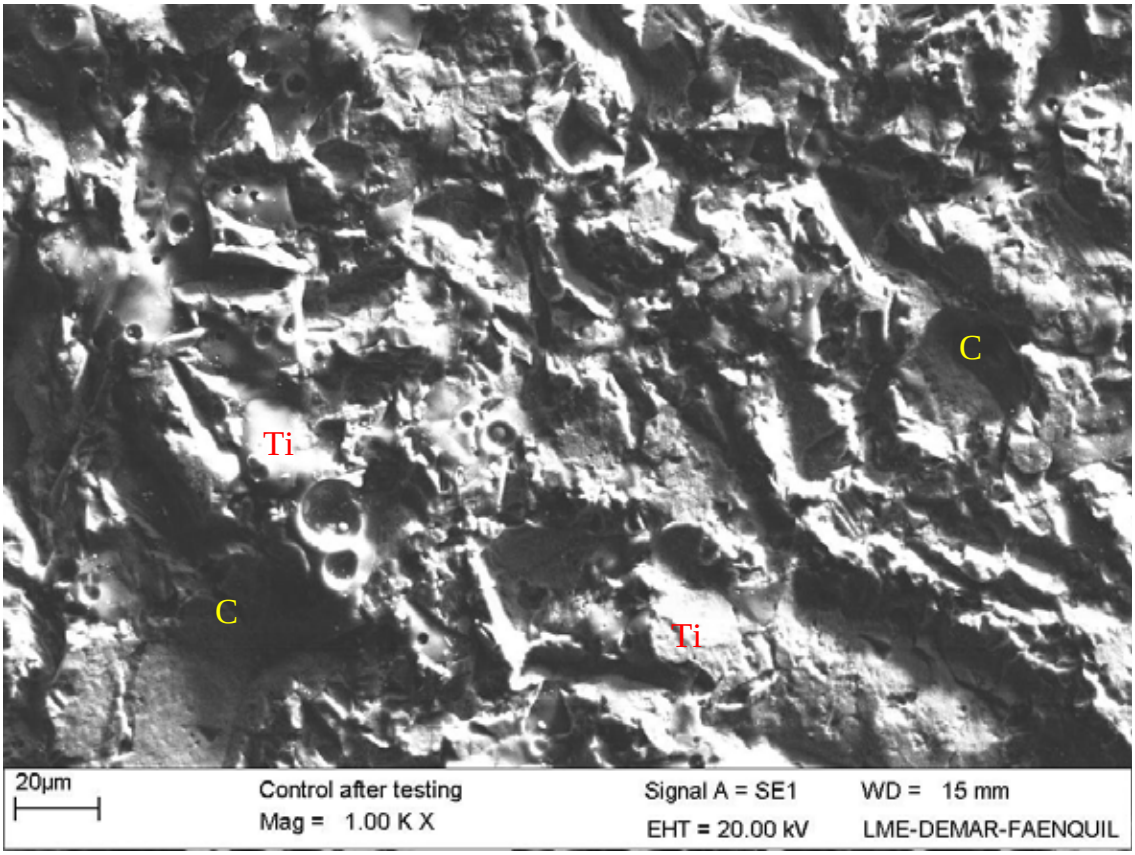


Figura 4.29 – MEV da topografia de uma das mostras do grupo controle (17,33MPa)

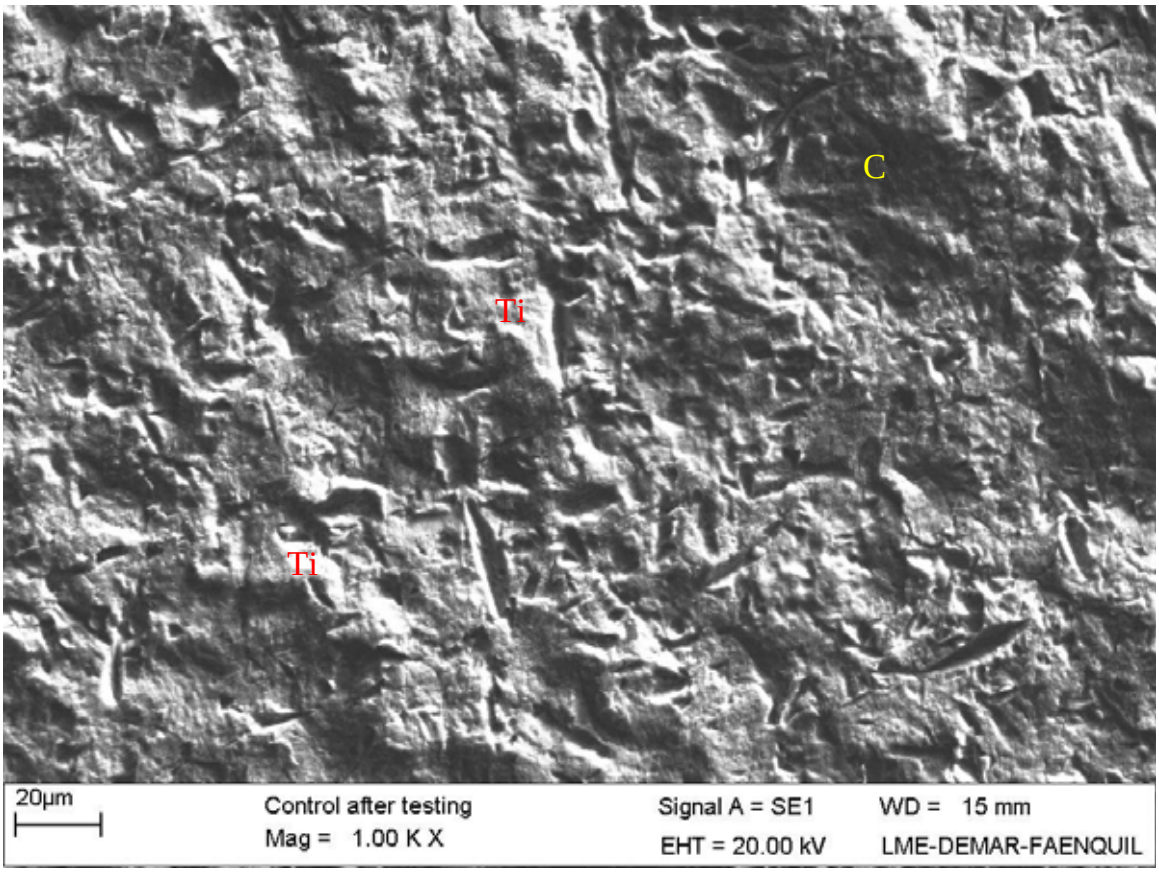


Figura 4.30 – MEV da topografia de uma das mostras do grupo experimental (33,33MPa)

5 DISCUSSÃO

A adesão metal-cerâmica há anos é descrita na Odontologia. Desde as primeiras investigações, já se sabia que as ligas usadas para a adesão à porcelana deveriam reunir muito mais requisitos que as ligas de ouro tradicionais.

A procura por novos metais e ligas, de acordo com Bezzon et al. (2001), teve início em meados de 1978, quando o preço do ouro começou a se elevar severamente, obrigando os fabricantes à redução do conteúdo de metais nobres para uso odontológico e também à procura por novos metais e suas ligas.

Desde a década de oitenta, o titânio vem sendo utilizado na fabricação de próteses, destacando-se as restaurações em metal-cerâmica (KIKUCHI et al., 2003; MONDELLI , 1995). Aos poucos, devido a sua elevada resistência à corrosão, excelente biocompatibilidade baixa densidade e custo levemente reduzido comparado ao das ligas de metais nobres, o titânio comercialmente puro tornou-se popular. Entretanto, existem limitações relacionadas ao seu processamento que dificultam sua aceitação para uso clínico.

Atualmente, diversas pesquisas vem sendo desenvolvidas buscando minimizar esses inconvenientes, principalmente em relação à fundição e a formação de uma espessa camada de óxido, denominada **α-case** (MORI et al.,1997; WANG E FENTON, 1998; SUANSUWAN E SWAIN, 2003; SADEQ et al., 2003).

Uma camada de óxido de titânio formada na superfície no metal durante a queima é associada a falhas de adesão metal-cerâmica. Vários autores têm investigado as causas da formação desta camada (MACKERT JR. et al., 1988, WANG; MEYER; KATZ, 1998, TAIRA et al., 1998; ADACHI et al., 1990, ATSÜ; BERKSUN, 2000, CHUNG et al., 2002) e, muitos deles acreditam que esse fator possa contribuir para o entendimento de uma fraca adesão entre o titânio e a cerâmica.

Segundo Chung et al. (2002), os requisitos para que seja alcançada uma boa adesão metal-cerâmica são dois: inicialmente, deve haver um óxido presente na interface o qual, posteriormente, deve estar aderente ao metal. Por outro lado, uma camada muito fina ou muito espessa faz com que a adesão seja insuficiente. Se nenhum óxido estiver presente na superfície do metal, o adesivo irá aderir ao metal, resultando numa baixa adesão. No caso do titânio, além de todos esses fatores, se o óxido é excessivo e poroso, a interface será enfraquecida porque esse óxido pode romper-se facilmente, como pode ser visualizado na Figura 4.6.

De acordo com Taira et al. (1998) e Adachi et al. (1998), o excesso de óxido da superfície pode ser uma possível causa da diminuição da durabilidade da união metal-cerâmica. Constatou-se que quando o titânio foi jateado com alumina, assim como foi realizado no grupo controle do presente estudo, a durabilidade foi considerada clinicamente suficiente.

De acordo com Cai (2001) e Fischer (2002), o óxido formado na superfície da liga pode se difundir parcialmente dentro da porcelana e, tal difusão pode ser melhorada pelo aumento do tempo de queima da cerâmica, sendo considerado pelos autores como sendo um dos contribuintes da adesão.

Segundo Chung et al. (2002) e Adachi et al. (1998), essa oxidação pode continuar durante a queima tornando o óxido não aderente ao longo desse processo.

Chung et al. (2002) e Wang, Welsch e Monteiro (1999), destacam o fato de o titânio possuir uma elevada energia de Gibbs ($\Delta G<0$), que faz com que uma oxidação continuada possa ser resultante de reações de redução dos óxidos dentro da porcelana, diminuindo a camada de óxido e, conseqüentemente, a adesão. Estes últimos, ainda destacam que o vácuo realizado pelos fornos de queima de cerâmica odontológicos é de aproximadamente 10^{-2} torr, sendo insuficiente para prevenir a oxidação do titânio.

Outros fatores que também relacionados com a temperatura de queima da cerâmica são, segundo Wang, Meyers e Katz (1998), , a

transformação de fase do titânio, que poderia ocorrer a temperaturas acima de 860ºC. Yamada et al. (2005) consideram em seu estudo, que a oxidação do titânio ocorre pela difusão do oxigênio dentro da rede de titânio.

Embora a teoria da camada de óxido como sendo uma camada intermediária seja defendida pela maioria dos autores, duas teorias a contradizem: a teoria da “interface de saturação” , preconizada por King et al. (1959) e sua teoria modificada por Pask e Fulrath (1962) (apud Mackert et al., 1988), as quais defendem a hipótese de que a presença de poucos óxidos ou até a presença insignificantes dos mesmos, é suficiente para que uma boa adesão ocorra em restaurações em metal-cerâmica.

De acordo com Wang e Fung (1997), com o objetivo de prevenir a oxidação excessiva do titânio durante a queima da porcelana, diversos metais puros e cerâmicas vêm sendo utilizados em sua superfície como cobertura servindo como barreira à difusão de oxigênio. Em contrapartida, Derand e Hero (1992) demonstraram que um agente de união a base de ouro não foi efetivo como cobertura, com a finalidade de barreira de difusão de oxigênio. Okazaki et al. (1998) e Sadeq et al. (2003) também pesquisaram o emprego do ouro, mas apenas os primeiros obtiveram resultados favoráveis, possivelmente associado à sensibilidade da técnica de preparação dos corpo-de-prova ou aos critérios utilizados para a determinação da carga.

Chung et al. (2002) passaram a defender a idéia anteriormente proposta de que uma camada intermediária poderia minimizar a oxidação do substrato metálico e promover a adesão. No entanto, de acordo com esses autores, há informações limitadas em relação à aplicação de uma camada que possua, principalmente, biocompatibilidade e união à cerâmica odontológica.

No presente estudo, foi proposta uma deposição por meio de pulverização catódica, de um filme fino de platina, como camada intermediária. Os resultados apresentados na Tabela 1 permitem sua indicação para uso clínico já que a média dos valores calculados encontra-se de acordo com o valor requerido de 25MPa.

A finalidade deste estudo, assim como a dos demais estudos citados anteriormente, foi a de aumentar a resistência de união entre o titânio e a cerâmica odontológica. Isso somente seria possível, de acordo com o que já foi discutido, se houvesse o controle da natureza oxidativa do titânio, postulada como sendo a causa de sua fraca adesão. No entanto, apesar de terem sido encontrados valores mais altos para o grupo experimental e, em média, terem sido valores superiores a 25MPa, como requerido, e de esses valores terem se aproximado dos valores de resistência obtidos por Garbelini et al. (2003), Yoda et al. (2001) e Atsu e Berksun (2000), possivelmente não tenha havido um total controle da natureza oxidativa do titânio.

Para o grupo experimental (Figura 4.7) oi permitido visualizar que a camada intermediária formada é espessa e se mistura com a camada de cerâmica. A presença de platina não foi detectada pela análise por meio de EDS, como pode ser visualizado na Figura 4.8, que evidencia a presença de componentes da cerâmica e grande quantidade de oxigênio devido à formação de óxidos. No entanto, sua presença após o processo de pulverização catódica pode ser confirmada pela visualização das Figuras 4.9 e 4.10.

Há uma forte tendência de que a platina tenha se difundido na rede do titânio, formando uma solução sólida substitucional e, portanto, impossibilitando sua identificação pelas técnicas utilizadas neste estudo. Como a espessura utilizada foi muito pequena (0,2μm), a realização de novos testes com modificações da espessura de platina é necessária para uma melhor comparação com os demais estudos, assim como um melhor entendimento do fenômeno da difusão nesses sistemas.

De acordo com outros estudos (CHUNG et al., 2002, WANG; MEYERS, KATZ, 1998, SADEQ et al., 2003) que utilizaram espessuras maiores de coberturas ao substrato (1 a 2μm) e apresentaram resistências satisfatórias, estudos sobre a influência da variação de espessura, grau de difusão e capacidade do filme de funcionar como limitante da formação da camada de óxido (barreira de difusão) são necessários para o

reconhecimento de suas aplicações. Wang, Meyers e Katz (1998) defendem a hipótese de que a pulverização catódica pode alterar a oxidação e formar a solução sólida Ti (O) na superfície do titânio, que afeta a adesão química entre a cerâmica e o óxido de titânio e facilita a adesão da cerâmica na superfície.

Em geral, modificações de superfície deveriam ter uma espessura mínima necessária para uniformidade, durabilidade e funcionalidade. Geometrias complexas podem ser tratadas e são relativamente fáceis de preparar. Uma vez que o equipamento é instalado e otimizado para uma deposição específica, o tratamento é rápido e simples.

Atualmente, pouco se conhece sobre as propriedades e características necessárias para que esses filmes ou coberturas melhorem a resistência de união entre o titânio e a cerâmica. Koski et al. (1996) enumeram alguns pontos importantes que podem afetar essa união como: tensões presentes no filme, contaminação da interface, adesão química entre o filme e o substrato, propriedades físicas e rugosidade do substrato (WALTER et al., 1999) e também a química pré-limpeza utilizada para a descontaminação do substrato antes do tratamento. Esses autores citam que, durante a limpeza, o bombardeamento de íons muda a estrutura do substrato e isso influencia no crescimento da cobertura.

No presente trabalho, foi realizada esta limpeza, porém não foi verificada a qualidade de superfície das amostras após a mesma, impedindo que qualquer associação seja realizada entre a resistência de união e o processo em questão.

Um obstáculo ao estudo da resistência de união que também deve ser analisado é a variedade de ensaios mecânicos utilizados e as discrepâncias a eles associadas. Diversos autores têm analisado a resistência de união de sistemas em metal-cerâmica por meio da utilização de ensaios mecânicos como: cisalhamento, tração, flexão, torção e combinação entre alguns deles.

Lenz e Kessel (1998), utilizando a análise por elementos finitos, desenvolveram um método para avaliar a resistência de união metal-cerâmica que foi posteriormente adotado como padrão pela norma ISO

9693. De acordo com esses autores, a espessura do metal e da cerâmica odontológica adotados são similares àquelas encontradas em situações clínicas.

O ensaio de flexão de três pontos foi empregado por muitos autores na avaliação de sistemas em metal-cerâmica (YILMAZ; DINÇER, 1999, ATSI; BERKSUN, 2000, YODA et al., 2001, TROIA JR., 2003). Em todos esses trabalhos, observou-se que, embora todos eles refiram-se à padronização da norma ISO 9693, não existe um critério definido a respeito da determinação da carga. Muitas vezes, a mesma é registrada como sendo a carga de deflexão do metal, levando a valores muito altos e conseqüentemente a erros de interpretação.

Discrepâncias nos valores de resistência de união obtidos em outros estudos têm sido discutidas na literatura (TROIA JR., 2003, SUANSUWAN, SWAIN, 2003; WANG; WELSCH; MONTEIRO, 1999, YILMAZ; DINÇER, 1999). Problemas associados a desuniformidades da espessura das amostras, segundo esses estudos, poderiam ajudar a explicar esse tipo de disparidade. Segundo Hofstede et al. (2000), esses testes não levam em consideração as tensões residuais produzidas durante o resfriamento da interface metal-cerâmica e, no presente estudo, não são também consideradas as tensões residuais presentes na interface antes e depois da aplicação do filme de platina.

No entanto, em todos esses trabalhos, assim como para o presente estudo, verificou-se que o desprendimento da cerâmica ocorre por cisalhamento na interface metal-cerâmica como observado na Figura 4.1. Um critério para a medida da carga foi adotado sendo registrados os valores necessários para o início do desprendimento da cerâmica odontológica, não necessariamente sua total separação do metal, embora este fato pudesse ocorrer no caso de uma fraca adesão.

Apenas duas amostras apresentaram o desprendimento total da porcelana durante o teste. Ambas foram eliminadas dos cálculos estatísticos devido à presença de defeitos macroscopicamente visíveis na união entre o metal e a cerâmica. A análise por meio da microscopia eletrônica de

varredura dessas amostras revelou a presença de grande quantidade de cerâmica aderida ao titânio em comparação com as demais amostras.

Na Figura 4.17 é possível visualizar, na região de descolamento da cerâmica (D), a presença de regiões “escuras” que representam a cerâmica retida. Inicialmente, poder-se-ia suspeitar de um valor de resistência de união mais alto, já que houve união da cerâmica visível no substrato metálico. Porém, como o corpo-de-prova possuía um defeito já identificado, o desprendimento desta região defeituosa iria ocorrer primeiro, mesmo que este, intacto, pudesse apresentar boa adesão.

No caso da amostra representada na Figura 4.25, a de menor valor de resistência de união registrado, houve um extravasamento da região da porcelana opaca aplicada (opaco) antes da queima ou pelo excesso de líquido universal incorporado durante a manipulação ou pela dificuldade de manuseio do dispositivo utilizado para a aplicação da porcelana (Figura 3.23).

Outro fator muitas vezes relacionado à diminuição da resistência de união é o conhecimento, em particular, do fenômeno da adesão. Muitas vezes não se sabe se o que está sendo medido é a adesão química ou mecânicas ou ambas. Muitos autores afirmam que a teoria da camada de óxido é considerada um tipo de adesão química. De acordo com Ringe et al. (1983), o termo adesão, como utilizado em sistema metal-cerâmico, permite tanto a adesão química quanto a mecânica. No entanto, a adesão é considerada química quando está relacionada a uma superfície polida, na qual pouca oportunidade de adesão mecânica existe. Na atividade clínica e no laboratório de prótese, a cerâmica é aderida mecanicamente, especialmente em coberturas totais. Alguns estudos baseiam-se na quantidade de cerâmica que fica aderida ao metal após o teste, o que reflete a adesão química, pois a quantidade de cerâmica remanescente só existe, pois há aderência química na superfície altamente polida.

No presente estudo, as amostras não foram submetidas ao processo de polimento, somente ao acabamento por meio de lixamento. Logo, os valores de resistência de união calculados, refletem abrangentemente a

capacidade de união mecânica ao substrato de titânio. No entanto, a adesão química deste sistema encontra-se na relação entre a camada de adesivo e o filme, no caso das amostras do grupo experimental enquanto que o fenômeno de adesão a qual a interface entre o filme e o substrato de titânio é submetida refere-se tanto à adesão química quanto à adesão mecânica.

Outro fator de discrepância pode estar relacionado ao tipo de jateamento ao qual as amostras foram submetidas (GIILBERT; COVEY; LAUTENSCHLAGER, 1994). De acordo com Cai et al. (2001), uma superfície de titânio jateada com óxido de alumina modifica a formação da camada de óxido na interface e aumenta a resistência de união entre o metal e a cerâmica.

A rugosidade ou a topografia da interface metal-cerâmica colabora muito com a adesão. A cerâmica que penetra na rugosidade do metal pode intertravar-se mecanicamente melhorando sua adesão. A área aumentada associada com a interface rugosa também promove mais sítios para que ligações químicas se formem. No entanto, superfícies rugosas poderão também reduzir a adesão se a cerâmica não penetrar e se vazios estiverem presentes na interface. Isso poderá ocorrer caso a queima da cerâmica seja insuficiente ou se o substrato não oferecer um bom molhamento (MC LEAN, 1989). Segundo Cai et al. (2001), o molhamento, por si só não é suficiente para uma boa adesão.

No presente estudo, o grupo experimental não foi jateado com alumina, mas com partículas de dióxido de titânio. Essas partículas são menores que as de alumina utilizadas para este estudo e este fator pode também ter influenciado os resultados finais, já que o metal deveria oferecer uma rugosidade superficial favorável ao fenômeno da adesão mecânica. Nas Figuras 4.29 e 4.30 podem ser visualizadas topografias da superfície de uma amostra de cada grupo experimental, respectivamente jateadas com alumina e dióxido de titânio, respectivamente. Nota-se que a superfície jateada com alumina apresenta maior rugosidade superficial que a jateada com dióxido de titânio, que se apresenta mais regularizada.

Gilbert, Covey e Lautenshlarger (1994) e Lee et al. (2003), em contrapartida, revelaram que as partículas de alumina também podem contribuir para o decréscimo da resistência de união pela limitação da superfície de união ou ainda para a concentração de tensões nas regiões em que estes se acumulam.

Para que o mecanismo de falha de restaurações em metal-cerâmica seja amplamente entendido, de acordo com Mackert et al. (1988), muitos autores designam que, mais importante que os valores numéricos gerados por um teste particular, o tipo de fratura pode ser o mais importante na qualidade da união metal-cerâmica.

O´Brien (1977) (apud Yilmaz; Dinçer, 1999) propôs que a mesma ocorre em seis locais. Segundo este autor, conhecendo-se a localização da fratura, se consegue informações consideráveis a respeito da resistência de união, principalmente suas causas. De acordo com sua teoria, as resistências mais altas estão associadas à fratura na cerâmica quando testadas. Fraturas raras seriam observadas através do metal, no entanto, a fratura interfacial é comumente observada como resultado de uma adesão mecânica fraca.

Nenhuma das amostras do presente estudo sofreu fratura mecânica através do metal nem através do óxido, o que estaria associado à incompatibilidade entre os coeficientes de expansão térmica entre o metal e a cerâmica. Tensões residuais são desenvolvidas devido ao desequilíbrio termodinâmico dos óxidos formados, alterando esses coeficientes. De acordo com Yilmaz e Dinçer (1999), a diferença tolerável entre esses coeficientes é de aproximadamente 1,0 $x10^{-6}$ /ºC. A cerâmica utilizada para este estudo apresenta coeficientes de 8,9 x 10^{-6}/ºC e 8,4 x 10^{-6}/ºC respectivamente para o opaco e para a dentina. Em comparação com o coeficiente do titânio que é de 9,41 x 10^{-6}/ºC, a cerâmica é considerada compatível (GARBELINI et al., 2003).

As amostras do grupo controle apresentaram uma fratura do tipo mista, sendo coesiva e adesiva. A fratura coesiva está associada à presença de porcelana retida nas amostras (adesão química), que pode ser visualizada por uma região “escura” presente nas Figuras 4.13 e 4.17. Essas regiões

“escuras” foram verificadas por meio de EDS, confirmando a composição da cerâmica utilizada (Figuras 4.15 e 4.19).

Nas amostras do grupo experimental foram verificadas fraturas principalmente adesivas (adesão mecânica), já que a quantidade de cerâmica retida é muito pequena, quase insignificante e pode ser verificada nas Figuras 4.22 e 4.26. A quantidade de cerâmica retida não foi necessariamente associada à elevada resistência de união e sim à presença de adesão química. Há falha de união mecânica entre o filme e o titânio enquanto que há adesão química entre a cerâmica e a camada intermediária formada pelo filme de platina e possivelmente por óxidos, favorável ao estudo desses sistemas.

A análise por meio de EDS ou análise por microssonda destacou a presença de alguns elementos como o estanho e o cério, identificados nas regiões “escuras” das Figuras 4.15, 4.19, 4.23 e 4.27. O estanho é um componente do $SnO_{2,}$ presente em muitas das cerâmicas odontológicas. No caso da cerâmica utilizada neste estudo, o estanho é adicionado ao líquido universal que é incorporado tanto ao pó do adesivo (**bonder**) quanto ao pó da cerâmica opaca (opaco). A sua função principal é a de mascarar a cor escura do óxido metálico (DEHOOF; ANUSAVICE; HOJJATÉ, 1998). A presença do CeO_2 deve-se à adição de pequenas quantidades de pigmentos fluorescentes que são adicionados à camada de cerâmica opaca para que os trabalhos finais assemelhem-se à aparência natural das estruturas dentais.

Como todas as amostras apresentaram, em sua região “escura”, de acordo com a análise por meio de EDS, o elemento estanho, conclui-se que quantidades de cerâmica opaca ficaram retidas na superfície do substrato, mesmo naquelas em que o filme foi aplicado. Como foram feitas identificações de áreas específicas (um ponto específico da região “escura” de cada amostra), não foi possível uma comparação em relação à quantidade de estanho encontrada para cada grupo.

Em síntese, desde que a natureza da camada de óxido formada por técnicas de cobertura seja reconhecida como diferenciada, interesses nessas técnicas crescem a cada dia , aprimorando estudos na área odontológica,

especificamente para a Prótese Fixa. Estudos clínicos em longo prazo para restaurações em titânio-cerâmica são necessários para comprovar sua eficiência. No entanto esses dados ainda não estão disponíveis, o que dificulta esse tipo de investigação.

6 CONCLUSÃO

A partir da realização do presente trabalho, que a respeito da união titânio-cerâmica proposta neste estudo:

⇒ Os valores obtidos para o grupo experimental foram semelhantes estatisticamente aos do grupo controle;

⇒ O grupo experimental apresentou valor médio (25,70MPa) ligeiramente acima do requerido (25MPa) segundo Yoda et al. (2001);

⇒ A aplicação de um filme fino de platina não aumentou significativamente a resistência de união titânio-cerâmica, embora tenha indicado uma tendência para a limitação da oxidação do titânio;

⇒ As técnicas de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura utilizadas para a análise da topografia da fratura permitiram a identificação do filme de platina no substrato. A análise somente por EDS foi insuficiente para o mesmo propósito;

6.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

⇒ São necessárias mais pesquisas na área de filmes finos, principalmente em relação ao comportamento dos mesmos em relação à difusão e influência de sua espessura na união ao substrato;

⇒ Tratamentos de superfície como jateamento com alumina ou dióxido de titânio devem ser analisados quanto à rugosidade superficial proporcionada pelos mesmos, assim como o ângulo de contato entre o pó de adesivo e o substrato quando realizados esses tratamentos para que, posteriormente, possa ser analisada a capacidade de molhamento dessas superfícies, já que sabemos que o filme a ser depositado copia fielmente a morfologia das mesmas;

⇒ Análises por meio de espectroscopia fotoeletrônica de Raios-X são necessárias para uma melhor caracterização da interface titânio-cerâmica e uma melhor identificação e quantificação do filem de platina depositado no substrato de titânio.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADACHI, M. et al. Oxide adherence and porcelain bonding to titanium and Ti6Al4V alloy. **J. Dent Res.** , v. 69, n. 6, p. 1230-1235, 1990.

ATSÜ, S., BERKSUN, S. Bond strength of three porcelains to two forms of titanium using two firing atmospheres. **J. Prosthet. Dent.**, v. 84, n. 5, p. 567-574, 2000.

ALBAKRY,M.;GUAZZATO,M.;SWAIN,M.V.Biaxial flexural strength,elastic moduli, and X-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials.**J.Prosthet. .Dent**.v.89,p. 374-80, 2003.

BAN,S. ANUSAVICE,K.J.Influence of Test Method on Failure Stress of Brittle **Dent. Mat.**.v.62, n. 12,p.1791-1799,1990.

BAUER,J.R.O. et al. Titânio e ligas de titânio: propriedades e técnicas de fundição. **RPG Rev. Pós. Grad**. v.9,n.2,p.179-185,abr/jun.2002

BEZZON, O.L.Allergic sensitivity to several base metals: a clinical report. **J. Prosthet. Dent.** v.69,p. 243-4.,1993.

BEZZON,O.L. et al Castability and resistance of ceramometal bonding in Ni-Cr and Ni-Cr-Be alloys. **J. Prosthet. Dent**. v.85,p. 299-304.,2001.

CAI, Z. et al. Porcelain adherence to dental cast cp titanium: effects of surface modifications. **Biomat.**., v. 22, p. 979-986, 2001.

CAI, Z. et al. X-Ray diffraction characterization of dental gold alloy-ceramic interfaces. **J. of Mater. Sci.: Materials in Medicine**, v. 12, p. 215-223, 2001.

CHUNG, H. G.; SWAIN, M.V. ; MORI, T. Evaluation of the strain energy release rate for the fracture of titanium-porcelain interfacial bonding. **Biomat.**., v. 12, p. 1553-1557, 1997.

CHUNG, H. G.et al. Characteristics and Porcelain Bond Strength of (Ti,Al) N Coating. **J. Biomed Mater Res (Appl Biomater)** v.63,p. 516-521,2002.

CRAIG, R.G. Advances in Biomat. from 1957 to 1997. **J. Oral Rehab.,** v. 26, p. 841-846, 1999

DEKON, S. F. C.; VIEIRA F. L.; BONFANTE, G. Avaliação da resistência de união metalo-cerâmica em função de diferentes tempos de oxidação prévia. **Rev. de Odont. da Univ. de São Paulo**, v.13, n.1, p. 57-60, 1999.

DEHOOF,P.H.; ANUSAVICE,K.J.; HOJJATIE,B. Thermal incompatibility systems base don flexural displacement data.. **J. Biomed. Mater. Res**., v.41, p.614-623, 1998.

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

FISCHER,J. Mechanical , thermal, and chemical analyses of the binary system Au-Ti in the development of a dental alloy. **J. Biomed Mater Res**,v.52, p.678-686, 2000.

FISCHER,J. Ceramic bonding to a dental gold-titanium alloy. **Biomat.** v.23 p.1303-1311,2002.

GALIATSATOS, A. A. An indirect repair technique for fractured metal-ceramic restorations: a clinical report. **J. Prosthet. Dent**. v.93,p. 321-3.,2005.

GARAU,V. et al. Contact stomatitis due to paladium in dental alloys: A clinical report. **J. Prosthet Dent**. v.93,p. 318-320,2005.

GARBELINI,W. J. et al. Evaluation of low-fusing ceramic systems combined with titanium grades II and V by bending test and Scanning Electron Microscopy. **J. Appl Oral Sci** .; v.11,n.4,p. 354-360,2003

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

HAMMAD,I. , TALIC,Y.F. Designs of bond strength tests for metal-ceramic complexes: Review of the literature.**J.Prosthet.Dent**.v.75,p.602-8.,1996.

HERO,H.;AUSTRHEIM,E. Gold-based bonding agents between palladium-alloys and ceramic veneer. **Dent Mat**. v. 3, p. 168-175,1987.

HOFSTEDE, T. M. *et al*. Influence of metal surface finishing on porcelain porosity and beam failure loads at the metal-ceramic interface. **J. Prosthet.Dent.**v.84**,** p. 309-317, 2000.

HO, W. F.; JU, C. P.; CHERN LIN, J. H. Structure and properties of cast binary Ti-Mo alloys. **Biomat.**, v. 20, p. 2115-2122, 1999.

KALIL, C. A. **Análise da reação da liga Ti-10Mo com o revestimento após a fundição odontológica, 2003.** 53f, Dissertação (Mestrado em Prótese dentária) - Departamento de Odontologia, Universidade de Taubaté, Taubaté, 2003.

KIKUCHI, M. et al. Mechanical properties and microstructures of cast Ti-Cu alloys. **Dent. Mat.**, v. 19, p. 174-181, 2003.

KOBAYASHI et al. Influence of aging heat treatment on mechanical properties of biomedical Ti-Zr based ternary alloys conteining niobium. **J. of Mat.Sci:Mat. In Medicine** v.9,,p. 625-630,1998

LAMBERT, C.S., UZUMAKI, E. T. **Apostila do curso de filmes finos** . IFGW/FEM,UNICAMP, 2002.

LEE,K.M. et al. SEM/EDS Evaluation of Porcelain Adherence to Gold-Coated Cast Titanium**. J. Biomed. Mater. Res. Part B: Appl. Biomater** v.68B: 165-173, 2004.

LIN,.J.;CHERN LIN,J.H.;JU,C.P. Structure and properties of Ti-7,5Mo-xFe alloys.**Biomat.**. v.23,p.1723-1730,2002.

MC LEAN, J. W. The metal-ceramic restauration. **Dent. Clin. of North Am.,** v. 27, n. 4, p. 747-761,1983.

MCLEAN, J.W. Evolution of dental ceramics in the twentieth century. **J. Prosthet. Dent.**v.85,p**.** 61-6,2001

MEIRA, K.B.; ARGENTA, L.C.; CAMPOS JÚNIOR, A. Caracterização de superfícies de titânio grau I , titânio grau II e Ti6Al4V submetidos a diferentes tratamentos térmicos. **Rev. FOB**.v.9,n.1/2,p.71-76,2001.

MELETIS,E.I.;COOPER,C.V.;MARCHEV,K.The use of intensified plasma-assisted processing to enhance the surface properties of titanium.**Surf. and Coat. Tech.** v.113 , p.201-209,1999.

MITCHELL,A.Melting, casting and forging problems in titanium alloys.**Mat. Sci.and Eng**. A243,p.257-262,1998.

MIYAKAWA, O. *et al*. Layered structure of titanium surface. **Dent. Mat. ,**v. 8, n. 2, p. 175-185, 1989.

MORI, T. *et al*. Titanium for removable dentures. I. Laboratory procedures. **J. Oral Rehab.**, v. 24, p. 338-341, 1997.

MONDELLI, J. Ligas alternativas para restaurações fundidas. São Paulo. Panamericana, 1995.

OZCAN,M. Evaluation of alternative intra-oral repair techniques for fratured ceramic-fused-to-metal restorations. **J. Oral Rehab.,** v. 30, p. 194-203, 2003.

PAPAZOGLOU, E.; BRANTLEY, W. A. Porcelain adherence vs force to failure for palladium-gallium alloys: A critique of metal-ceramic bond testing. **Dent Mat.**, v.14, p 112-119, Mar. 1998.

PERSSON, M.; BERGMAN, M. Metal-ceramic bond strength. **Acta Odontol Scand**., v. 54, p. 160-165, 1996.

RINGLE, R.D.; MACKERT JR.,J.R.; FAIRHURST, C.W. An X-Ray spectrometic technique for measuring porcelain-metal adherence. **J. Dent. Res** , v.62, n. 8, p. 933-936, 1983.

SADEQ,A.et al. Effects of interfacial variables on ceramic adherence to cast and maquined commercially pure titanium. **J. Prosthet. Dent**. v. 90,p.10-17.,2003.

SEAGLE,S.R.;YU,K.O.;GIANGIORDANO,S.Considerations in processing titanium. **Mat. Sci and Eng**. A263,p. 237-242,1999.

SIOSHANSI,P.; TOBIN,E.J. Surface treatment of Biomat. by íon beam processes. **Surf. and Coat. Tech.** ,v.83,p.175-182,1996.

SITTIG,C. et al. The implant material, Ti6Al7Nb: surface microstructure, composition and properties. **J. Mat. Science: Materials in Medicine** v.10, p. 191-198, 1999.

SUANSUWAN,N. ;SWAIN,M.V. Adhesion of porcelain to titanium and a titanium alloy. **J. Dentistry**,v. 31,p.509-518.,2003.

TAIRA, Y. et al. Influence of surface oxidation of titanium onadhesion. **J. Dentistry**, v. 26, n. 1, p. 169-173, 1998.

TRÓIA JR., M.G. et al . The effect of thermal cycling on the bond strength of low-fusing porcelain to commercially pure titanium and titanium-aluminium-vanadium alloy. **Dent. Mat.,** v.19,p. 790-796,2003.

WALTER,M. et al. Six-year follow up of titanium and high-gold porcelain-fused-to-metal fixed partial dentures. **J. Oral Rehab.,** v.26,p. 91-96,1999.

WANG, R.R. , MEYERS,E. , KATZ, J.L. Scanning acoustic microscopy study of titanium-ceramic interface of dental restorations.**J. Biomed Mater Res** , v.42, p. 508-516, 1998.

WANG,R.R.; FENTON,A. Titanium for prosthodontic applications : a review of the literature. **Quintess. Int**. v.27,p. 401-408,1996.

WANG, R. R.; LI, Y. In vitro evaluation of biocompatibility of experimental tiranium alloys for dental restorations.**J. Prosthet.Dent.** v.80, n.4, p495-500,1998.

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

WATANABE, K. et al. Casting behavior of titanium alloys in a centrifugal casting machine. **Biomat.**, v.24, p. 1737-1743, May 2003.

YAMAMOTO, M. **Metal-ceramics**, Quintessence publishing Co., INC, 1985.

YAMADA, K. et al. The influence of Goldbonder and pre-heat treatment on the adhesion of titanium alloy and porcelain. **J. Oral Rehab**., v. 32, p. 213-220, 2005.

YANAGIDA,H et al . Adhesive bonding of composite material to cast titanium with varying surface preparations. **J. Oral Rehab.** .v.29, p. 121-126, 2002.

YILMAZ, H.; DINÇER, C. Comparison of the bond compatibility of titanium and an NiCr alloy to dental porcelain**. J. of Dentistry**, v. 27, p. 215-222, 1999.

YODA, M. *et al*. Bond strength of binary titanium alloy to porcelain. **Biomat.,** v. 22, p. 1675-1681, 2001.

ZAVANELLI, R. A. ; HENRIQUES, G. E. P. Um simples método para a inspeção de porosidades nas fundições de titânio **Rev. ABO Nac**., v. 9, n. 2, p. 165-166, jun./ju.l 2001.

ZINELIS,S. Effect of pressure of helium, argon, krypton , and xenon on the porosity, microstructure, and mechanical properties of commercially pure titanium castings. **J. Prosthetic Dent.** V.84,p.575-582,2000.

APÊNDICE A

A Figura A.1 permite a visualização das amostras após serem submetidas à deposição do filme de platina. Uma lâmina de vidro foi posicionada junto das demais amostras para que também fosse submetida à pulverização catódica, servindo de controle da deposição, uma vez que a mesma foi posteriormente levada à medida da espessura do filme depositado por meio de um perfilômetro

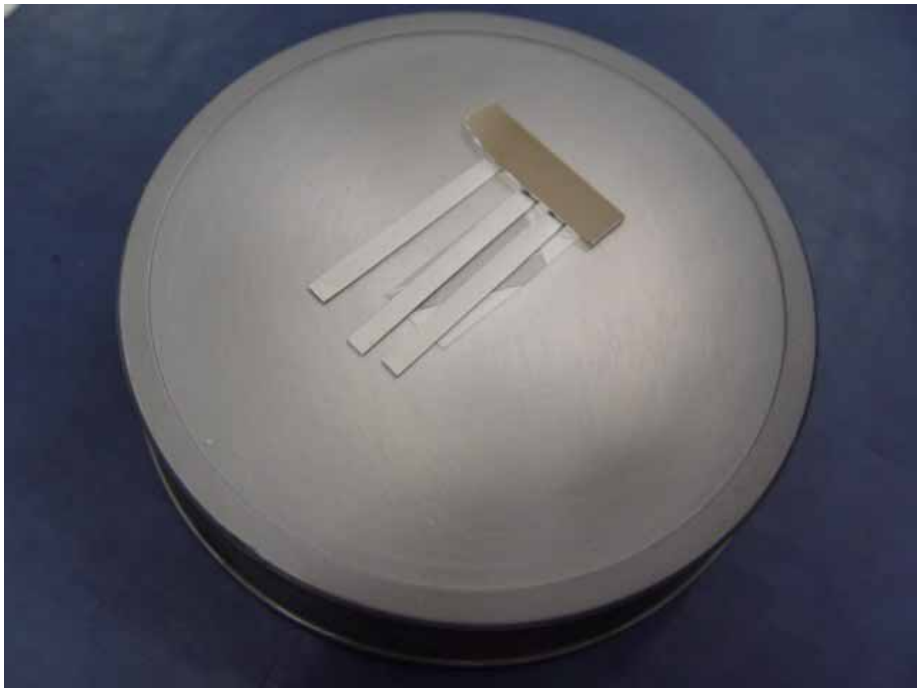
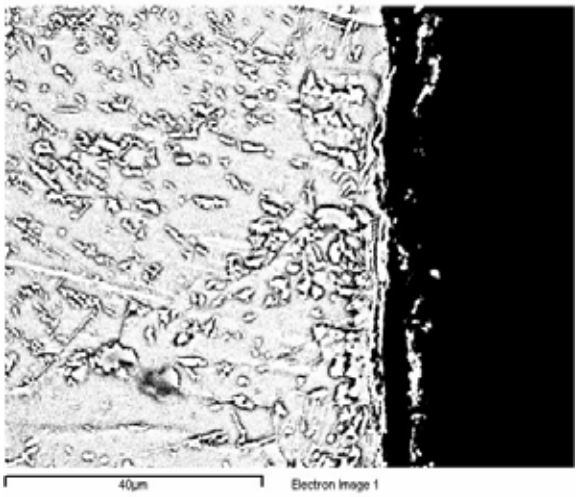
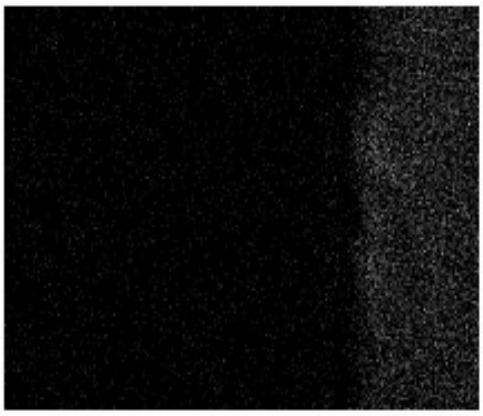


Figura A.1 – Amostras do grupo experimental e lâmina-controle da deposição

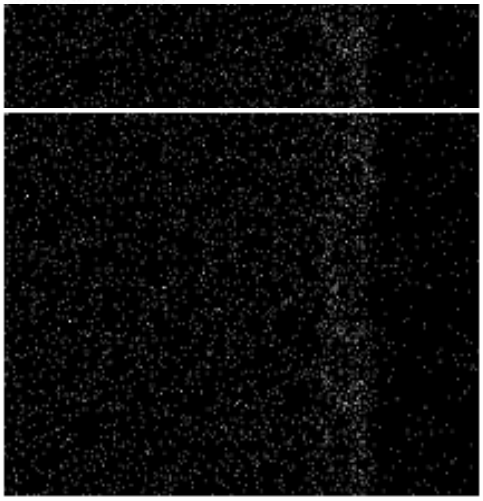
ANEXO A

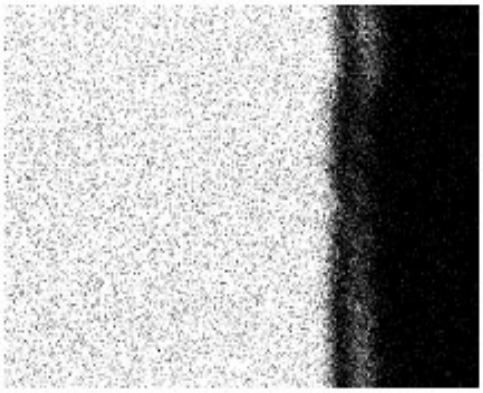
Project 1





Carbon Ka1_2





Titanium Ka1

Platinum La1

DEMAR - FAENQUIL

GLOSSÁRIO

Reabilitações protéticas: aparelhos protéticos fixos ou removíveis (coroas, próteses parciais, totais...) que possuem a função de restabelecer a estética, a fonética e a função mastigatória.

Resistência de união: medida da resistência da interface entre dois materiais, também denominada resistência adesiva.

Cerâmica: é composta somente por óxidos como a sílica (SiO_2) , a alumina (Al_2O_3) e potassa(K_2O), dentre vários outros ,sendo o silício , o alumínio e o potássio elementos metálicos, e o oxigênio um elemento não metálico. Por isso, cerâmica é um termo bastante amplo e é definida como um composto de elementos metálicos e não metálicos.

Porcelana: é um tipo específico de cerâmica caracterizada por ter na composição o caulim, que é um silicato de alumínio hidratado (Al_2O_3. SiO_2. $2H_2O$) que fornece plasticidade à pasta de porcelana e cor esbranquiçada. Como atualmente esses materiais não possuem caulim, o termo mais correto seria “cerâmicas odontológicas”.

Cerâmica Odontológica: é um composto de metais (tais como alumínio, cálcio, lítio,magnésio,potássio,sódio,estanho,titânio e zircônio) e não-metais (como silício,boro,flúor e oxigênio) que podem ser utilizados como um componente estrutural simples, como quando utilizados em uma reabilitação CAD-CAM, ou como uma das várias camadas que são empregadas na confecção de uma prótese de cerâmica.

Filme:camada muito fina depositada num substrato, metálico ou não-metálico, por meio de tratamentos a plasma.

Pulverização Catódica:processo de deposição de filmes finos a um substrato , a plasma, no qual há um arrancamento das partículas do eletrodo (alvo) em atmosfera de argônio, a alto vácuo.Também denominado **sputtering**.

Ligas clássicas: também denominadas de ligas nobres.

Ligas alternativas: ligas produzidas com metais não-nobres, posteriores às ligas nobres.

Restauração metal-cerâmica: uma coroa ou prótese parcial fixa ou outro tipo de prótese feita com um substrato metálico (geralmente fundido) na qual a cerâmica odontológica é aderida através de uma camada intermediária de óxido, com a finalidade de melhorar a estética.

Biocompatibilidade: propriedade que reflete a capacidade de um material não biológico de substituir uma função de um tecido perdido ou danificado e não reagir citotoxicamente com nenhum tecido do organismo, nem prejudicar sua função.

Camada α-case: camada reacional com espessura de 50 a 100μm que se forma na superfície da peça fundida devido à uma interação entre o titânio e o revestimento refratário. Esta camada pode se tornar até mais pronunciada durante o ciclo de queima da cerâmica. Caso não seja removida, irá interferir na resistência de união entre os dois materiais.

Jateamento: processo no qual um jato de areia ou jato de ar comprimido que impulsiona areia ou similar, como esferas de vidro, óxido de alumínio etc, utilizado na limpeza de infraestruturas de peças protéticas como , por exemplo, o **coping**.

Adesão: atração molecular ou atômica entre duas superfícies que se tocam, causada pela força de atração interfacial existente entre as moléculas ou átomos dos dois materiais; os tipos de adesão podem ser: adesão química, adesão mecânica ou uma combinação de ambos.

Trauma: referente a contato oclusal prematuro. Ocorre quando um dente contacta-se ao seu antagonista anteriormente aos demais, fazendo com que toda a carga mastigatória, ou carga oclusal, concentre-se apenas nele, causando o trauma oclusal. No caso de um dente com reabilitação protética, o trauma causado pelo contato prematuro provavelmente levará à fratura desta restauração.

Próteses Fixas: aparelhos protéticos que são fixos ao remanescente dentário devidamente preparado , podendo constituir-se de um elemento ou mais (coroas de metal-cerâmica, próteses parciais de três elementos (pontes), entre outros). Esses aparelhos são fixos ao dente com cimento próprio.

Próteses Removíveis: aparelhos protéticos popularmente conhecidos como “pontes móveis”. São constituídos de uma estrutura metálica que pode ser encaixada tanto por fricção, retenção, quanto por sistemas de encaixe (macho-fêmea). São removidos da boca a qualquer momento, sem prejuízo das estruturas envolvidas.

Molhamento: tensão superficial relativa entre um líquido e um substrato sólido que resulta em um ângulo de contato menor que 90º.

Microestrutura: estrutura em escala microscópica, como de uma liga metálica passível de ser observada através do microscópio, após ser submetida a procedimentos metalográficos.

Canais de ventilação: são canais de escape de gases , importantes para que o ar contido no espaço anteriormente ocupado pelo padrão-de-cera consiga ser expulso, sem prejuízo da injeção da liga, de maneira a dar forma à estrutura metálica a ser adquirida por meio de fundição.

Inclusão: processo no qual o padrão de cera para fundição circundado pelo anel de fundição é coberto por um revestimento próprio até seu total preenchimento.

Técnica de Fundição por cera perdida: processo no qual um padrão de cera é preparado de forma que substitua a estrutura dentária perdida. Posteriormente, este padrão é incluído em um revestimento levado ao forno para que a cera seja eliminada, produzindo uma cavidade que servirá de molde para preenchimento com uma liga fundida.