The background of the cover is a grayscale micrograph showing a complex, porous, and granular structure, likely representing the interface between titanium and porcelain. The texture is highly irregular with many small, bright, angular particles and voids.

Elaine Cristina Guerbach Conti

*ESTUDO DA INTERFACE
TITÂNIO/PORCELANA, COM TRÊS
PORCELANAS DE ULTRA BAIXA FUSÃO,
EMPREGANDO-SE MICROSCOPIA
ELETRÔNICA DE VARREDURA E
DILATOMETRIA*

**Araraquara
2002**

ELAINE CRISTINA GUERBACH CONTI

*ESTUDO DA INTERFACE
TITÂNIO/PORCELANA, COM TRÊS
PORCELANAS DE ULTRA BAIXA FUSÃO,
EMPREGANDO-SE MICROSCOPIA
ELETRÔNICA DE VARREDURA E
DILATOMETRIA*

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" - UNESP, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre, do Curso de Pós-graduação em Odontologia (Área de Concentração: Dentística Restauradora).

Orientador: *Prof. Dr. José Roberto Cury Saad*

Co-Orientador: *Prof. Dr. Antônio Carlos Guastaldi*

Araraquara

2002

DADOS CURRICULARES

Elaine Cristina Guerbach Conti

NASCIMENTO: 25/04/1975 – Araçatuba – SP

FILIAÇÃO: Denir Domingues Conti

Tânia Regina Guerbach Conti

1994/1997 Curso de Graduação em Odontologia

Faculdade de Odontologia de Presidente Prudente –

Universidade do Oeste Paulista.

1998 Curso de Atualização em Dentística Restauradora pela Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP.

2000/2002 Curso de Pós-Graduação em Odontologia, Área de Dentística Restauradora, nível de Mestrado, na Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP.

Conti, Elaine. C. Guerbach.

Estudo das interfaces titânio/porcelanas, com três porcelanas de ultra baixa fusão, empregando-se microscopia eletrônica de varredura e dilatométrica / Elaine C. Guerbach Conti. -- Araraquara : [s.n.], 2002.

100 f. ; 30 cm

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

Orientador: Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

1. Titânio 2. Porcelana dentária 3. Microscopia eletrônica de varredura 4. Dilatométrica I. Título

Dedicat6rias

Dedico este trabalho:

À Deus,

A cada dia, o sol ilumina um mundo novo. Aquilo que chamamos rotina está repleto de novas propostas e oportunidades.

Hoje, em algum lugar um tesouro nos espera. Pode ser um pequeno sorriso, ou uma grande conquista, não importa.

A vida é feita de pequenos e grandes milagres, e está sempre nos testando, oferecendo combates que nos educam e glorificam.

A melhor maneira de servir à Deus é amar, ir ao encontro de nossos próprios sonhos, sermos felizes e espalharmos felicidade.

À Deus, a minha gratidão pela oportunidade de viver e batalhar.

Aos meus queridos pais Denir e Tânia, *que sempre me amaram, me incentivaram e ensinaram os valores reais da vida; tendo a humildade, a esperança e o amor como bandeira impulsionadora dos meus sonhos. Através de vossos exemplos de guerreiros, nos momentos difíceis e dolorosos, eu aprendi a ser valente e seguir em frente em busca dos meus ideais. Nesta fase, como em todas as outras da minha vida, vocês foram peças fundamentais para minha estabilidade e equilíbrio. Obrigada pelas lutas, sacrifícios e renúncias para que eu pudesse chegar até aqui.*

Ao meu irmão Eduardo “in memorian”

A saudade existe para todos que amam, mas os laços do amor não se desfazem entre a Terra e o Céu.

“Dú”, na minha caminhada, com certeza sempre esteve comigo.

À você, com muito carinho.

Aos meus avós Carlos “in memorian” e Antônia; Orlando e Maria, por serem luzes de bons exemplos, sempre auxiliando em benefício de minha vida.

Aos meus tios Carlos, César, Vanir e Marcelo; às minhas tias Sônia, Telma, Alciomar e Joêlda; aos primos Carlos Eduardo, Nathália, Carlos Marcelo, Isabela, Guilherme, Débora e Carla, incansáveis estimuladores do meu progresso pessoal e profissional, amparando-me sempre com muito amor, carinho e alegria.

Ao Nando, pelo companheirismo, amor e compreensão com que soube aceitar e apoiar o caminho que escolhi.

À Dra. Mara Antônio M. de Castro, Dr. José Carlos M. de Castro e Dr. Jorge Komatso, meus queridos pais da Odontologia e constantes incentivadores. Agradeço pelo exemplo de capacidade, profissionalismo, humanidade, e acima de tudo pela amizade, tornando-se pessoas nas quais procuro me espelhar para seguir e alcançar meus objetivos.

À Néia, pela dedicação e paciência com que sempre me ajudou dentro do lar.

Agradecimientos

Agradecimentos Especiais:

Ao Prof. Dr. José Roberto Cury Saad, pela liberdade e confiança depositadas em mim durante a orientação deste trabalho. Agradeço pelo incentivo, amizade, tolerância e tranquilidade, facilitando os caminhos para que atingíssemos nossa grande meta.

À você, meu profundo respeito.

Ao Prof. Dr. Antônio Carlos Guastaldi, amigo prestativo, pelo constante apoio, a imensa colaboração prestada na realização deste trabalho. Obrigada pelo carinho, paciência, oportunidade de trabalho, e acima de tudo pelo grande exemplo de integridade científica.

À você meu sincero reconhecimento.

Ao Laboratório de Prótese Vaiazzi, em especial ao Toninho, Rômulo, Gerson e Aroaldo, que auxiliaram na confecção dos corpos de prova. Não seria possível a realização deste trabalho, sem o apoio incondicional de vocês.

Agradeço de coração toda atenção a mim dispensada.

Agradecimentos

À faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual “Júlio de Mesquita Filho”, na pessoa do Prof. Dr. Ricardo Abi Rached (Diretor) e do Prof. Dr. Roberto Miranda Esberard (Vice-Diretor).

À Coordenação do Curso de Pós-Graduação em Dentística Restauradora, nas pessoas de Prof. Dr. Sizenando de Toledo Porto Neto (Ex-Coodenador) e ao Prof. Dr. José Roberto Cury Saad (atual coordenador), pela oportunidade de cursar minha Pós-Graduação nesta Faculdade.

Aos Professores do Curso de Pós-Graduação em Dentística Restauradora: Prof^a. Dra. Maria Salete Machado Cândido, Prof. Dr. José Roberto Cury Saad, Prof. Dr. Sizenando de Toledo Porto Neto, Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Jr., Prof. Dr. Silas Luiz L. Duarte Júnior, Prof. Marcelo Ferarezi Andrade, Prof. Dr. Ueide Fernando Fontana; Prof. Dr. Wellington Dinelli, pela amizade e pelos ensinamentos transmitidos.

Agradecimentos

Aos Professores de Dentística Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araçatuba: Prof. Dr. Jorge Komatso, Prof^ª. Mara Antônio M. de Castro, Prof. Dr. Sílvio José Mauro, Prof. Dr. Renato H. Sundfeld, Prof. Dr. Ricardo C. Okida, Prof^ª. Dra. Sandra R. Mestrener, Prof. Laumer P.A.S. Quintella, funcionários Noêmia, Rosa, Sylvia e Valéria pelo incentivo e por terem despertado em mim a paixão pela Dentística Restauradora.

Ao Prof. Dr. Marco Antônio Bottino, pelo auxílio e a atenção dispensada durante a realização deste trabalho.

Ao Sr. Antônio e D. Vilma, pelos anos de convivência repletos de carinho, alegria e respeito.

Aos meus colegas de Curso: Patrícia, Laura, Cristina, Liz, Luana, Alessandra, Emanuel, Antônio Lolato (Taiúva) e Ricardo, pela convivência, aprendizado, crescimento e amizade.

*Aos amigos do Instituto de Química de Araraquara – UNESP: **Marcão, Anselmo, Lucina, Cristina, Regina, Maria Helena, Leinig Perazolli, Francisco J. dos Santos**, em especial: **Ivan, Luci, Heloísa, Márcio, Dimas e Otávio**, que não mediram esforços para o auxílio da realização deste trabalho. Obrigada pelas inúmeras horas de paciência, trabalho e amizade. À vocês minha eterna gratidão.*

*Aos funcionários do Departamento de Odontologia Restauradora: **Lenira, Celinha, D. Cida, Adriana, Cida, Marinho, Cláudio e Vanderlei**, pelos momentos de alegria, auxílio, amparo e coleguismo.*

*À bibliotecária **Maria José Peron**, pela correção das Referências Bibliográficas e estrutura deste trabalho.*

*À bibliotecária **Marley**, pela confecção da ficha catalográfica.*

*Aos funcionários da Seção de Pós-Graduação, em e especial à **Mara, Rosângela e Vera**, que nunca mediram esforços para nos auxiliar, atendendo sempre com carinho e prontidão à todos os pedidos e necessidades no decorrer do curso. À vocês, meus agradecimentos de coração.*

Aos funcionários da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP: Prof^{as} Maria Helena, Odete, Eliane, Sílvia, Adriano, Marley, Maria José, Maria Aparecida, Maria Inês e Ceres Maria, pelo auxílio, paciência, atenção e carinho transmitidos durante todo o período da pós-graduação. Vocês foram pessoas muito especiais nos momentos de dificuldade.

Aos funcionários do 6^o andar: Inês, D. Maria, Conceição, Pedrinho, Luís e Pelícola. Sempre guardarei ótimas recordações de nossas confraternizações, e das palavras carinhosas e amigas por vocês transmitidas. Muito Obrigada!

“Amigo é coisa para se guardar em baixo de 7 chaves, dentro do coração...”
Aos grandes amigos: Érica, Patrícia, Laura, Roberto, Liz, Cris (Magnani) e Maria Eugênia, e ao Jorge, que emprestaram seus sorrisos para que juntos pudéssemos sorrir, seus ombros para que pudesse chorar, a generosidade, carinho e palavras amigas, para tornar minha caminhada um pouco mais agradável. Com certeza todos os momentos estarão guardados dentro do meu coração.

Aos amigos José Antônio, Maria de Belém e Júnior, pelas manifestações carinhosas de desprendimento material, felicidade e carinho em ajudar-me nesta batalha.

Às amigas Yeon, Carina, Thaís, Camila, Vivian, e ao amigo Fábio, que desde o início presenciaram minha luta e perseverança. Agradeço pelos momentos alegres, construtivos e fraternos em que passamos nesses dois anos de convivência.

“Depois de algum tempo você aprende ... que verdadeiras amizades continuam a crescer mesmo a longas distâncias, e o que importa não é o que você tem na vida, mas quem você tem na vida...”(W. Shakespear).

Aos amigos Ari, Verônica, Tiago, Cristiane Figueira, Idalina, Renata Calvo, Fernanda, Natália e Cristiane (Buritama), obrigada por sempre torcerem pela minha felicidade e meu sucesso.

Ao Sr. Sebastião Dametto, grande amigo e técnico do Instituto de Química Araraquara – UNESP, pela realização da Microscopia Eletrônica de Varredura e EDS. Obrigada pela sua incansável perseverança e dedicação.

Ao Pedro di Lorenzo, funcionário do Departamento de Materiais do Instituto de Química de São Carlos – USP, pela realização dos ensaios de Dilatometria.

Ao Paulo Riolfi, pelo auxílio na interpretação dos resultados da Dilatometria.

Agradecimentos

Ao amigo Cláudio (São Carlos), pela demonstração de solidariedade e prontidão em ajudar, sempre que fosse necessário.

Aos colegas de profissão: Tio Vanir, Neusa, Lídio, Ângelo, Renato, Álvaro, Idelci e Dr. Alcides, pela colaboração, amizade e companheirismo.

Às amigas Iracema, Liz Cláudia e Renata, que me acolheram em São Paulo durante a confecção dos corpos de prova deste trabalho.

Ao Andres Vercik, pela realização do Abstract.

À Kota Imports, na pessoa do Sr. Artur, por ceder o sistema de cerâmica Noritake TI22.

À todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	16
2. REVISÃO DE LITERATURA.....	20
3. PROPOSIÇÃO.....	51
4. MATERIAL E MÉTODO.....	52
4.1. MATERIAIS.....	52
4.2. MÉTODOS.....	54
1ª Etapa: Análise Química e Metalográfica para caracterização do Ti c.p.....	54
2ª Etapa: Análise das interfaces empregando-se M.E.V e EDS.....	57
3ª Etapa: Dilatometria.....	71
5. RESULTADO E DISCUSSÃO.....	80
5.1. Análise Química e Metalográfica para caracterização do Ti c.p.....	83
5.2. Análise das interfaces empregando-se M.E.V e EDS.....	86
5.3. Dilatometria.....	103
6. CONCLUSÃO.....	117
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	118
APÊNDICES.....	123
RESUMO.....	144
ABSTRACT.....	146

INTRODUÇÃO

1. Introdução

O titânio foi descoberto e batizado por Klaproth, um químico alemão, em 1795. Entretanto, vem sendo utilizado pela indústria aeroespacial e naval, na engenharia de turbinas, desde a década de 50, por apresentar excelentes propriedades físicas e mecânicas, dentre elas: alta resistência mecânica e baixo peso específico, propiciando ótima relação resistência/peso.^{9,20,28,37}

Apresenta uma ampla utilização no campo da medicina, principalmente na área de ortopedia, na confecção de parafusos ósseos e articulações artificiais.¹⁵

Na Odontologia, foi ganhando destaque, tornando-se o metal de eleição em implantes aloplásticos, devido sua alta resistência à corrosão, e excelente biocompatibilidade.^{9,20,37} Estas propriedades ocorrem devido à formação de uma camada passivadora à base de óxidos de titânio, quimicamente aderida ao metal de origem, que praticamente inibe o ataque eletroquímico e permite o íntimo contato de biomoléculas.^{6,9,16,20,29,37}

Mais recentemente, graças às propriedade já mencionadas anteriormente, associadas à baixa condutibilidade térmica, baixo módulo de elasticidade,⁹ e razoável preço,^{1,18,31} está sendo utilizado no campo da prótese dental, na aplicação de restaurações metalocerâmicas e metaloplásticas unitárias e extensas, próteses parciais removíveis e próteses sobre implantes,^{13,14} permitindo a confecção de peças protéticas leves e altamente resistentes.

O titânio pode se apresentar na forma pura, também denominado de titânio comercialmente puro (Ti c.p.), onde é composto de 99,5% de Ti e 0,5% de elementos intersticiais como o C, O, N, Fe.^{6,20,28,37} A variação da quantidade destes elementos, irá determinar quatro diferentes graus de Ti c.p., com propriedades físicas e mecânicas diferentes.³⁷ Os graus 1 e 2 são os mais utilizados na confecção de restaurações metalocerâmicas. O titânio ainda pode se combinar com outros elementos como o alumínio, vanádio, prata, cobre, arsênico, ferro, gálio, urânio, zinco²⁰ e formar ligas, sendo que a mais utilizada na confecção de próteses é a liga de titânio-alumínio-vanádio (Ti-6Al-4V).^{20,28,37}

O Ti c.p., por apresentar uma alta reatividade química em temperaturas elevadas, reage com elementos gasosos, tais como: oxigênio, nitrogênio e hidrogênio, com o revestimento, ou até mesmo com o cadinho, formando uma camada dura e friável na sua superfície denominada “Alfa-case”,^{6,9,15,31,39} na qual tende reduzir a resistência e a ductibilidade da estrutura obtida, bem como a resistência de união do metal com a porcelana.^{6,17} Portanto a fundição deste metal é realizada em máquinas com um sistema pressão/vácuo, possibilitando a realização de fundições completas e adequadas.^{6,14,15,20} Além disso, todo o processo é realizado em ambiente controlado com gás inerte (argônio), evitando contaminação com a atmosfera presente na câmara de fundição.^{9,14,15}

A utilização do titânio para confecção de coroas metalocerâmicas, gerou uma certa preocupação, sobre alguns fatores relacionados à sua união com a porcelana.

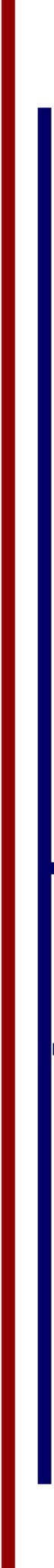
O sucesso de uma restauração metalocerâmica, depende de uma forte união entre a porcelana e o metal.³ Além da união química e mecânica, é extremamente importante que exista compatibilidade entre os coeficientes de expansão térmica do metal e da porcelana,^{3,21,22,29,32,36,40,41} pois caso contrário, na etapa do resfriamento do conjunto, se desenvolverá um estado de tensões residuais na interface metal/porcelana, que poderá levar ao aparecimento de trincas no material cerâmico.^{3,40} O Ti c.p. apresenta coeficiente de expansão térmica inferior ao das porcelanas convencionais, necessitando portanto, de porcelanas especiais que apresentem coeficientes de expansão térmica mais baixos.^{20,21,22,29,32}

Além disso, à temperatura ambiente, o titânio possui uma estrutura hexagonal compacta fechada (hcp), chamada de fase alfa, a qual passa por uma transformação cristalina por volta de 882-883⁰C, tornando-se uma estrutura cúbica de corpo centrado (ccc), denominada de fase beta. Esta mudança de estrutura cristalina provoca alterações nas propriedades do metal,^{6,9,17,20,28} necessitando de porcelanas que apresentem temperatura de cocção inferiores à essa transformação de fase, evitando seu trincamento ou fratura.¹⁷

Por todos esses motivos citados anteriormente, surgiram uma nova categoria de porcelanas específicas para titânio, denominadas por alguns autores^{3,7,33} de porcelanas de ultra baixa fusão, por apresentarem temperaturas de queimas entre 650-850⁰C. Possuem um coeficiente de expansão térmica aproximado ao do titânio. Deste modo são geradas menores tensões na interface, o que proporciona uma adequada resistência de união metal/cerâmica. Além disso, a estabilidade destes materiais pode ser definida como satisfatória e se assemelha às

porcelanas convencionais,^{11,14,17} tornando possível assim, a aplicação do titânio na confecção de restaurações metalocerâmicas.

O grande aumento na utilização do Ti c.p. na área de prótese dental, o constante surgimento de novas porcelanas específicas para titânio, e a escassez de trabalhos relacionados à observação da integridade da interface, bem como a compatibilidade dos coeficientes de expansão térmica entre Ti c.p./ porcelanas de ultra baixa fusão, conduziram a realização deste estudo.



REVISÃO DE LITERATURA

2. Revisão de literatura

Segundo Van Vlack,³⁵ em 1973, o coeficiente de dilatação térmica (α_L) varia em função da temperatura, podendo ser expresso pela equação:

$$\alpha_L = (dL/L) (1/dT)$$

onde dL/L é adimensional. Assim, o coeficiente de dilatação térmica é maior para temperaturas mais elevadas.

Os problemas na utilização do titânio com finalidade protética, foram descritas por Ida et al.,¹⁴ em 1980, os quais afirmaram que o titânio apresenta fundição dificultada, devido ao baixo peso específico da massa fundida, dificultando a injeção da mesma no molde de revestimento pela técnica de centrifugação. Ainda em temperaturas elevadas, o titânio apresenta alta reatividade química com os elementos gasosos presentes ao redor durante o ato de fundição, o que torna impossível a sua fundição pelos métodos tradicionais. Assim, uma nova máquina de fundição para Ti denominada “Castmatic” foi desenvolvida , apresentando duas câmaras: uma superior, onde se realiza a fundição do titânio através de um sistema de arco-voltaico, e uma inferior, onde é posicionado o molde de revestimento, sendo que as mesmas comunicam-se através de uma abertura. No momento da fundição, a câmara superior é preenchida com um gás inerte (argônio) para se prevenir a contaminação da liga, ao passo que na câmara inferior forma-se um vácuo, com o intuito de sugar a massa fundida para o interior do molde de revestimento. É

importante ressaltar que o cadinho desta máquina é de cobre, apresentando alta durabilidade. Foram investigadas algumas propriedades do titânio comercialmente puro e suas ligas fundidas nesse equipamento, como por exemplo, a temperatura de fusão, fluidez, manchamento, resistência mecânica e dureza. Os resultados mostraram que as propriedades mecânicas e a fluidez do Ti c.p. foram semelhantes às apresentadas pelas ligas de Co-Cr e Ni-Cr, assim tornou-se possível a utilização de coroas e próteses parciais fixas fundidas em titânio e em algumas de suas ligas.

Em 1981, a American Dental Association,² relatou que o coeficiente de expansão térmica, a condutibilidade térmica, bem como a natureza e resistência de união entre o metal e a porcelana são fatores que influenciam na resistência à fratura da porcelana durante a confecção e o uso clínico de uma restauração metalocerâmica. Desta forma a compatibilidade dos sistemas metalocerâmicos pode ser determinada por: testes de choque térmico, testes de flexão, testes de múltiplas queimas da porcelana em próteses extensas, e testes de expansão térmica; sendo este último utilizado para caracterizar o coeficiente de expansão térmica linear da porcelana e do metal, devendo ser realizado independentemente para cada material.

Em 1982, Ida et al.,¹⁵ descreveram que durante a injeção do titânio no molde de revestimento, este reage com a superfície do mesmo, criando uma camada de oxidação denominada "Alfa-case". Com a finalidade de diminuir a formação desta camada, um novo revestimento a base de óxido de magnésio foi

desenvolvido para as fundições de próteses fixas e removíveis em titânio. As amostras foram fundidas em uma máquina específica para fundição de titânio, “Castmatic”, onde os autores concluíram que o revestimento de magnésio foi mais adequado para a fundição do titânio do que o revestimento de sílica agregada por fosfato (revestimento convencional).

Kasemo,¹⁶ em 1983, com o intuito de estudar algumas propriedades de implantes de titânio, dentre elas a composição química e cristalográfica de sua superfície, relatou que quando o Ti c.p. entra em contato com a atmosfera, imediatamente inicia-se a formação rápida e espontânea de uma camada de óxidos em sua superfície, sendo que em menos de 1 milésimo de segundo, pode atingir uma espessura maior do que 10 ângstrons, e em 1 minuto a espessura poderá ser da ordem de 50 a 100 ângstrons. Esta camada, denominada de passivadora, é composta por vários óxidos estáveis, tais como: TiO, TiO₂, Ti₂O₃, entretanto o TiO₂ é o mais estável e mais comumente formado. Além disso, é responsável pela grande biocompatibilidade e alta resistência à corrosão deste metal.

A importância da compatibilidade dos coeficientes de expansão térmica para uma adequada união metalocerâmica foi estudada por Togaya et al.,³² em 1983. Foram desenvolvidas porcelanas experimentais, com coeficientes de expansão térmica reduzidos. As curvas de expansão térmica do Ti c.p., porcelanas convencionais, porcelana de baixa fusão e das porcelanas experimentais foram

obtidas. Os autores observaram que o Ti c.p. apresenta um baixo coeficiente de expansão térmica do Ti c.p. ($9,41 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) no intervalo de $100-400^{\circ}\text{C}$, comparados à uma liga de ouro ($13,7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) de níquel-cromo ($13,7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), tornando-o incompatível com as cerâmicas convencionais pelo fato das mesmas apresentarem coeficientes de expansão térmica maiores. As porcelanas experimentais e a de baixa fusão, demonstraram menores valores de coeficiente de expansão térmicas, aproximando-se mais ao coeficiente do Ti c.p. A resistência de união entre os conjuntos metalocerâmicos também foi analisada, observando que nos pares que apresentam uma grande discrepância entre os coeficientes de expansão térmica (Ti c.p./ porcelanas convencionais), a resistência de união foi baixa, entretanto para os conjuntos que apresentam uma menor discrepância (Ti c.p./ porcelanas experimentais e a de baixa fusão) a resistência de união foi maior. Relataram que a oxidação do Ti c.p. a 900°C , foi muito intensa, porém a utilização de um ciclo de cocção de baixas temperaturas (800°C), mostrou prevenir o excesso de oxidação do substrato metálico de Ti c.p.

Em 1985, Parr et al.,²⁸ comentaram que o Ti como um elemento puro está listado na tabela periódica com número atômico 22 e um peso atômico de 47.9. Constitui o nono elemento mais abundante da crosta terrestre e se considerarmos apenas os elementos metálicos estruturais ele se enquadra em quarto lugar, seguidos pelo alumínio, ferro e magnésio. Descreveram o seu processo de extração através do aquecimento do minério de titânio (rutílio - TiO_2 ; ilmenita - FeTiO_3), na presença de carbono e cloro, com formação do tetracloreto de

titânio. O $TiCl_4$ resultante, é então reduzido na presença de sódio ou magnésio, para produzir a esponja de titânio, a qual é fundida sob vácuo ou atmosfera de argônio, compondo lingotes, nos quais posteriormente submetidos a um refinamento metalúrgico para a retirada de impurezas do metal. Uma mudança cristalográfica do Ti ocorre quando este é aquecido acima de $882^{\circ}C$, provocando diferenças significantes nas propriedades do metal. Relataram que o Ti pode dissolver outros elementos, tais como: prata, alumínio, arsênico, cobre, ferro, gálio, urânio, vanádio e zinco, para formar ligas. As ligas mais utilizadas em odontologia podem se apresentar de três formas: alfa, alfa-beta + beta. A adição de elementos traços como o alumínio e o vanádio pode promover a formação de uma solução sólida verdadeira, onde o alumínio consiste em um alfa estabilizador, aumentando a resistência e diminuindo o peso da liga; e o vanádio é um beta estabilizador. Esta combinação da liga, consiste basicamente na forma alfa-beta, normalmente contendo 6% de alumínio e 4% de vanádio (Ti-6Al-4V) sendo que um tratamento térmico pode ainda aumentar a resistência dessa liga. Também comentaram sobre a utilização do Ti na indústria aeroespacial, naval, e na engenharia de turbinas, devido sua alta relação resistência/peso e sua boa resistência à corrosão. Os autores relataram sobre a formação de uma camada passiva de óxidos que se forma na superfície do Ti, quando ele e suas ligas são expostas ao ar, onde o TiO_2 é o mais estável e o mais comumente utilizado sob condições fisiológicas, sendo o principal responsável pela resistência à corrosão e biocompatibilidade em implantes.

Segundo Yamamoto,⁴⁰ em 1985, o efeito da expansão térmica pode ser discutido como um dos fatores que determinam a resistência de união metalocerâmica. O autor relata que a compatibilidade entre o metal e a porcelana pode ser observada pelas curvas de expansão térmica dos mesmos, onde o metal deve apresentar coeficiente de expansão térmica ligeiramente superior ao da porcelana, criando um estado de tensões favoráveis na interface, onde o metal fica sob tensão de tração e a porcelana sob tensão de compressão. Ressalta que a curva de expansão térmica do metal varia linearmente com a temperatura, entretanto o mesmo não acontece com a porcelana, que apresenta uma curva de expansão térmica característica para os materiais vítreos, com uma região linear, ponto de transição e ponto de amolecimento, conforme está representado na Figura 1. Ainda descreve que a diferença de expansão entre o metal e a porcelana deve ser determinada na temperatura onde a porcelana fundida se solidifica durante o resfriamento. Esta temperatura corresponde ao ponto de amolecimento da porcelana durante o aquecimento, e à temperatura na qual a curva de expansão térmica começa a cair rapidamente. Os valores desta diferença devem estar dentro de uma faixa que corresponde à 0,02%-0,21%, determinando assim a compatibilidade do metal e da porcelana.

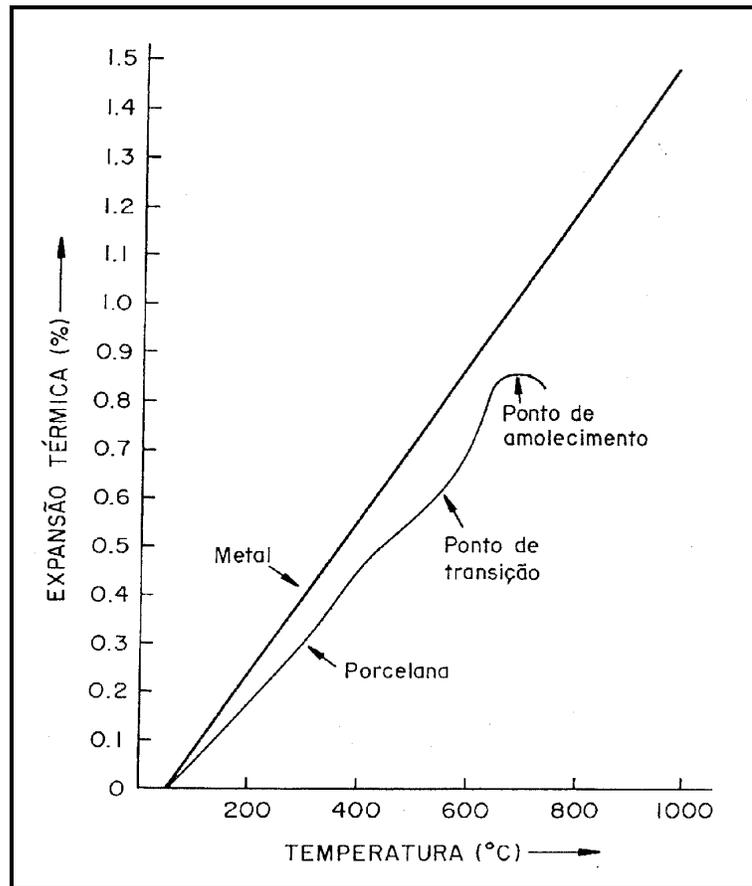


FIGURA 1 – Curvas esquemáticas de expansão térmica do metal e da porcelana para aplicação em restaurações metalocerâmicas.

Com a finalidade de desenvolver porcelanas compatíveis com fundições de titânio, Menis et al.,²² em 1986, realizaram um estudo onde o coeficiente de expansão térmica e a resistência de união entre o titânio comercialmente puro e 3 tipos de porcelanas experimentais foram determinados pelos testes de dilatometria e flexão de três pontos respectivamente. Para tanto, placas de titânio comercialmente puro foram fundidas nas dimensões de 25mm x 4mm x 0.4mm, onde tiveram sua porção central recobertas com 8 mm de

comprimento e 1 mm de espessura das porcelanas A,B e C, e queimadas entre 775°C e 825°C. Os coeficientes de expansão térmica encontrados das porcelanas mencionadas anteriormente foram de 6.3, 7.0, e 6.9 x 10⁻⁶ no aquecimento, e 7.1, 7.8, 7.0 x 10⁻⁶ no resfriamento, numa faixa de 25 à 400°C, demonstrando coeficientes mais baixos que os das porcelans convencionais. Além disso, a resistência de união destes sistemas metalocerâmicos pode ser comparável com a de uma liga de Ni-Cr / cerâmica convencional. Assim os autores concluíram que essas porcelanas mostraram ser promissoras para aplicação sobre titânio.

A estrutura metalúrgica, as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão “*in vitro*” do Ti c.p. e de quatro ligas de titânio: Ti-6Al-4V, Ti-15V, Ti-20Cu, Ti-4V foram estudadas por Taíra et al.,³¹ em 1989, onde as amostras foram recobertas com uma camada de óxido de zircônio, antes de verter o revestimento fosfatado, com o intuito de minimizar a reações na interface metal/revestimento. As medidas de microdureza, determinadas na secção transversal, mostraram que o Ti c.p. e suas ligas apresentam um maior dureza na superfície do metal, fato explicado pela interação com o revestimento (“Alfa-case”), onde os valores de dureza se tornam decrescentes, à medida que caminham para o interior. Os autores constataram que o titânio comercialmente puro apresenta propriedades mecânicas semelhantes às das ligas de ouro tipo IV, e concluíram que todos os grupos apresentaram altas resistência à corrosão no meio oral, ou até mesmo sob condições de alto teor de acidez.

Adachi et al.,¹ em 1990, estudaram o comportamento de oxidação, bem como a aderência da camada de óxidos formada no Ti c.p. e na liga de Ti-6Al-4V. As amostras foram oxidadas nas temperaturas de 750⁰C e 1000⁰C, sem aplicação da porcelana, e posteriormente receberam o recobrimento com uma porcelana experimental de baixa fusão, para realização de testes de flexão a três pontos, verificando a adesão da porcelana ao substrato metálico. A espessura da camada de óxidos foi menos espessa (32nm para o Ti c.p. e 11nm para a liga) e mais aderente, nas amostras oxidadas à 750⁰C, do que nas oxidadas à 1000⁰C, onde apresentaram uma espessura de cerca de 1µm e reduzida aderência da camada de óxidos. Os resultados demonstraram uma pobre resistência de união entre a porcelana e o metal, para as duas situações de oxidação. Uma análise da interface dessas amostras foi realizada empregando-se M.E.V., onde a camada de óxidos apenas foi visível no grupo aquecido à 1000⁰C. Os autores concluíram que o titânio e a liga, apresentam uma adequada aderência da camada de óxidos para os corpos de prova aquecidos à 750⁰C, porém reduzida aderência da porcelana.

Em 1990, Kimura et al.,¹⁸ ao estudarem a influência de diferentes temperaturas do tratamento térmico (600, 700, 800, 900 e 1000⁰C) nas reações ocorridas na interface titânio/porcelana e na sua resistência de união, observaram que houve a formação de uma camada de óxidos e esta ocorreu diretamente proporcional ao aumento da temperatura, sendo que entre 700⁰C e 800⁰C, houve apenas um aumento gradual de TiO₂. Entretanto, em temperatura acima de 900⁰C a formação de TiO₂ é muito maior, acarretando em uma oxidação excessiva,

responsável pela diminuição da resistência de união entre a cerâmica e o titânio. Em todos os espécimes, após o teste de cisalhamento, ocorreram falhas adesivas na interface metal/óxido metálico (TiO_2), indicando um problema de não aderência desta camada de óxidos. Os autores concluíram que a camada de TiO_2 formada durante a queima da porcelana, é a responsável pela diminuição da união titânio/porcelana, portanto, o procedimento de oxidação utilizado para os sistemas metalocerâmicos convencionais, não deve ser empregado para o sistema Ti c.p./porcelana. Além disso, queimas da porcelana com temperaturas inferiores a 800°C podem prevenir o excesso de oxidação, favorecendo assim, a união metal/porcelana.

Em 1993, Lautenschlager & Monaghan²⁰ descreveram propriedades, vantagens e desvantagens do Ti e suas ligas aplicadas em Odontologia. Em virtude do baixo peso específico ($4,5 \text{ g/cm}^3$), ótima relação resistência/peso, baixo módulo de elasticidade e excelente resistência à corrosão, o Ti e suas ligas vinham sendo utilizados na indústria aeroespacial e naval desde a década de 50, quando ficou conhecido como “o metal maravilhoso”. Relataram que o Ti é o nono metal mais abundante na crosta terrestre (0,63%), muito mais abundante do que Au e com processo de extração barato, entretanto não pode ser encontrado naturalmente em seu estado elementar e sim na forma de rutílio (TiO_2) ou ilmenita (FeTiO_3). Devido a excelente resistência à corrosão, biocompatibilidade em tecidos moles e duros, o Ti passou a ser utilizado como elemento de escolha para implantes aloplásticos substitutos de dentes naturais. Estas propriedades estão

relacionadas com a formação de uma camada de óxidos de Ti praticamente inerte ao ataque eletroquímico, muito bem aderida ao metal de origem. Os autores ainda comentaram que a composição natural, estrutura e espessura exata da camada de óxidos depende de vários fatores associados com a sua formação, como o tipo de procedimento utilizado (usinagem ou fundição), rugosidade superficial, resfriamento feito durante o procedimento e processo de esterilizações. Descreveram que o Ti sofre uma transformação estrutural quando aquecido à 883⁰C, passando da fase alfa, para a fase beta, onde permanece até a sua fusão à 1672⁰C. Outros elementos podem ser associados ao Ti no momento da fundição com o intuito de alterar suas propriedades, melhorando assim a performance em altas temperaturas, fusibilidade, resistência, solda e maleabilidade. Alguns destes elementos atuam como estabilizadores de fases, como Al, Ga, Sn, C, O e N, que sozinhos ou associados estabilizam a fase alfa, enquanto V, Nb, Ta e Mo estabilizam a fase beta, a qual tendem a ser maleável. O Ti passou a ser utilizado em prótese apenas nos anos 70, após os trabalhos de Waterstrat que desenvolveu um aparelho de fundição odontológica específico para o metal e suas ligas. Anos depois este aparelho foi aperfeiçoado e passou a ser chamado de "Castmatic", sendo que as maiores dificuldades encontradas para fundições deste material foram o tipo de revestimento e seu correto ciclo de queima, que deveria suportar o contato com a liga fundida a aproximadamente 1.700⁰C sem reagir, não sofrer aglomerações e compensar as contrações sofridas pelo metal durante o resfriamento. O coeficiente de expansão térmica do Ti é relativamente baixo ($8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$), quando comparado com o das porcelanas convencionais ($14 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$). Além disso em altas temperaturas, o titânio

apresenta alta afinidade com oxigênio. Portanto o coeficiente de expansão térmica de porcelanas aplicadas sobre titânio, necessitam apresentar coeficiente de expansão térmica compatível com o coeficiente deste metal e devem ser queimadas em temperaturas abaixo de 800⁰C, para evitar a formação excessiva de óxidos, que dificulta a união com a porcelana. Segundo os autores, embora pesquisas adicionais ainda necessitam ser realizadas para melhorar alguns pontos negativos, como a união com a porcelana e as técnicas de fundição, desde a década de 50, o material vem sendo referenciado como o metal do futuro na área biomédica, com um futuro próximo brilhante dentro da Odontologia.

Könönen & Kivilahti,¹⁹ em 1994, investigaram os problemas básicos relatados na queima da porcelana dental com o titânio. Amostras de Ti c.p. grau I, foram divididas em 2 grupos, onde um grupo foi jateado com partículas de óxido de alumínio, e o outro recebeu ataque eletrolítico. Uma porcelana de baixa fusão foi aplicada sobre às amostras e queimada à 750⁰C. A interface entre a cerâmica e o titânio foram analisadas empregando-se microscopia acústica de varredura (C-SAM) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), equipado com EDS e WDS. Ambas as técnicas de microscopia (C-SAM e MEV), evidenciaram que a interface titânio/ porcelana das amostras jateadas, apresentou uma maior integridade do que as amostras eletropolidas, provavelmente pelo aumento do embricamento mecânico provocado pela formação de rugosidades após o jateamento. Nas amostras eletropolidas, houve a formação de uma camada de

reação mais contínua, favorecendo a propagação de fendas durante o procedimento de resfriamento.

A efetividade da utilização de um agente de união para a confecção de restaurações metalocerâmicas em titânio foi estudada por Gilbert et al.,¹² em 1994. A resistência de união foi avaliada pelo teste de cisalhamento e flexão de três pontos das seguintes combinações: 1) Ti c.p./porcelana sem agente de união; 2) Ti c.p./ a mesma porcelana com agente de união; 3) liga de Paládio/porcelana convencional apresentado como grupo controle. Os resultados foram os mesmos para ambos os testes: o grupo 1 apresentou resistência de união estatisticamente superior a do grupo controle (grupo 3). O grupo 2, apresentou os menores valores de união, sendo significativamente inferior aos grupos 1 e 3, demonstrando assim a importância da utilização do agente de união para melhorar a adesão da porcelana ao titânio.

Em 1994, Mori et al.,²³ avaliaram a reação do Ti c.p. de acordo com o tipo de revestimento utilizado. Foram utilizados três revestimentos: dois convencionais a base de sílica e um novo com óxido de alumínio e óxido de magnésio (Al_2O_3/ MgO), onde observaram que as coroas confeccionadas a partir dos revestimentos convencionais, apresentaram forte reação com o material molde de revestimento. Porém, o novo revestimento, apresentou uma pequena reação com o titânio e uma melhor compensação da contração do metal, principalmente

pela temperatura recomendada para a fundição, que substancialmente é mais alta que para os demais revestimentos.

Em 1995, Bergman⁶ em seu manual atualizado sobre titânio, descreveu o histórico do titânio, sua estrutura cristalina, suas propriedades mecânicas, comparando-as com as ligas de ouro tipo III e IV e as ligas de cromo-cobalto, onde estão descritas abaixo no Quadro 1. Ainda ressaltou muitos outros aspectos relacionados à aplicação de revestimento estético – cerâmicas, sobre a superfície do Ti, tais como: a temperatura de queima ideal para essas cerâmicas; a eliminação de camada de “Alfa-case”, fator de grande interferência na união metalocerâmica; bem como a resistência de união obtida na interface deste conjunto. O autor discorreu sobre alguns tipos de máquinas próprias para a realização da fundição de titânio, onde algumas utilizam o método de centrifugação e outras uma combinação de vácuo e pressão, sendo que ambas devem apresentar um controle da atmosfera com gás inerte (argônio).

QUADRO 1 - Propriedades mecânicas do titânio, das ligas de ouro tipo 3 e 4, e da liga de cromo-cobalto. Valores representativos do material fundido.

	Titânio	Liga de ouro Tipo3/ Tipo4	Liga de Crômio-cobalto
Limite de escoamento MPa	390	325/ 450	580
Resistência máxima à tração MPa	540	450/ 600	790
Módulo de elasticidade	110	85/100	220
% de alongamento	15	30/20	4
Dureza BHN	160	140/180	370

Pang et al.,²⁷ em 1995, compararam a resistência de união entre três diferentes combinações metalocerâmicas: 1) liga de cobre-paládio/porcelana VMK-68, 2) Ti c.p. grau I fundido/porcelana Duceratin e 3) Ti c.p. grau II usinado/porcelana Procera. Uma espessura uniforme de 1 mm de porcelana foram aplicados ao longo de 8 mm de comprimento, na parte central das amostras de metal com dimensões de 25mm x 3mm x 0.5mm. A resistência de união foi dada através do teste de flexão de três pontos, e as cargas que provocaram as fraturas das amostras, foram anotadas e levadas à análise estatística. Observaram que no grupo 1 a resistência de união foi significativamente maior do que nos grupos 2 e 3 onde não apresentaram diferenças estatisticamente significantes entre eles, embora no grupo 3 as médias apresentadas foram um pouco menores que no grupo 2. A

superfície de fratura da porcelana, de duas amostras escolhidas aleatoriamente de cada grupo após o teste de flexão de três pontos, bem como a interface de amostras seccionadas longitudinalmente foram analisadas por MEV. As fotomicrografias demonstraram que as amostras do grupo 1 apresentaram falhas principalmente coesivas, onde uma grande porção de porcelana retida na superfície do metal após o teste de flexão foi encontrada; as do grupo 2, falhas adesivas e coesivas, porém principalmente adesiva, onde uma camada de óxidos não muito bem definida foi observada na interface titânio/porcelana; e o grupo 3, demonstraram falhas principalmente adesivas na interface entre o agente de união e a superfície do metal, sem a presença de uma camada de óxidos na superfície do titânio.

Em 1996, Esquivel et al.,¹¹ realizaram um estudo para avaliar a contração linear de queima, a resistência flexural e a solubilidade química de duas porcelanas de baixa fusão, específicas para titânio (Procera e Duceratin), comparando estas propriedades com as de uma porcelana feldspática convencional (Vita VMK 68), utilizada para próteses metalocerâmicas. A contração linear de queima da porcelana Procera, foi significativamente maior do que a das porcelanas Vita VMK 68 e Duceratin, que não apresentaram diferenças significativas entre elas. Com relação à resistência flexural e solubilidade química, não houve diferenças estatisticamente significantes entre as três porcelanas.

Algumas considerações sobre a aplicação de revestimento estético (porcelana) sobre titânio, foram dadas por Kercshbaum,¹⁷ em 1996, ressaltando a necessidade de cuidados especiais. Dentre eles, relatou que primeiramente, devia-se ter em mente que o metal passa por uma transformação de fase à 883⁰C, alterando suas propriedades. Além disso, a alta reatividade do titânio com o oxigênio e nitrogênio, em temperaturas acima de 800⁰C, propiciam um aumento na espessura da camada de óxidos, podendo atingir uma espessura de 1µm, não se aderindo firmemente á superfície do metal, prejudicando a união do titânio com a porcelana. Portanto, para prevenir esta oxidação, as queimas da porcelana sobre o titânio, devem ser realizadas em temperaturas mais baixas, inabilitando o uso das porcelanas tradicionais, que são queimadas acima da temperatura crítica do titânio. Como solução, afirmou que os fabricantes desenvolveram cerâmicas especiais para titânio, que se fundem em temperaturas abaixo de 800⁰C, denominadas de cerâmicas de baixa fusão. Comentou que a estabilidade destes materiais pode ser definida como satisfatória e assemelhando às cerâmicas dentais tradicionais.

Um extenso trabalho de revisão de literatura sobre a utilização do titânio na Odontologia foi realizado em 1996, por Nakajima & Okabe.²⁴ Os autores se basearam nas pesquisas com titânio apresentados no congressos da American Association for Dental Research (AADR) e da International Association for Dental Research (IADR) no período de 1984 à 1996, observando um crescente aumento nas pesquisas relacionadas ao titânio e suas ligas nos E.U.A. neste período, sendo que a maior parte se dá na área de implantodontia (59%), seguida por fios

ortodônticos (17%) e somente (12%) ocorria na área de fundições, averiguando que os primeiros trabalhos relacionados com fundição de titânio foram escritos por Waterstrat, em 1977, onde desenvolveu a primeira máquina de fundição de titânio. Ainda relataram que este metal possuía uma importante característica, onde suas irregularidades internas provenientes da fundição poderiam se caracterizadas ou observadas através de exames radiográficos. Comentaram sobre o futuro promissor da titânio e suas ligas dentro da Odontologia, ressaltando a necessidade da realização de novas pesquisas para confirmar a utilização do titânio, como metal de escolha no campo da prótese dental.

O desenvolvimento e as propriedades do titânio, bem como sua aplicação em Odontologia, foram descritas por Wang & Fenton,³⁷ em 1996, através de uma revisão de literatura. Relataram que o aumento do preço do ouro na década de 70, propiciou a busca de ligas alternativas à base de paládio, metais base como substitutos. Entretanto, com a descoberta das controvertidas propriedades alérgicas e carcinogênicas das ligas à base de Ni e Be, houve um aumento no interesse do uso do titânio na confecção de próteses, principalmente devido sua biocompatibilidade. Além disso, outras propriedades como a alta resistência e baixo peso específico, resultando assim em ótima relação resistência/peso, e sua excelente resistência à corrosão, são alguns dos fatores responsáveis pela atenção das indústrias aeroespacial e naval, e mais recentemente, da Odontologia. Afirmaram que a alta resistência à corrosão e excelente biocompatibilidade eram dependentes de uma camada protetora passiva de óxidos de titânio, principalmente

o TiO_2 , que se forma na superfície do titânio, onde está intimamente aderida ao metal de origem, e é inerte ao ataque eletroquímico. Descreveram que de acordo com a ASTM, o Ti c.p., está disponível em quatro diferentes graus (do grau I ao IV), dependendo da quantidade de incorporação de alguns elementos traços como : O, Fe, N, H e C na sua estrutura, durante o processo de purificação do metal. O quinto grau corresponde à liga Ti-6Al-4V. Essas variações na composição, proporcionam propriedades físicas e mecânicas diferentes para cada grau, descrevendo uma variação: na resistência ao escoamento de 240 a 548 MPa, na microdureza de 130 à 210 Vickers entre o Ti c.p. graus 1 à 4. Apresenta uma densidade de $4,5\text{g/cm}^3$, baixo coeficiente de expansão térmica, e módulo de elasticidade comparável com as das ligas de ouro (103.4×10^3 MPa para o Ti c.p. – grau 1 ao grau 4 e 108.2×10^3 MPa para a liga de ouro tipo IV), resultando em próteses mais confortáveis e funcionais, com um baixo custo. Ressaltaram que a substituição das ligas nobres pelo Ti c.p. ou suas ligas, seria um processo lento, onde sua utilização ainda era pequena devido à falta de conhecimento entre os clínicos e ausência de estudos longitudinais “in vivo”. Concluíram que a utilização do Ti na confecção de próteses, dependeria de pesquisas e testes clínicos para comparar a sua efetividade como um material equivalente ou superior aos metais existentes. O futuro do Ti na Odontologia segundo os autores, parecia muito promissor.

Craig,⁹ em 1997, teceu algumas considerações sobre as propriedades do Ti e suas ligas, relatando que sua alta resistência à corrosão e excelente biocompatibilidade era dada por uma camada de óxidos formada na

superfície do metal, onde apresentava uma espessura na ordem de ângstrons, formando-se em aproximadamente 10^{-9} segundos após a exposição ao oxigênio. Além dessas propriedades já descritas, descreveu outros fatores que levaram o titânio a ser tornar “o material de escolha” dentro da Odontologia como: baixo módulo de elasticidade, baixa densidade e alta resistência. Ressaltou que à temperatura ambiente, o Ti tinha uma forma denominada de alfa, e que ao ser aquecido acima de 883°C , sofria uma transformação para a fase beta, modificando substancialmente as propriedades mecânicas e físicas do material. Em geral, a fase alfa era soldável, entretanto de difícil manuseio ou trabalho. A fase beta era maleável, sendo utilizada com finalidades ortodônticas. Ligas alfa + beta eram resistentes e maleáveis à temperatura ambiente, entretanto difíceis de serem soldadas. Tratamentos térmicos e termoquímicos podiam refinar a microestrutura pós fundição e aperfeiçoar as propriedades. Comentou sobre a dificultada fundição do titânio e suas ligas devido ao alto ponto de fusão (1700°), e a grande reatividade química com elementos presentes no ato da fundição. Portanto procedimentos especiais de fundição eram necessários tais como: ciclos de resfriamento, revestimentos especiais e máquinas de fundição apropriadas, para prevenir sua contaminação. Relatou que o Ti c.p. poderia ser encontrada em 4 diferentes graus, que variavam de acordo com o conteúdo de oxigênio (0,18 a 0,40%). Ainda mencionou que qualquer manipulação do Ti em altas temperaturas ($>600^{\circ}$), deveria ser realizada em ambiente controlado, com gás inerte, para evitar a contaminação da superfície com a “Alfa-case”, onde consiste em uma camada dura e enriquecida

de óxidos, que diminui a resistência e a ductibilidade do material, podendo apresentar uma espessura de 100µm quando a atmosfera não for controlada.

Anusavice,³ em 1998, discorre sobre alguns fatores importantes na confecção de restaurações metalocerâmicas, principalmente no que concerne à união. Comenta que existem dois tipos de união entre o metal e a porcelana: 1) embricamento mecânico, 2) adesão química ao longo da interface porcelana/metal. Ressalta que o comportamento da oxidação de uma liga determina amplamente seu potencial de adesão com a porcelana, sendo que as ligas metálicas que formam óxidos aderentes durante o ciclo de desgaseificação, também formam uma boa união com a porcelana, enquanto que as ligas com óxidos aderentes de pobre qualidade, formam pobres adesões. Nesses casos, a união mecânica pode ser bem útil na união do metal com a cerâmica. Além disso, o autor cita um sistema, onde é utilizado um agente de união (adesivo), para auxiliar esta adesão. Ainda destacou a importância das forças mecânicas de compressão para a união metalocerâmica, enfatizando que o requisito fundamental para uma boa compatibilidade é que os coeficientes de expansão térmica de ambos os componentes estejam bem próximos, prevenindo o aparecimento de tensões na interface de união durante o resfriamento, o que poderia conduzir à fratura do recobrimento cerâmico. Menciona que os sistemas metalocerâmicos devem ser planejados com uma pequena diferença nos coeficientes de expansão térmica, para manter a porcelana sobre estado de tensão de compressão.

Em 1998, a Vita Zahnfabrik,³⁶ lançou um manual de instruções de trabalho de uma porcelana específica para titânio (Vitatitankeramik), onde trata de alguns aspectos técnicos, dentre eles, a adequada preparação da superfície do titânio para receber a aplicação da porcelana. Comenta sobre a necessidade de remoção da camada “Alfa-case”, com fresas de tungstênio com cortes transversais, em baixa velocidade, com pouca aplicação de pressão, para que não haja o aquecimento da peça, e uma possível oxidação. Ressalta a necessidade de jateamento com óxido de alumínio, e aplicação do Bonder, que é um agente de união, entre o titânio e a porcelana, aplicado previamente à colocação da cerâmica.

Para caracterizar as fendas e os defeitos de união que ocorrem na interface titânio/cerâmica, Wang et al.,³⁸ em 1998, realizaram um estudo, onde a interface foi avaliada empregando-se de microscopia acústica de varredura (C-SAM) e teste de flexão de quatro pontos. A microscopia eletrônica de varredura foi posteriormente empregada, para validar os resultados do (C-SAM). As amostras foram confeccionadas de Ti c.p. grau II e uma porcelana de baixa fusão específica para titânio – Duceratin (Degussa – Germany), que foram divididas em 4 grupos: grupo 1 – controle - foi aplicado agente de união (bonder); grupo 2 – sem agente de união, grupo 3 – recobrimento com paládio + agente de união; grupo 4 – recobrimento com cromo + agente de união. O recobrimento com paládio e cromo foram feitos através de deposição por feixes de íons, para funcionar como uma barreira de difusão do oxigênio durante a queima da porcelana. Os autores encontraram uma correlação entre as imagens observadas nas microscopias e os

valores obtidos no teste de flexão. As amostras do grupo 3 demonstraram menores defeitos na interface e uma resistência maior que o grupo controle. Entretanto, o grupo 2, apresentou uma imagem com grandes quantidades de vazios, devido a falta de união, e uma menor resistência à fratura do que o grupo controle. O grupo 4, não evidenciaram diferenças significativas do grupo controle.

Wang et al.,³⁹ no mesmo ano, relataram que devido a alta reatividade do titânio em altas temperaturas, uma camada se formava na superfície do Ti fundido, como produto da interação do mesmo com alguns elementos e com o revestimento, alterando assim, as propriedades físicas e mecânicas do Ti e suas ligas. Com a finalidade de avaliar a efetividade do uso de recobrimento com óxidos estáveis na redução das reações entre o Ti e o material de revestimento, realizaram um estudo, onde amostras de Ti c.p. foram fundidas sob três situações: grupo 1, foi utilizado um revestimento aglutinado por fosfato, empregado normalmente em fundições convencionais (Prevest – Prevest) ; grupo 2, revestimento próprio para fundição de titânio (Tycast – Jeneric/ Pentron); e no grupo 3, inicialmente os padrões tiveram um dos lados pulverizados com óxido de ítrio – Y_2O_3 , e posteriormente foi vertido o mesmo revestimento utilizado para o grupo 2 (Tycast – Jeneric/ Pentron), sendo que o lado oposto serviu como uma superfície de referência (controle). As amostras foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia por energia dispersiva de raio X, onde promove uma análise qualitativa e semi-quantitativa dos elementos químicos presentes na superfície analisada. Observaram que uma camada de 7 a 10 μm de espessura se

formou durante fundição do Ti, em reação com o material de revestimento tradicional . Entretanto, quando foi empregado o recobrimento com óxido de ítrio ou óxido de zircônio (substância provavelmente presente na composição do revestimento Tycast), houve uma diminuição de reações na interface entre o Ti c.p. e o material de revestimento embora este recobrimento, não tenha prevenido totalmente a dissociação do oxigênio na superfície da camada de titânio.

A Esprident GmbH,¹⁰ em 1999, no manual de informação e modo de aplicação de uma porcelana de ultra baixa fusão específica para titânio (Triceram[®] Triline ti), menciona que esta cerâmica é totalmente sintética, com estrutura monofásica e não apresenta leucita em sua composição. Também retratam a necessidade de remoção da camada de “Alfa-case” com fresas especiais, em baixa velocidade e posterior jateamento com óxido de alumínio (125-250 μ m) e uma pressão de 2-3 bares, num ângulo de 45⁰C, visto que deste forma, proporciona um adequado resfriamento da superfície no momento da preparação, para que não ocorra uma oxidação. Descreve as temperaturas de queima para cada cocção da porcelana, onde as temperaturas finais variam de 715⁰C à 795⁰C.

Rollo & Rossiti,³⁰ verificaram a compatibilidade térmica entre duas ligas de Ni-Cr, uma comercial e uma experimental, e três porcelanas convencionais: Willceran Porcelain, Duceram Metallkeramik e a Vita VMK68. Para isto realizaram o levantamento das curvas de expansão térmica de cada liga e das porcelanas empregando-se o teste de Dilatometria. O dilatômetro utilizado foi um modelo DT

1000 da Adamel Lhomargy, que utiliza um transdutor diferencial para medição da expansão térmica dos corpos de prova. A compatibilidade entre os conjuntos metalocerâmicos foram analisados, seguindo os conceitos descritos por Yamamoto. Observaram que as diferenças entre os valores de expansão térmica (medidas em dL/Lo nas temperaturas de amolecimento de cada amostra de porcelana) do metal e da porcelana, para os pares metalocerâmicos estudados, variaram de 0,211% a 0,09%, ficando dentro da faixa segura definida por Yamamoto para restaurações metalocerâmicas: 0,21% a 0,02%. Concluíram então que todos os conjuntos metalocerâmicos apresentam compatibilidade, e que o equipamento e a metodologia utilizados são adequados para análise comparativa da compatibilidade térmica entre metal ou ligas metálicas e porcelanas odontológicas.

Ylmaz & Dinçer,⁴¹ em 1999, avaliaram a resistência de união da porcelana Vitatitankeramik ao Ti c.p., através de teste de flexão de três pontos. Adicionalmente, foi verificada a compatibilidade dos coeficientes de expansão térmica e a aderência da camada de óxidos ao metal. Como grupo controle, utilizaram um liga de Ni-Cr juntamente com porcelana Vita VMK 68. Seis amostras de cada grupo foram confeccionadas para cada uma das três condições de teste. Os resultados demonstraram que no teste de flexão de três pontos, tanto o Ti c.p., como a liga de Ni-Cr exibiram valores acima do nível mínimo aceitável (25 MPa), com médias de 37 MPa para o Ti c.p./Vitatitankeramik e 46,6 MPa para o Ni-Cr/VMK68. Os resultados do teste de expansão térmica mostraram que a compatibilidade térmica proposta, não foi observada entre a porcelana e o titânio. Já

o sistema Ni-Cr/ VMK68 apresentaram valores de coeficiente de expansão térmica compatíveis. Com relação a aderência de óxidos ao substrato metálico, as duas ligas exibiram valores aceitáveis (39,1 MPa para o Ni-Cr e 32,1 MPa para o Ti c.p.). Estes resultados levaram os autores a concluir que a aderência da porcelana ao Ti c.p. era aceitável, e que a resistência de união do mesmo era comparável ao sistema Ni-Cr/ porcelana Vita VMK 68.

Em 2000, a Noritake²⁵ lançou o manual de instruções da porcelana Super Porcelain TI22, indicando como sendo específica para a aplicação sobre titânio. Apresenta ciclos de queima entre 750-790⁰C, cujo fabricante recomenda a realização de um tratamento de oxidação do metal à temperatura de 790⁰C, após o jateamento da peça com óxido de alumínio. Este sistema apresenta um agente de união (Bonder), que deve ser aplicado posteriormente à oxidação.

Atsü & Berksun,⁵ em 2000, avaliaram a característica de união entre o titânio fundido e usinado e três porcelanas próprias para titânio (Vitatitankeramik, TiBond, Noritake Ti22), queimadas sob vácuo ou em atmosfera de argônio, utilizando o teste de flexão de três pontos e análise da interface empregando-se microscopia eletrônica de varredura e EDS. Os resultados foram comparados com o grupo controle: liga de Ni-Cr/porcelana convencional (Ivoclair IPS Classic) queimadas sob as mesmas condições descritas anteriormente. As amostras foram confeccionadas na forma de placas com 28mm x 3,2mm x 0,8mm e as porcelanas aplicadas na porção central nas dimensões de 8mm x 3mm. Para a

porcelana Vitatitankeramik, não foi utilizado o agente de união previamente à aplicação da porcelana. Na análise das interfaces empregando-se M.E.V., observaram que o grupo da porcelana Vitatitankeramik apresentou grandes fendas na interface, acarretando em uma pobre união metal/porcelana. Este fato pode ser explicado pela ausência do agente de união. Os outros grupos demonstraram interfaces livres de fendas, porém algumas porosidades foram observadas. Após o teste de flexão de três pontos, verificaram que os grupos Ti c.p./ Vitatitankeramik e Ti c.p./ Ti Bond, apresentaram resistência de união inferiores ao grupo controle e Ti c.p./Noritake TI22. Concluíram que a queima da porcelana em atmosfera de argônio tem um efeito secundário para a união Ti/ Porcelana, entretanto o agente de união apresenta um efeito positivo tanto na resistência de união quanto na integridade da interface.

Em 2000, Touati et al.,³³ relatam que as cerâmicas utilizadas para coroas metalocerâmicas são à base de feldspato, podendo ser classificadas pela temperatura de fusão, onde as cerâmicas feldspáticas de alta fusão são usadas principalmente para dentes de próteses e são queimadas a uma temperatura em torno de 1260^oC a 1400^oC. As de média fusão são empregadas nas restaurações de jaqueta de porcelana, onde são queimadas entre 1080^oC e 1260^oC. Já as de baixa fusão são utilizadas para ao sistemas metalocerâmicos, com temperaturas de queima em torno de 900^oC a 1080^oC. Ainda mencionam que com os recentes desenvolvimento de cerâmicas, uma quarta classificação teve que ser adicionada, sendo denominadas de cerâmicas de fusão ultra baixa, onde são queimadas em

torno de 650-850⁰C, e foram desenvolvidas para utilização em estruturas de titânio. Os autores ressaltam que o coeficiente de expansão térmica dessas porcelanas são compatíveis ao do titânio, reduzindo assim o estresse residual na interface, que pode ser um fator que gera o fracasso do revestimento cerâmico. Além disso, as temperaturas de baixa fusão podem preservar a microestrutura da cerâmica, em contraste aos materiais de fusão mais alta, que podem sofrer dissolução dos componentes cristalinos, resultando em uma aparência viva e mais natural da porcelana. A resistência à flexão é similar à da porcelana feldspática convencional.

Picon, em 2000,²⁹ realizou um estudo das propriedades físicas, químicas e mecânicas do Ti c.p. grau 2 e da liga Ti-6Al-4V. As curvas de expansão do Ti c.p., da liga e três porcelanas odontológicas convencionais: Willceran Porcelain (Willians Gold Buffalo – U.S. A.; Duceram (Ducera – Germany); Vita VMK 68 (Vita Zahnfabrick – Germany) foram determinadas utilizando o ensaio de dilatométrica para verificar a compatibilidade térmica do conjunto metal/cerâmica. Os resultados observados para o Ti c.p. e as cerâmicas apresentaram-se dentro do intervalo 0,226–0,396%, estando acima da “faixa segura” descrita por Yamamoto (0,02-0,21%). Portanto concluiu que em todas as situações, os conjuntos Ti c.p./porcelanas apresentam incompatibilidade, podendo ocorrer trincas, devido à compressão excessiva da porcelana.

Em 2001, Botinno et al.,⁷ classificam as porcelanas odontológica, de acordo com o ponto de fusão de cada uma: 1) alto ponto de fusão - >1.300⁰C; 2)

médio ponto de fusão - 1.101⁰C a 1.300⁰C; 3) baixo ponto de fusão - 850⁰C a 1.100⁰C; 4) ultra baixo ponto de fusão - < 850⁰C, que são as porcelanas utilizadas para titânio.

Tróia Jr., em 2001,³⁴ avaliou a resistência de união de uma porcelana de ultra baixa fusão ao Ti c.p. e a liga Ti-6Al-4V, pelo ensaio de flexão de três pontos. As amostras de Ti c.p. e da liga com dimensões de 25mm x 3mm x 1mm tiveram sua porção central recoberta pela porcelana Vitatitankeramik (Vita Zahnfabrick – Germany) com uma espessura uniforme de 1mm. Foram utilizadas como grupo controle, amostras de uma liga de prata-paládio com a porcelana Duceram (Degussa – Germany). Metade dos corpos de prova de cada grupo foram termociclados, e posteriormente levados em uma máquina de ensaios universal (Instron), para a realização do ensaio mecânico. Para a caracterização do tipo de fratura, as áreas fraturadas foram observadas em microscopia eletrônica de varredura. Observou que o grupo controle apresentou médias de valores de resistência de união significativamente superior às dos grupos de Ti e Ti-6Al-4V, onde não mostraram diferenças estatisticamente significante entre eles. O autor ainda relatou que no grupo do Ti e da liga, as falhas ocorridas foram predominantemente adesivas, na interface óxido-metal. Entretanto no grupo controle, ocorreram falhas coesivas, onde um grande número de ilhas de porcelana residual, foram observadas aderidas à superfície do metal.

A resistência de união ao cisalhamento da interface formada pela união do Ti c.p. fundido ou usinado e as cerâmicas Triceram e Noritake TI22 foram analisadas por Oyafuso,²⁶ em 2001. Foram confeccionadas 10 amostras de Ti c.p. grau I para cada grupo: 1) Ti c.p. usinado/ Triceram; 1) Ti c.p. fundido/ Triceram; 3) Ti c.p. usinado/Noritake TI22; Ti c.p. fundido/ Noritake TI22, e posteriormente procedeu-se a aplicação das porcelanas segundo às respectivas recomendações de cada fabricante. Os resultados demonstraram que as combinações apresentam altas médias de resistência de união, não havendo diferenças estatisticamente significante entre os grupos Ti c.p./usinado (63,12 MPa) e Ti c.p./fundido (68,61 MPa), e as porcelanas Triceram (64,38 MPa) e Noritake (67,35 MPa). A análise de fratura das amostras após o ensaio mecânico, sugere falhas do tipo metal - óxido metálico, indicando ser essa interface a região de menor resistência do conjunto.

Low et al.,²¹ em 2001, ressaltam que o coeficiente de expansão térmica (α), tem sido diferentemente relatado na literatura, onde seus valores variam entre $8,4 - 10,8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. Explicam que essas variações podem ser encontradas devido à qual velocidade de aquecimento é utilizada para a obtenção das curvas de expansão térmica, e que as condições dos espécimes também podem influenciar significativamente nesses valores. Portanto realizou um estudo para verificar o coeficiente de expansão térmica do titânio no aquecimento e no resfriamento com as seguintes condições de superfície e taxas de aquecimento: Grupo I - Ti c.p. apenas fundido, com taxa de aquecimento de $5^{\circ}\text{C min}^{-1}$; Grupo II - Ti c.p. fundido e jateado, com a taxa de aquecimento de $5^{\circ}\text{C min}^{-1}$; Grupo III - Ti c.p. fundido e

jateado, com taxa de aquecimento de $1^{\circ}\text{C min}^{-1}$. Para obtenção das curvas de expansão térmica, as amostras foram aquecidas entre a temperatura de 25°C e 800°C . As médias dos valores dos coeficientes de expansão térmica calculados na faixa entre 100°C e 400°C foram: $8,96 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}$; $8,72 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}$; $8,57 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}$ para os grupos 1, 2 e 3 respectivamente durante o aquecimento, e $8,51 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}$; $8,46 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}$; $8,49 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}$ para os grupos 1, 2 e 3 respectivamente durante o resfriamento. Embora valores diferentes foram observados, nenhuma diferença estatisticamente significativa foi encontrada entre os grupos tanto no aquecimento quanto no resfriamento. Ainda ressaltam que porcelanas com coeficientes de expansão térmica menores que $8,5 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}$ podem ser adequadas para aplicações de titânio/cerâmica.

Guastaldi et al.,¹³ em 2001, teceu algumas considerações sobre a fundição de titânio pelo processo Plasma-Skull (Processo utilizado pela máquina nacional EDG Equipamentos). Menciona que este processo de fundição é vantajoso, principalmente para o titânio, devido sua grande reatividade química em altas temperaturas, pois o metal é fundido sobre uma fina camada dele mesmo, sendo apenas o interior da pastilha injetado no molde de revestimento. A “casca” remanescente, que corresponde à parte externa da pastilha, permanece no cadinho, evitando assim mais um fator de contaminação para o metal. Descreve que todo o processo é realizado em atmosfera inerte, onde o gás utilizado é o argônio super puro, não reagindo com nenhum elemento químico do metal ou do revestimento.

PROPOSIÇÃO

3. Proposição

Os objetivos deste trabalho são:

- Caracterizar química e metalograficamente a superfície do titânio comercialmente puro antes e após a fundição;
- Estudar a interface entre o Ti c.p. e três porcelanas específicas para titânio, empregando-se Microscopia Eletrônica de Varredura - M.E.V., EDS e Mapeamento Elementar.
- Obter as curvas de expansão térmica do Ti c.p. e das três porcelanas estudadas, para verificar se existe compatibilidade entre os coeficientes de expansão térmica dos conjuntos metalocerâmicos.

MATERIAL E MÉTODO

4. Material e método

4.1. MATERIAIS:

- ◆ Nesta pesquisa foi utilizado titânio comercialmente puro (Ti c.p.), descrito no Quadro 2.

Quadro 2 – Metal, Fabricante e Composição Química Nominal *:

METAL	FABRICANTE	COMPOSIÇÃO QUÍMICA NOMINAL*
Titânio comercialmente puro Grau 1 – (Tritan)	Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG- Pforzheim – Alemanha	- 99,5% Ti - outros elementos Fe, O, H, N, C.

* Fornecida pelo fabricante

- ◆ Está relacionado no Quadro 3, o revestimento específico para a fundição de titânio.

Quadro 3 – Revestimento, Fabricante e Composição Química Nominal *:

REVESTIMENTO	FABRICANTE	COMPOSIÇÃO QUÍMICA NOMINAL*
Pó – Rematitan Ultra	Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG- Pforzheim – Alemanha	Segredo Industrial
Líquido – Rematitan Ultra		Segredo Industrial

* Fornecida pelo fabricante

- ◆ Estão descritas no Quadro 4, as três porcelanas odontológicas de ultra baixa fusão, específicas para titânio.

Quadro 4 – Porcelanas Odontológicas de ultra baixa fusão, Fabricantes e Composições Químicas Nominais*:

PORCELANAS	FABRICANTES	COMPOSIÇÃO QUÍMICA NOMINAL*
VITA TITANKERAMIK	Vita Zahnfabrick – Sackinger – Alemanha	Segredo Industrial
TRICERAM Triline ti	Esprident Gmbh – aesthetic dental products – Alemanha	Segredo Industrial
NORITAKE SUPER PORCELAIN TI-22	Noritake Co., Ltda – Japão	Segredo Industrial

* Fornecida pelo fabricante

4.2. MÉTODOS:

Para facilitar a compreensão, a metodologia foi dividida em 3 etapas:

1ª Etapa: Análise Química e Metalográfica para caracterização do Ti c.p.

2ª Etapa: Análise das Interfaces empregando-se MEV e EDS.

3ª Etapa: Dilatometria.

1ª ETAPA: ANÁLISE QUÍMICA E METALOGRÁFICA PARA CARACTERIZAÇÃO

DO Ti c.p.

Para esta fase do estudo, foram fundidas cinco placas metálicas de Ti c.p., sendo uma placa utilizada para realização da análise química e as quatro placas restantes, empregadas na caracterização metalográfica da superfície do metal após a fundição. É importante ressaltar que o processo de fundição destas amostras foi o mesmo utilizado para a fundição das amostras da 2ª Etapa do experimento, que está descrito posteriormente.

Análise Química

Foi realizada análise química do Ti c.p. antes e após à fundição empregando-se a máquina Discovery Plasma – EDG Equipamentos e Controles Ltda. – São Carlos – SP (Figura 4).

Nesta análise uma pastilha de Ti c.p. como fornecida pelo fabricante e uma placa metálica após à fundição, foram enviadas ao laboratório do Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais – CCDM – UFSCAR, onde quantidades suficientes em forma de limalhas foram removidas das amostras para serem analisadas. A análise da composição química foi feita por Espectrometria de Emissão por Plasma Induzido (ICP-AES) em um Espectrômetro de Emissão Atômica Atom Scan 25 – Thermo Jarrel Ash e Analisador Elementar de C e S, CS-444 – LECO.

A espectrometria de emissão de plasma induzido em argônio, I.C.P. (Inductively Coupled Plasma), é uma técnica analítica para determinação de elementos de uma amostra desde os níveis de subtraços e traços até macro elementos. Na teoria a técnica é aplicável a todos os elementos, exceto ao argônio, e amostras podem ser analisadas no estado líquido, sólido ou gasoso. Na prática resultados analíticos favoráveis são obtidos para aproximadamente 70 elementos, com limite de detecção alcançando usualmente níveis de parte por bilhão.

Análise Metalográfica

Esta análise estuda a constituição, a estrutura e a textura dos materiais e seu relacionamento com as propriedades mecânicas, físicas, químicas e processos de fabricação.

O estudo da microestrutura do Ti c.p. foi realizado por Microscopia Óptica antes e após as fundições, com o objetivo de analisar a morfologia e possíveis mudanças microestruturais do metal.

Os corpos de prova foram presos em uma matriz confeccionada em resina acrílica de polimerização rápida com dois parafusos que permite o ajuste para cada amostra fixada e submetidos ao polimento mecânico com lixa de granulação 240, 280, 360, 400, 500 e 1000 mesh, seguido de polimento mecânico com feltro, embebido em óxido de alumínio (alumina) de granulação 1 e 0,3 μ m, em politriz elétrica Montasupal, e posteriormente limpas ultrasonicamente por 20 min., com intuito de se obter uma superfície plana e polida, adequada para proceder os ensaios metalográficos da maneira mais criteriosa possível.

Visando a revelação das microestruturas dos biomateriais a base de titânio, foram realizados ataques químicos com reagente de Kroll, que possui a seguinte composição:

- 1-3 ml de HF (agente redutor)
- 3-6 ml de HNO₃ (agente oxidante)
- completado a 100 ml de água.

As placas foram imersas nesta solução, por períodos de tempo de 5 à 30 segundos e após, lavados em água corrente e secos com ar comprimido.

As análises foram realizadas em um Microscópio Óptico Leika, modelo DMR.

2ª ETAPA: ANÁLISE DAS INTERFACES EMPREGANDO-SE MEV E EDS

Obtenção dos corpos de prova

Foram fundidas 30 placas metálicas de Ti c.p., e divididas em três grupos de 10 placas cada, de acordo com as respectivas porcelanas; como descritas no Quadro 5.

Quadro 5 – Divisão dos grupos de acordo com as respectivas porcelanas.

GRUPOS	NÚMERO DE PLACAS	MATERIAIS UTILIZADOS
G1	10	Ti c.p. + Vita Titankeramik
G2	10	Ti c.p. + Triceram Triline ti
G3	10	Ti c.p. + Noritake Super Porcelain Ti-22

Fundição das placas metálicas em Ti c.p.

As placas metálicas foram obtidas pelo processo de fundição de cera perdida. Padrões iniciais nas dimensões de 25 mm de

comprimento, 3 mm de largura e 1 mm de espessura foram confeccionados pelo corte de placas de acetato para clareamento, com o auxílio de um bisturi e uma régua de metal. Em seguida, as placas foram fixadas com sprues de 4mm de diâmetro (Wax Wire for Casting Sprues – Dentauro – Pforzheim – Alemanha), de cinco em cinco, e condutos de alimentação foram confeccionados, conforme ilustrado na Figura 2. Posteriormente o conjunto, foi montado na base formadora de cadinho e num anel de aço, para inclusão no revestimento (Figura 3).



FIGURA 2 - Padrões de acetato unidos por sprues.



FIGURA 3 - Conjunto montado na base formadora de cadinho e anel de aço.

O revestimento foi então manipulado por um misturador à vácuo Turbo-Mix – EDG Equipamentos e Controles Ltda. – São Carlos - SP, por 60 segundos, com proporção pó/líquido de 100g/14mL, e vazado com o auxílio de um vibrador, aguardando-se o tempo de 2h para o processo de presa do material, conforme recomendado pelo fabricante.

A seguir, procedeu-se a eliminação da cera e expansão do revestimento, em Forno EDGCON 3P-S – EDG Equipamentos e Controles Ltda – São Carlos - SP, onde o processo está descrito no Quadro 6.

Quadro 6 – Ciclos de expansão para o Revestimento Ultra*

RAMPA/ TEMPERATURA	VELOCIDADE DE AQUECIMENTO/ RESFRIAMENTO	PATAMAR/ TEMPERATURA	TEMPO DE PERMANÊNCIA
1/ Ambiente – 250 ^o C	3 – 5 ^o C/min	1/ 250 ^o C	90 min
2/ 250 ^o C – 890 ^o C	3 – 5 ^o C/min	2/ 890 ^o C	20 min
3/ 890 ^o C – 430 ^o C	—————	3/ 430 ^o C	Mínimo de 120 min

* Fornecido pelo Fabricante

Logo após, o Ti c.p. foi fundido em uma máquina especial para fundição de titânio - Discovery Plasma – EDG Equipamentos e Controles Ltda. – São Carlos – SP (Figura 4). Esta máquina apresenta duas câmaras comunicadas por uma abertura: uma superior – Figura 5A, onde foi posicionada a pastilha de Ti c.p., que utiliza plasma (arco voltaico) como meio de transmissão de energia para fundir os metais, e uma inferior – Figura 5B, que foi posicionado o molde de revestimento.



FIGURA 4 - Máquina de fundição de titânio DISCOVERY PLASMA – EDG Equipamentos.

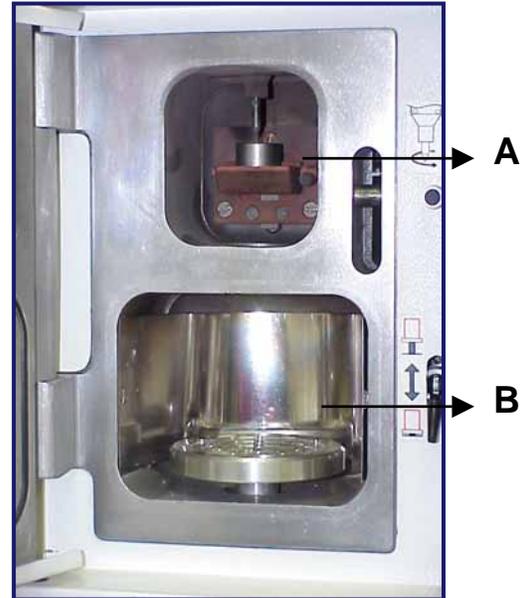


FIGURA 5 - Câmara de fundição.
A – Câmara Superior - Fusão
B – Câmara Inferior - Fundição

O processo de fundição é todo automático, onde inicialmente, ocorre a limpeza das câmaras superior e inferior com gás de argônio e imediatamente faz-se vácuo com o intuito de remover todo o oxigênio presente, sendo os gases eliminados pelo conduto de evacuação presentes nas duas câmaras. Novamente há a injeção de argônio e a pastilha começa a ser fundida por Plasma-Skull, conforme o esquema que está representado na Figura 6.

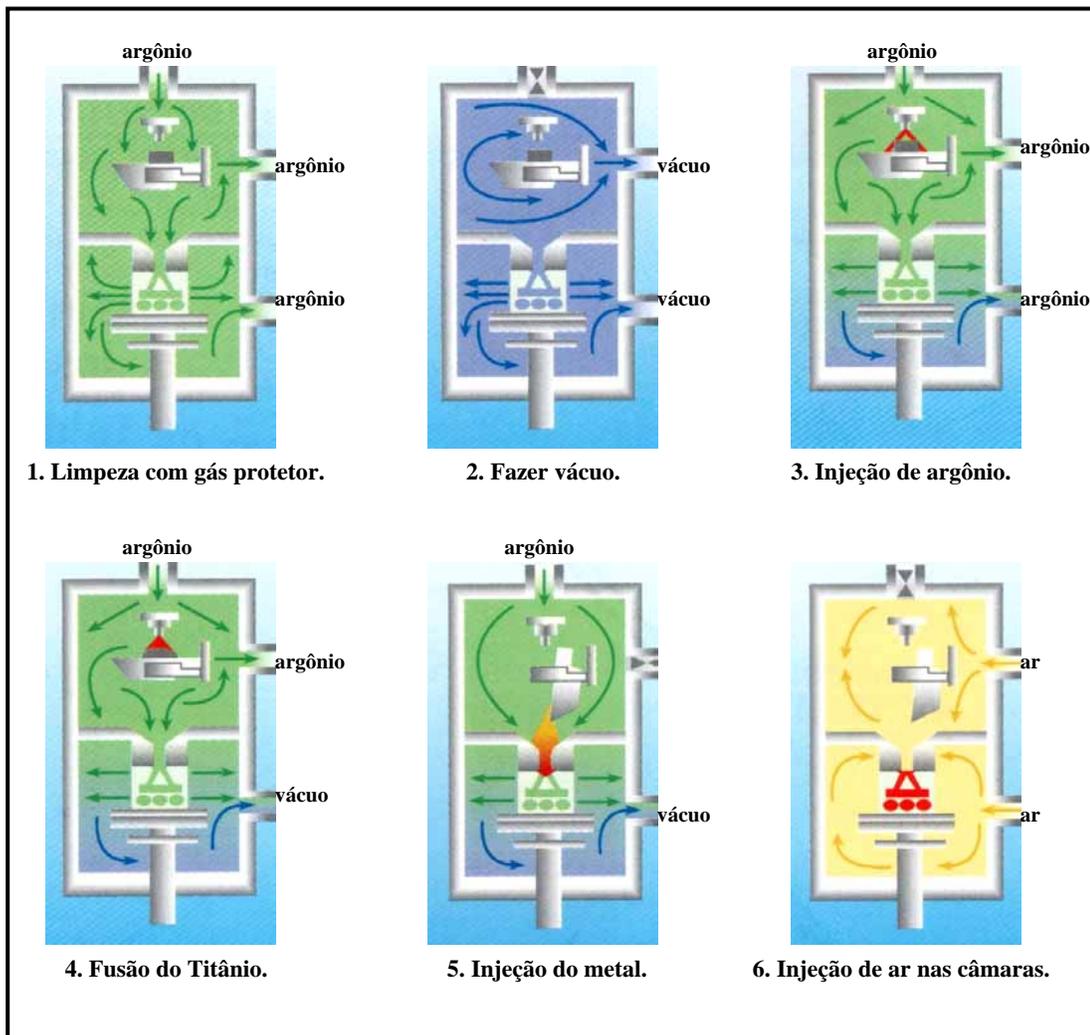


FIGURA 6 – Esquema de funcionamento das máquinas que utilizam o processo de Plasma-Skull para fundição de metais ou ligas metálicas*.

Posteriormente à fundição, as placas foram separadas do revestimento, jateadas com óxido de alumínio para remoção de excesso de revestimento e os condutos de alimentação cortados com discos de carborundum, onde o comprimento foi ajustado para 25mm de comprimento, mediante desgaste

* Esquema fornecido pela Dentaurum J.P. - Alemanha.

com disco de carborundum e uso de um paquímetro digital. É importante ressaltar que após retificação, as placas metálicas deveriam apresentar 25mm de comprimento, 3mm de largura e 1mm de espessura (Figura 7).



FIGURA 7 - Preparação das placas antes da aplicação da porcelana.

Tratamento da superfície do Titânio para aplicação da porcelana

Inicialmente foi delimitada uma área de 5mm ao redor de toda a placa, para que fosse realizado o tratamento apenas na superfície onde seria aplicada a porcelana (Figura 8).



FIGURA 8 - Delimitação da área que será tratada para receber a porcelana.

O tratamento da superfície do titânio foi realizado conforme as recomendações dos fabricantes que está representado no fluxograma da Figura 9:

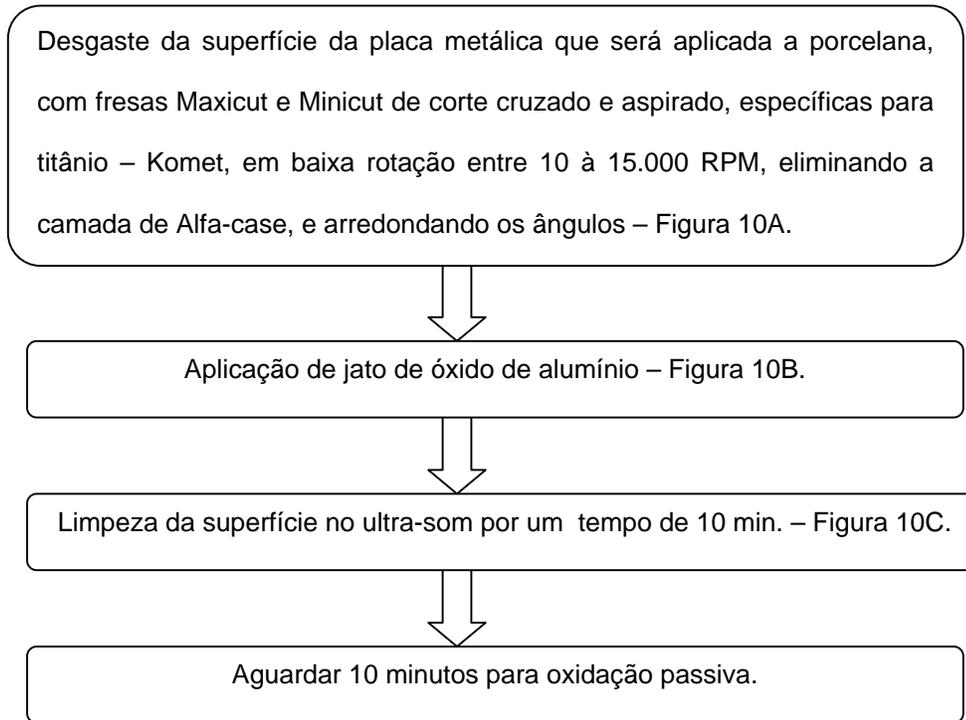


FIGURA 9 - Tratamento da superfície do titânio para aplicação da porcelana.

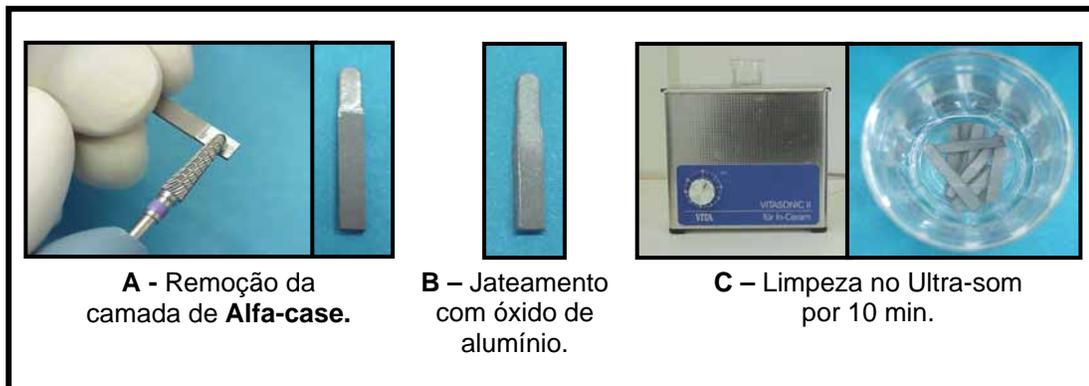


FIGURA 10 - Seqüência de tratamento da superfície do Ti c.p. para receber a porcelana.

Aplicação e ciclo de cocção das porcelanas

As porcelanas foram aplicadas conforme as recomendações dos fabricantes, somente na porção da placa metálica em que recebeu o tratamento (Figura 11).



FIGURA 11 - Placa após tratamento para aplicação da porcelana.

A aplicação das porcelanas e seus ciclos de cocção estão descritos no fluxograma da Figura 12.

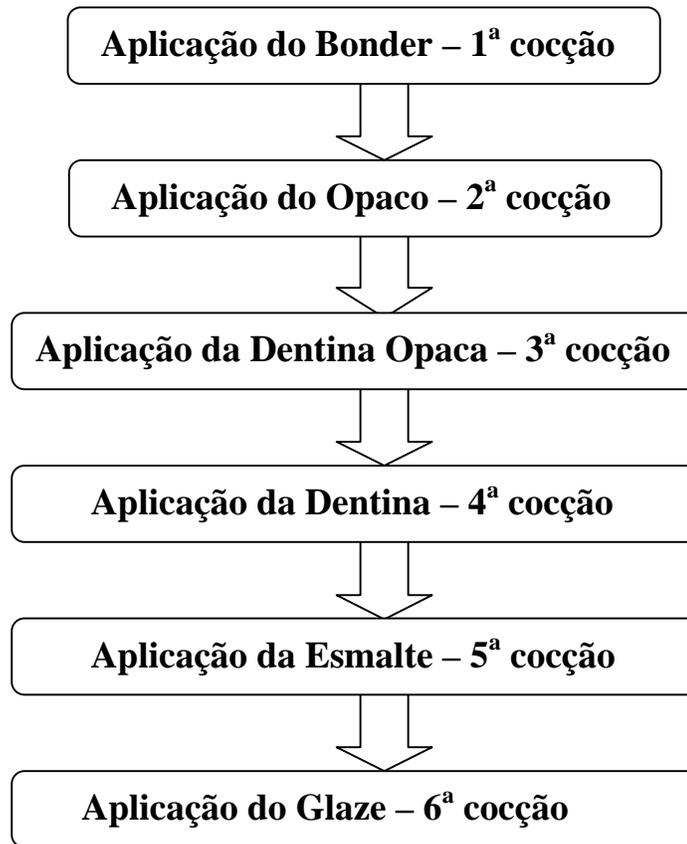


FIGURA 12 - Ciclo de cocção da porcelana.

Obs: Somente para a porcelana Noritake TI22, o fabricante indica que se realize um tratamento térmico, chamado de oxidação, previamente à aplicação do Bonder, onde esta recomendação foi seguida rigorosamente.

As cocções das porcelanas foram realizadas em um forno à vácuo Vulcano – EDG Equipamentos – Brasil (Figura 13). As temperaturas e a duração dos ciclos de cocção de cada camada, referente aos sistemas de porcelanas Vitatitankeramik, Triceram e Noritake TI22 estão descritas nos Quadros 7, 8, e 9 respectivamente.



FIGURA 13 - Forno para cocção das porcelanas – Vulcano – EDG Equipamentos.

Quadro 7 – Ciclos de cocção da porcelana Vitatitankeramik.

	1	2	3	4	5
Bonder	400 ⁰ C	2min.	60 ⁰ C	400 ⁰ C	800 ⁰ C
Opaco	400 ⁰ C	6min.	110 ⁰ C	400 ⁰ C	790 ⁰ C
Dentina Opaca	400 ⁰ C	6min.	50 ⁰ C	400 ⁰ C	770 ⁰ C
Dentina	400 ⁰ C	6min.	50 ⁰ C	400 ⁰ C	770 ⁰ C
Esmalte	400 ⁰ C	6min.	50 ⁰ C	400 ⁰ C	770 ⁰ C
Glaze	400 ⁰ C	4min.	110 ⁰ C	400 ⁰ C	750 ⁰ C

- 1- Temperatura inicial.
- 2- Tempo de secagem.
- 3- Temperatura de aquecimento por minuto.
- 4- Temperatura inicial sob vácuo.
- 5- Temperatura final sob vácuo.

Quadro 8 - Ciclos de cocção da porcelana Triceram.

	1	2	3	4	5
Bonder	600 ⁰ C	2min.	65 ⁰ C	600 ⁰ C	795 ⁰ C
Opaco	600 ⁰ C	2min.	65 ⁰ C	600 ⁰ C	795 ⁰ C
Dentina Opaca	600 ⁰ C	6min.	55 ⁰ C	600 ⁰ C	755 ⁰ C
Dentina	600 ⁰ C	6min.	55 ⁰ C	600 ⁰ C	755 ⁰ C
Esmalte	600 ⁰ C	4min.	55 ⁰ C	600 ⁰ C	755 ⁰ C
Glaze	600 ⁰ C	2min.	55 ⁰ C	600 ⁰ C	755 ⁰ C

- 1- Temperatura inicial
- 2- Tempo de secagem
- 3- Temperatura de aquecimento por minuto
- 4- Temperatura inicial sob vácuo
- 5- Temperatura final sob vácuo

Embora no quadro 9, a temperatura e o tempo de oxidação tenham sido especificados, não se considera como um dos ciclos de cocção da porcelana, visto que esta etapa é realizada previamente à aplicação da porcelana Noritake Ti 22 sobre o Ti c.p. Considera-se portanto como a 1^a cocção, desta porcelana a queima do Bonder.

Quadro 9 - Ciclos de cocção da porcelana Noritake TI22.

	1	2	3	4	5
Oxidação	500 ^o C	3min.	50 ^o C	500 ^o C	800 ^o C
Bonder	500 ^o C	5min.	50 ^o C	500 ^o C	800 ^o C
Opaco	500 ^o C	5min.	50 ^o C	500 ^o C	780 ^o C
Dentina Opaca	500 ^o C	7min.	40 ^o C	500 ^o C	760 ^o C
Dentina	500 ^o C	7min.	40 ^o C	500 ^o C	760 ^o C
Esmalte	500 ^o C	7min.	40 ^o C	500 ^o C	760 ^o C
Glaze	500 ^o C	2min.	50 ^o C	600 ^o C	750 ^o C

- 1- Temperatura inicial
- 2- Tempo de secagem
- 3- Temperatura de aquecimento por minuto
- 4- Temperatura inicial sob vácuo
- 5- Temperatura final sob vácuo

É importante ressaltar que nenhum dispositivo foi utilizado para realizar a padronização da espessura das camadas de porcelana, uma vez que o procedimento foi realizado o mais próximo possível do executado rotineiramente pelo técnico de prótese dental. Além disso, a porcelana foi aplicada ao redor de toda a área delimitada, com o intuito de simular a aplicação da porcelana sobre um coping metálico.

A Figura 14 ilustra o corpo de prova final, após a realização das cocções de todas as camadas de porcelana.



FIGURA 14 - Aspecto do Corpo de Prova após as 6 cocções da porcelana.

Preparação das amostras para análise por M.E.V. e EDS

Os corpos de prova foram presos em uma matriz confeccionada em resina acrílica de polimerização rápida com dois parafusos que permitem o ajuste para cada amostra fixada, com a porção lateral voltada para cima (Figura 15A) e submetidos ao polimento mecânico utilizando o mesmo processo já descrito para o polimento apenas do metal (pág. 56), até que toda porcelana fosse removida, expondo assim a interface Tic.p./ porcelana (Figuras 15B). Posteriormente foram limpas ultrasonicamente embebidas em acetona, durante 20 min.

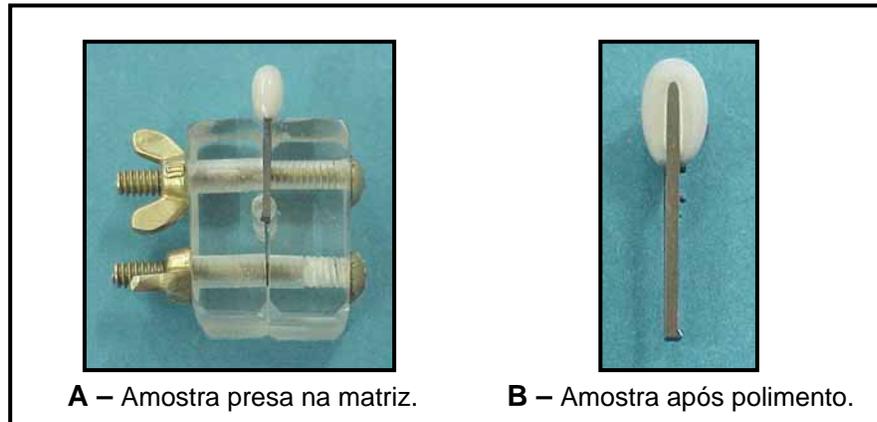


FIGURA 15 – Preparação da amostra para Análise por M.E.V.

Em decorrência da porcelana não apresentar boa condutividade elétrica, houve a necessidade de torná-la condutora e para isso foi realizada a metalização das amostras depositando uma fina camada de ouro, tornando a superfície com melhores condições para a emissão de elétrons secundários, que é o sinal mais utilizado no processo de formação da imagem da superfície dos materiais. Essa cobertura foi aplicada apenas por 20 seg., para a formação de uma camada muito delgada, possibilitando a visualização de todas as camadas de porcelana aplicadas sobre o metal.

Critério de Avaliação

As análises das interfaces foram realizadas em um Microscópio Eletrônico de Varredura Jeol-JMS, modelo T-330, acoplado com um sistema de análise espectrocópica por energia dispersiva de raios X – EDS, permitindo mapeamento dos elementos químicos e análises localizadas semi-

quantitativas e qualitativas, disponível no Instituto de Química - UNESP Araraquara-SP.

Para cada sistema de porcelanas, foram realizadas fotomicrografias com aumento de 200X, e com aumento de 1000X na interface Ti c.p./Bonder em duas regiões das amostras (porções Superior e Média). Além disso foram realizadas análise com EDS, também na interface Ti/Bonder, com aumento de 2000X, e Mapeamento Elementar de dois elementos químicos que se apresentaram em maiores concentrações.

3ª ETAPA: DILATOMETRIA

Confecção dos corpos de prova

Para este ensaio, foram confeccionados 2 corpos de prova de Ti.c.p e 2 corpos de prova para cada uma das porcelanas relacionadas no quadro 4.

A Figura 16 apresenta as dimensões dos corpos de prova para o ensaio de dilatométrica.

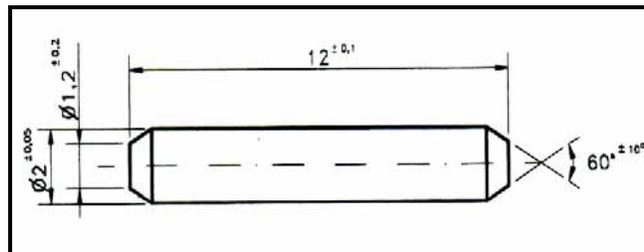


FIGURA 16 - Dimensões dos corpos de prova do titânio c.p. e da porcelana. em mm, para os ensaios de dilatométrica.

Os corpos de prova metálicos foram obtidos pela mesma técnica de fundição de titânio descrita anteriormente. Como padrão de fundição foram utilizados sprues (Wax Wire for Casting Sprues – Dentaurum – Pforzheim – Alemanha), com 3mm de diâmetro, e 14mm de comprimento (Figura17). Posteriormente à fundição, as amostras foram usinadas para ajuste nas dimensões especificadas na Figura 16. Uma pequena depressão foi realizada na porção central da amostra, conforme demonstrado na Figura 18 com o intuito de facilitar a soldagem do termopar, que é um dispositivo utilizado para medir a variação de temperatura.

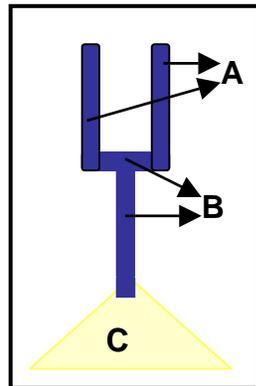


FIGURA 17 – Esquema que representa:
A - padrões de fundição + **B** - condutos de alimentação
sobre a base formadora de cadinho -**C**.

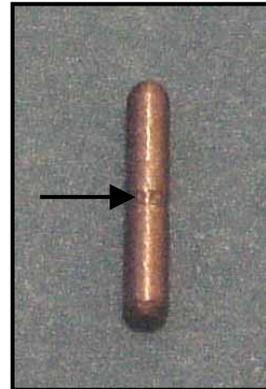


FIGURA 18 - Amostra de
Ti c.p. após usinagem.

Um termopar capilar, formado por dois fios: um de cromel – não-magnético; e o outro de alumel – magnético, de 0.08 mm de diâmetro, foram soldados um de cada lado da amostra, com o auxílio de uma Solda Laser (Desktop

– Dentaurum J.P. – Winkelstroeter KG – Pforzheim – Alemanha), na região onde foi realizada a depressão – Figura 19.

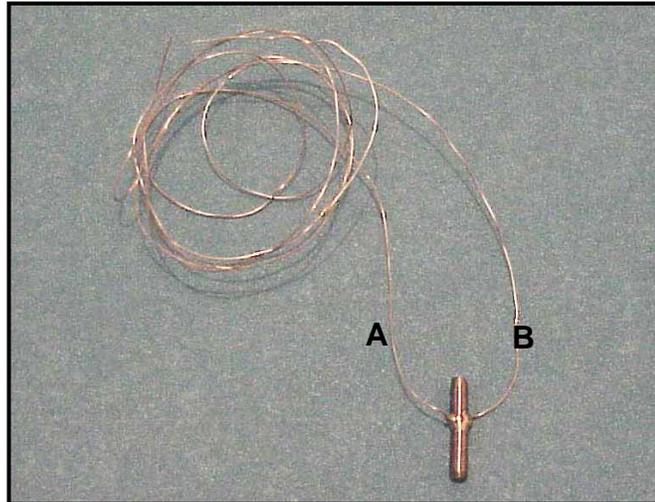


FIGURA 19 - Termopar capilar Cromel (A) e Alumel (B) soldados um da cada lado na amostra de Ti c.p.

Para obter os corpos de prova da porcelana, é importante ressaltar que os fios que constituem o termopar (Cromel-Alumel), devem ser soldados previamente, e inseridos no interior da amostra. Os passos de confecção dos corpos de prova estão descritos à seguir:

- 1) Solda dos fios Cromel-Alumel, com o auxílio de um equipamento de Solda Laser (Desktop – Dentaurum J.P. – Winkelstroeter KG – Pforzheim - Alemanha) (Figura 20).
- 2) Confecção de uma matriz de silicona (Zeta Plus – Zhermack – Itália) que consiste em duas partes com a impressão de um cilindro de 2,5mm de espessura no centro para compensar a contração de queima da porcelana (Figura 21).

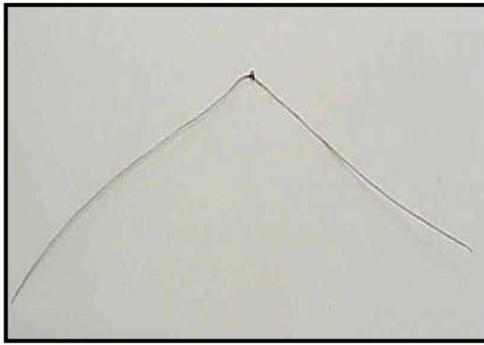


FIGURA 20 - Solda do Termopar
Capilar: Cromel-Alumel

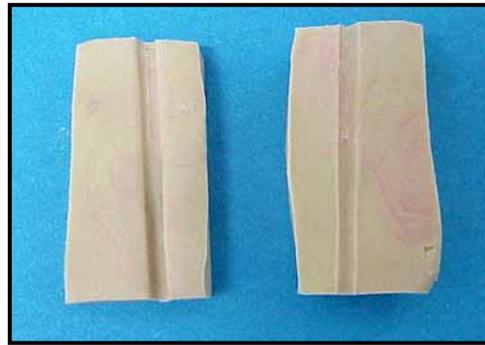


FIGURA 21 - Matriz de Silicona.

- 3) Aplicação da porcelana em 1 das partes da matriz de silicona que foi demarcada com um comprimento de 14mm (Figura 22).
- 4) Posicionamento do termopar na porção central da porcelana aplicada (Figura 23).
- 5) Aplicação da porcelana sobre o termopar, e a porcelana adjacente (Figura 24).
- 6) Encaixe da porção superior da matriz e prensagem da porcelana (Figura 25).
- 7) Remoção da porcelana da matriz (Figura 26).
- 8) Amostra após a queima da porcelana (Figura 27).



FIGURA 22 - Aplicação da porcelana em uma das partes da matriz.

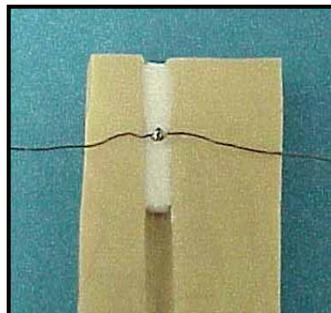


FIGURA 23 – Centralização do Termopar.

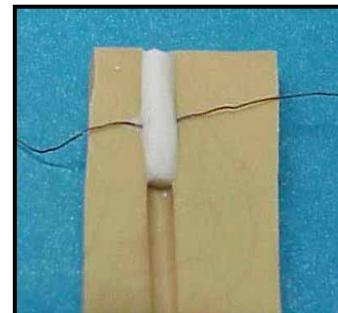


FIGURA 24 - Aplicação da porcelana sobre o termopar.

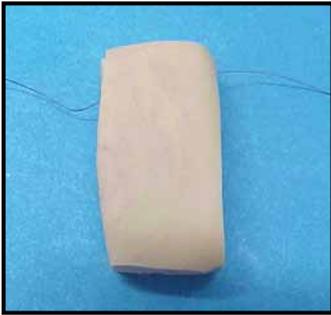


FIGURA 25 - Encaixe das das 2 porções da matriz.

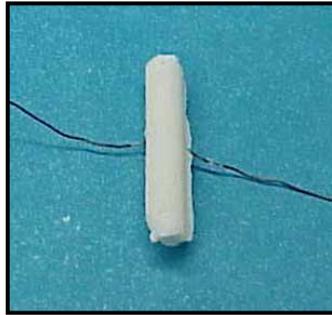


FIGURA 26 - Amostra após a remoção da matriz.

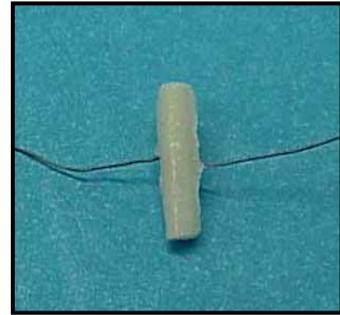


FIGURA 27 - Amostra após a queima da porcelana.

Em seguida é realizado o acabamento da porcelana com fresas diamantadas próprias, ajustando ao tamanho determinado na Figura 16, tomando-se o cuidado de biselar as extremidades dos corpos de prova (Figura 28).

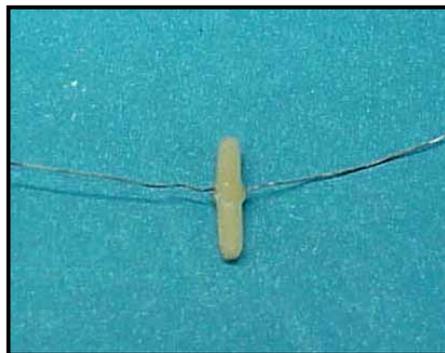


FIGURA 28 - Amostra de porcelana após ajuste biselamento das extremidades.

As queimas realizadas para a porcelana Vitatitankeramik, Triceram, Noritake Ti22, foram as mesmas já descritas nos Quadros 7, 8 e 9 respectivamente.

Equipamento utilizado para realização dos Ensaios Dilatométricos

O equipamento utilizado nos Ensaios Dilatométricos dos corpos de prova metálicos e cerâmicos, foi um dilatômetro de resfriamento rápido Adamel Lhomargy, modelo DT 1000 (Figura 29), acoplado a um computador, com um programa que determina os valores de $dL/Lo \times T$ automaticamente (Figura 30), do Departamento de Materiais da Universidade de São Paulo – EESC - USP.

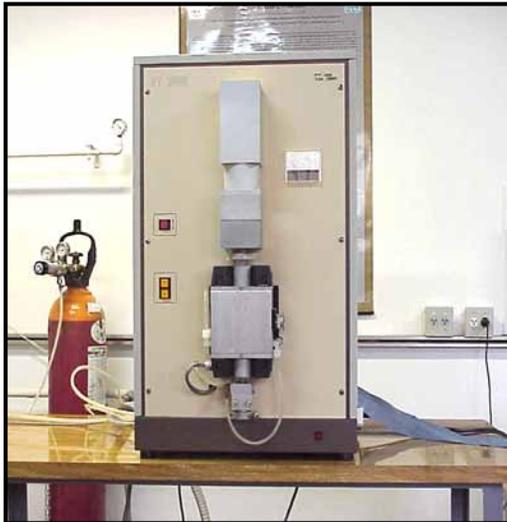


FIGURA 29 - Dilatômetro

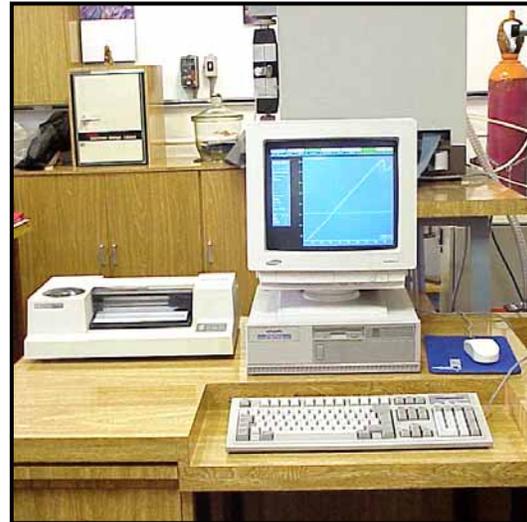


FIGURA 30 - Computador acoplado ao Dilatômetro.

A Figura 31 mostra um esquema do corte geral do equipamento, destacando suas partes principais. O forno de radiação direta, é composto por duas lâmpadas tubulares (6) de filamento de tungstênio, montadas sobre dois refletores elípticos e focados sobre o corpo de prova (11), o qual capta as radiações eficientemente em função de sua massa reduzida e baixa inércia térmica, aquecendo-se rapidamente.

A variação de temperatura foi monitorada pelo termopar capilar de Cromel-Alumel, soldado ao corpo de prova. As mudanças de dimensões do corpo de prova, ocorridas durante o ensaio, foram detectadas por um transdutor diferencial de variável linear (LVTD) (13), através de uma haste de sílica (15). Um sistema de medição de transmissão de corrente permite que o deslocamento aplicado ao núcleo do sensor seja transformado em sinal elétrico contínuo proporcional ao deslocamento, possibilitando a obtenção das curvas de expansão térmica do material estudado.

LEGENDA:

- 01 – Micromotor
- 02 – Molas de Lâminas
- 03 – Fixadores dos Termopares
- 04 – Anel de Aperto
- 05 – Haste de Sílica (Push – rod)
- 06 – Lâmpadas de Aquecimento
- 07 – Termopar
- 08 – Tubo de Resfriamento
- 09 – Tubo Laboratório de Ensaio
- 10 – Suporte do Corpo de Prova
- 11 – Corpo de Prova
- 12 – Parafuso de Fixação da Haste
- 13 – Sensor de Deslocamento LVDT
- 14 – Núcleo do Sensor LVDT
- 15 – Microwitches

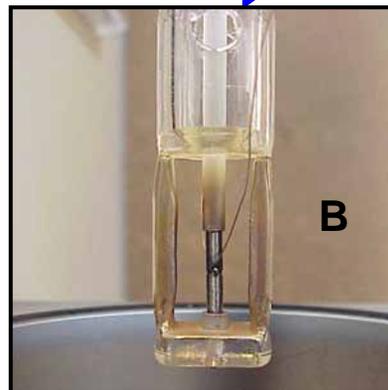
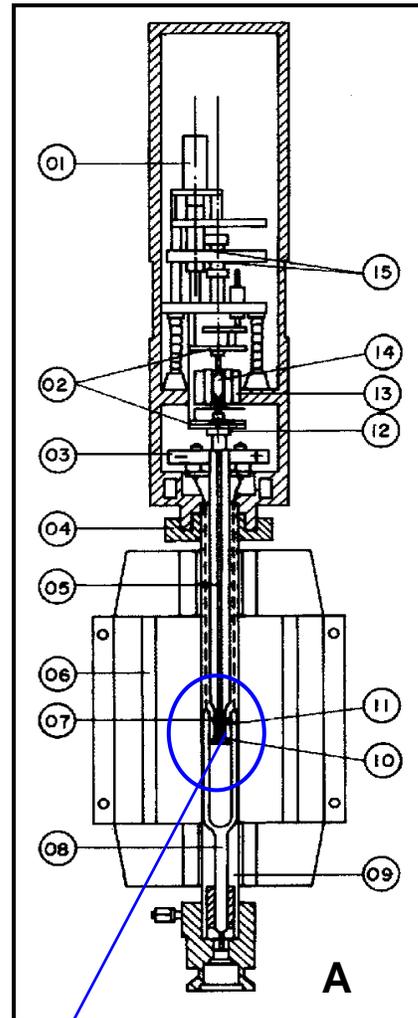


FIGURA 31 – A - Esquema do Dilatômetro de Resfriamento Rápido, B- Corpo de prova posicionado no Dilatômetro.

Levantamento das curvas de expansão térmica

Para o levantamento das curvas de expansão térmica, os corpos de prova metálicos foram aquecidos até 1000⁰C, a uma taxa de 0,5⁰C/s. Para a porcelana, os corpos de prova foram aquecidos até a temperatura de amolecimento característica de cada porcelana a uma taxa de 0,5⁰C/s. O ensaio realizado para a porcelana foi interrompido após a temperatura de amolecimento da porcelana. Os valores de $dL/L_0 \times T$ tanto das amostras de Ti c.p. quanto as de porcelana foram transformados em gráficos automaticamente.

RESULTADO E DISCUSSÃO

5. Resultado e Discussão

O titânio tornou-se o metal preferido na confecção de implantes aloplásticos devido à sua excelente biocompatibilidade e resistência à corrosão na cavidade bucal.^{9,20,37} Recentemente está sendo aplicado na área de prótese dental, em restaurações metalocerâmicas e metaloplásticas unitárias e extensas, próteses parciais removíveis e próteses sobre implantes.^{13,14}

Embora seja conhecido como o “metal maravilhoso”,²⁰ sabe-se tecnicamente que a fundição do titânio é muito mais sensível do que a das ligas convencionais,³⁹ onde alguns autores^{15,39} ressaltam como a grande desvantagem do titânio, sua dificuldade de fundição pelos métodos tradicionais. Craig et al.,⁹ Lautenchlager & Monaghan,²⁰ Ida et al.¹⁴ e Taira et al.,³¹ atribuíram esta dificuldade a 3 fatores:

1) Ao alto ponto de fusão do titânio (em torno de 1668⁰C), onde o grande problema encontrado inicialmente é que o maçarico era o instrumento mais utilizado para fundir os metais. Este instrumento não atinge temperaturas superiores à 1400⁰C, não sendo capaz portanto, de fundir o titânio.

2) Ao baixo peso específico do titânio (densidade 4,5g/cm³), que dificulta a injeção do metal no molde de revestimento pelos métodos tradicionais de fundição, impedindo que ele copie com fidelidade as estruturas, produzindo fundições incompletas.¹⁴

3) À sua alta reatividade química em temperaturas elevadas, que constitui um grande inconveniente, não só para a fundição, como também para a

união com a porcelana.^{1,9,14,17,18,19,20,34,38,39} O titânio, em altas temperaturas é um metal muito reativo, podendo interagir no momento da fundição com o oxigênio, nitrogênio e hidrogênio presentes na câmara de fundição,^{9,20} com os componentes do revestimento,^{15,39,23} ou até mesmo com o cadinho, formando uma camada endurecida na superfície do metal, denominada “**Alfa-case**”.^{6,9,15,31,39} Esta camada promove alterações nas propriedades físicas e mecânicas do metal,^{9,39} além do que interferem negativamente na união do titânio com a porcelana,¹⁷ devendo ser removida previamente à aplicação da cerâmica.^{10,17,25,37}

Taira et al.,³¹ comprovaram essas mudanças, ao medirem a dureza em diferentes regiões de amostras de Ti c.p. e de algumas ligas de titânio seccionadas transversalmente após a fundição, observando que a presença da “**Alfa-case**”, causou uma maior dureza na superfície. Isto demonstra a necessidade da fundição do titânio ser realizada em atmosfera controlada, com gás inerte (argônio), pois Craig et al.,⁹ observou que a camada de óxidos pode chegar à uma espessura de 100µm se a atmosfera não for controlada.

Portanto, para eliminar os inconvenientes e possíveis interações que impediam a fundição deste metal, máquinas especiais para fundição de titânio foram desenvolvidas; sendo a primeira descrita por Waterstrat, em 1977, com um sistema de arco voltaico e pressão/vácuo.^{20,24} Estas máquinas realizam a fundição do metal, pelo processo Plasma-Skull (pág. 61). Todo o processo deve ser realizado em atmosfera totalmente inerte, e o gás utilizado é o argônio super puro, que não reage com nenhum elemento químico do metal ou do revestimento, permitindo a fundição de metais e suas ligas livres de oxidação.¹³

No que diz respeito à formação de “**Alfa-case**” pela interação do titânio com revestimento, trabalhos^{15,23,39} têm demonstrado que quando este metal é fundido em moldes de revestimentos utilizados para fundição de metais básicos (revestimentos convencionais), há uma maior interação do revestimento com o metal. Isto ocorre devido à presença de sílica (na forma de quartzo cristalino ou cristobalita), que é responsável pelo controle da expansão dos revestimentos, não ser estável quando em contato com o titânio, apresentando uma grande reação com o mesmo. Com a finalidade de minimizar essas reações, algumas alternativas para substituir a sílica foram propostas, com a incorporação de substâncias relativamente estáveis como: silicatos de alumínio, zircônia, silicato de zircônio, magnésio, silicato de ferro, óxido de ítrio e óxido de alumínio. Informações sobre a microestrutura e a distribuição de fase desses novos revestimentos para titânio são pouco conhecidas, entretanto alguns estudos^{15,23,31,39} demonstram que revestimento que contém óxido de ítrio, óxido de zircônio e óxido de magnésio, propiciam uma menor interação do metal com o revestimento, provavelmente por essas substâncias serem mais estáveis (menos reativas quimicamente), servindo como uma barreira de proteção entre as reações do Ti fundido e o material de revestimento, diminuindo assim a espessura dessa camada de óxidos indesejada.

No presente estudo, as fundições dos corpos de prova foram realizadas empregando-se a máquina Discovery Plasma – EDG Equipamentos – Brasil, e o revestimento Ultra – Dentaurum J.P. - Alemanha. Os resultados da análise química e metalográfica para caracterização do metal estão relacionados a seguir.

5.1 ANÁLISE QUÍMICA E METALOGRÁFICA PARA CARACTERIZAÇÃO DO Ti c.p.

Análise Química

A Tabela 1 apresenta os resultados da composição química do Ti c.p. antes e após a fundição odontológica.

Tabela 1 - Composição química do Ti c.p. antes e após a fundição (% em peso).

Elementos	Antes da fundição	Após a fundição*	ASTM F67-95
C	0,013	0,0112	0,10
O	0,13	0,1357	0,18
N	0,005	0,0041	0,03
H	0,003	0,0060	0,015
Fe	0,08	—	0,20
Ti	balanço	balanço	balanço

*O metal foi injetado no molde de revestimento à temperatura de 430⁰C, conforme recomendado pelo fabricante – Quadro 4.

A análise química do titânio antes da fundição foi realizada, para se estudar a composição química do Ti c.p. empregado, e verificar se após a fundição, utilizando-se a máquina nacional Discovery Plasma - EDG Equipamentos, e o revestimento Ultra –Dentaurum J.P. – Alemanha, o metal fundido continua

apresentando composição química prevista pela Norma ASTM F67-95⁴ (Tabela 1), que determina as concentrações máximas dos elementos presentes no Ti c.p. para que possa ser utilizado como Biomateriais.

Constata-se pela Tabela 1 que antes e após à fundição, as concentrações dos elementos analisados estão dentro dos limites especificados. Após à fundição, não ocorreram alterações significativas nas concentrações dos diferentes elementos, observando apenas uma diminuição de C e N, e um pequeno aumento de O e H, porém com concentrações inferiores às descritas pela Norma.

Análise Metalográfica

As imagens obtidas por Microscopia Óptica das microestruturas para a amostra de Ti c.p. antes e após a fundição odontológica, atacadas com o reagente de Kroll, estão representadas nas figuras 32 e 33.

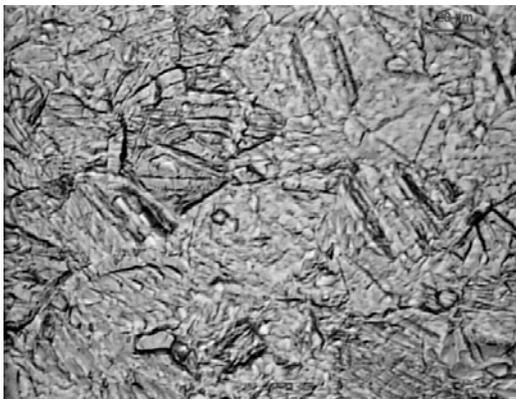


FIGURA 32 – Ti c.p. antes da fundição, com ataque de Kroll (M.O.) 500X.

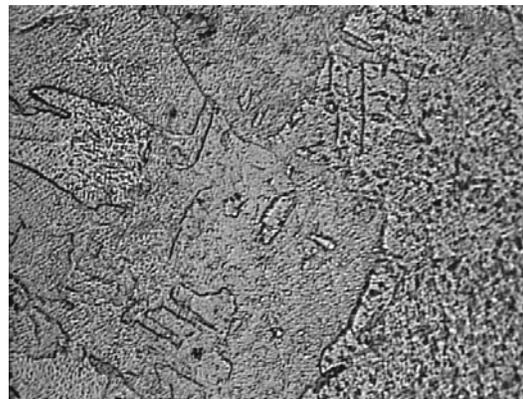


FIGURA 33 – Ti c.p. após à fundição, com ataque de Kroll (M.O.) 500X.

Observa-se nas Figuras 32 e 33 que o Ti c.p. antes e após a fundição, apresenta uma microestrutura granular bruta de fusão, com grãos de fase alfa equiaxiais,⁸ ou seja, sem orientação preferencial. Após a fundição (Figura 33) a microestrutura permaneceu praticamente a mesma.

O titânio, além de ser reativo em temperaturas elevadas, também é reativo em temperatura ambiente. Quando em contato com o ar, há a formação espontânea de uma camada de óxidos em sua superfície, chamada de camada passivadora.^{9,16,28} Kasemo,¹⁶ observou a formação de vários óxidos como o TiO, TiO₂, TiO₃, sobre o titânio; porém o TiO₂ é o mais estável e o mais comumente encontrado, podendo formar uma camada de cerca de 10 ângstrons de espessura, em 1 milésimo de segundo. Esta camada rica em óxidos é a principal responsável pela biocompatibilidade e a alta resistência à corrosão do titânio,^{9,20,28,37} sendo este último, um fator favorável para o aumento da longevidade estética da restauração metalocerâmica. As ligas de metais básicos, apresentam uma menor resistência à corrosão comparadas ao titânio. Com o passar do tempo, após uma prótese metalocerâmica ser instalada na cavidade bucal, os produtos da corrosão que se formam na superfície desse tipo metal pode provocar, mesmo que discreto, o manchamento da porcelana que está aplicada sobre ele. Porém, com relação ao titânio, a formação desses produtos de corrosão são praticamente inexistentes, diminuindo os risco comprometimento estético da restauração.*

* BOTTINO, M.A. (Faculdade de Odontologia, UNESP – Campus de São José dos Campos). *Comunicação Pessoal*, 2001.

5.2. ANÁLISE DAS INTERFACES EMPREGANDO-SE MEV E EDS

O sucesso de uma restauração metalocerâmica depende da obtenção de uma forte união entre a porcelana e a sub-estrutura de metal.³ Restaurações aceitáveis requerem metais e porcelanas química, térmica, mecânica e esteticamente compatíveis.⁴¹

Wang et al.,³⁸ relataram que existe uma correlação entre a resistência de união e a integridade da interface de um conjunto metal/porcelana, observando que valores mais altos de resistência de união, proporcionam uma melhor integridade nesta interface. Portanto o conhecimento da microestrutura e composição das zonas de reação (interface metal/porcelana) é importante para otimizar a união de um sistema metalocerâmico.¹⁹

No presente trabalho, as interfaces entre o Ti c.p. e as porcelanas Vitatitankeramik, Triceram e Noritake TI22 foram estudadas por M.E.V, EDS e Mapeamento Elementar, e os resultados estão descritos a seguir:

Porcelana Vitatitankeramik:

A Figura 34 ilustra a fotomicrografia das diferentes camadas da porcelana Vitatitankeramik aplicada sobre o Ti c.p. com aumento de 200X.

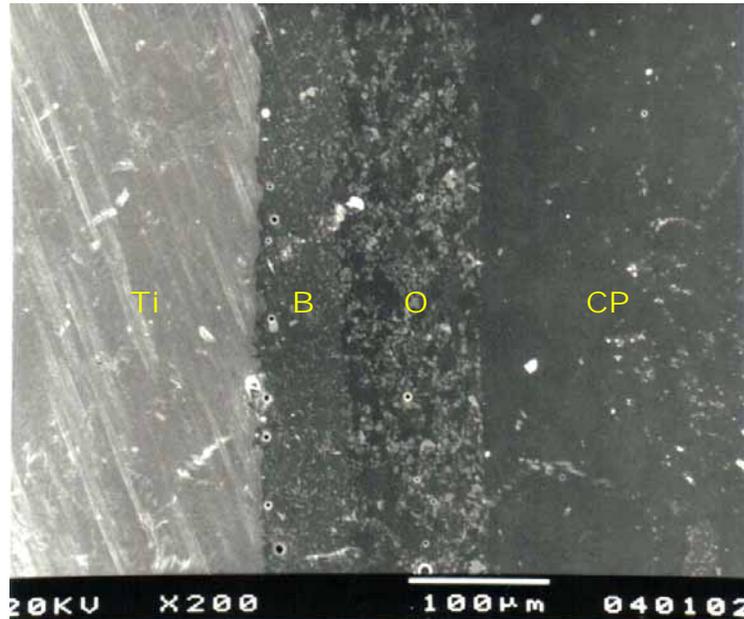


FIGURA 34 - M.E.V. das diferentes camadas da porcelana Vitatitankeramik aplicada sobre o Ti c.p.: **B** – Bonder, **O** – Opaco, **CP** – Corpo da porcelana (200X).

As camadas de Dentina Opaca, Dentina, Esmalte e Glaze, foram denominadas como uma única camada: – Corpo da Porcelana (CP), visto que nenhuma distinção entre essas diferentes camadas foi visualizada (Figuras 34, 40 e 46).

A problemática existente na aplicação de porcelana sobre Ti c.p. pode ser resumida no estudo da interação Ti/Bonder; uma vez que ocorrem interações químicas adequadas entre as outras camadas: Bonder/ Opaco, Opaco/Corpo da Porcelana.

As Figuras 35 e 36 ilustram as fotomicrografias da interface Ti c.p./ Bonder, nas regiões Superior e Média respectivamente, da porcelana Vitatitankeramik.

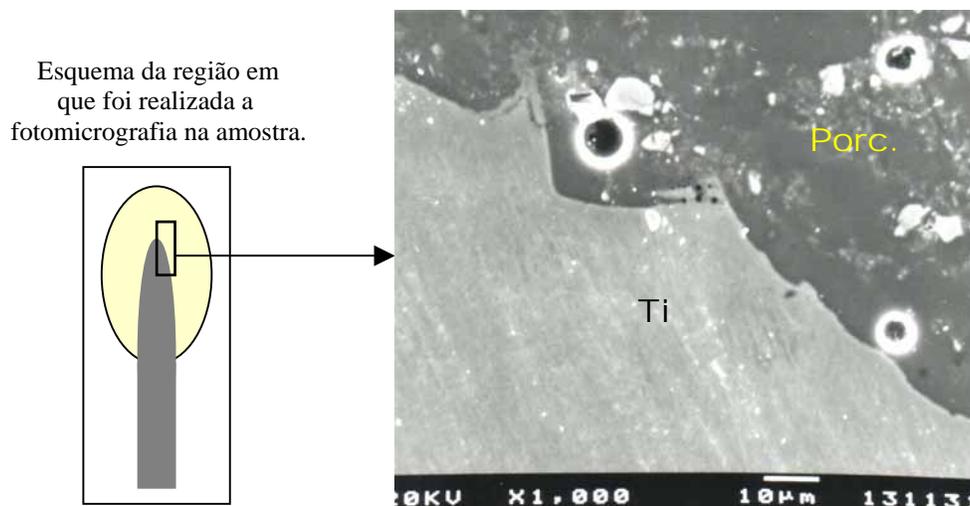


FIGURA 35 – M.E.V. da interface Ti c.p./ Bonder da porcelana Vitatitankeramik na região Superior da amostra (1000X).

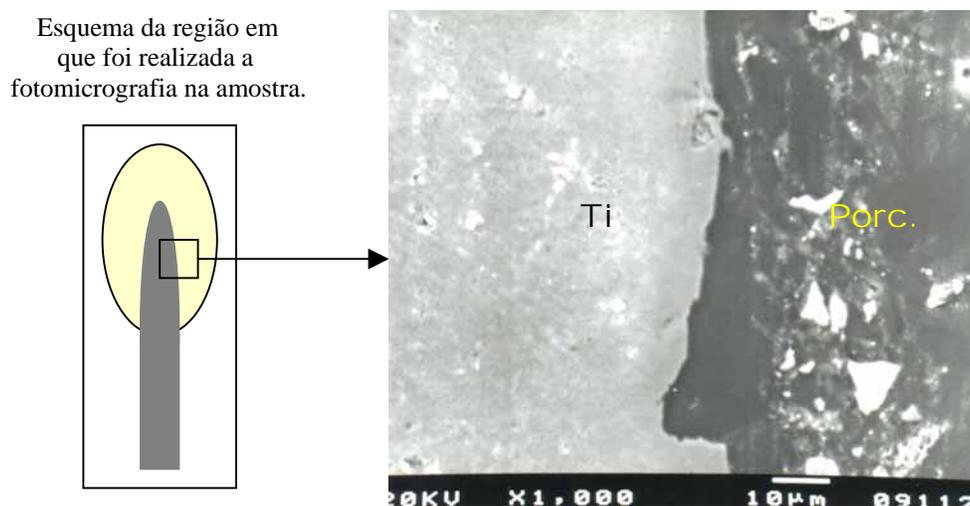


FIGURA 36 – M.E.V da interface Ti c.p./ Bonder da porcelana Vitatitankeramik na região Média da amostra (1000X).

Para complementar o estudo da interface Ti/Bonder, foi realizado o EDS (Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X) e Mapeamento Elementar desta região, visto que esta técnica possibilita a obtenção da Análise Química qualitativa e semi-quantitativa dos elementos, e o mapeamento Elementar permite constatar como esses elementos estão distribuídos nesta interface.

A Figura 37 representa o gráfico dos elementos encontrados pela análise do EDS da interface Ti/Bonder.

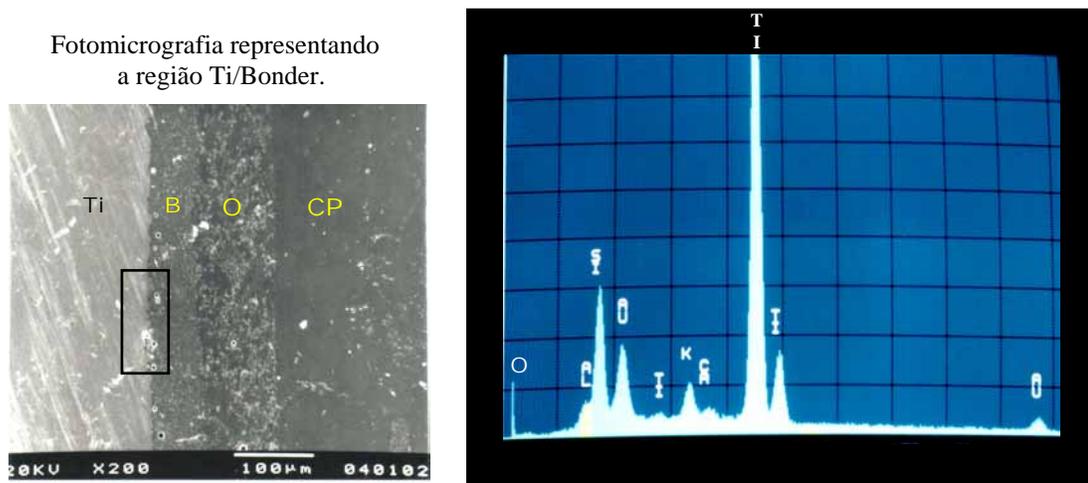


FIGURA 37 - EDS da interface Ti/Bonder.

As Figuras 38 e 39 representam o Mapeamento Elementar dos elementos Ti c.p. e Silício na região Ti/Bonder.

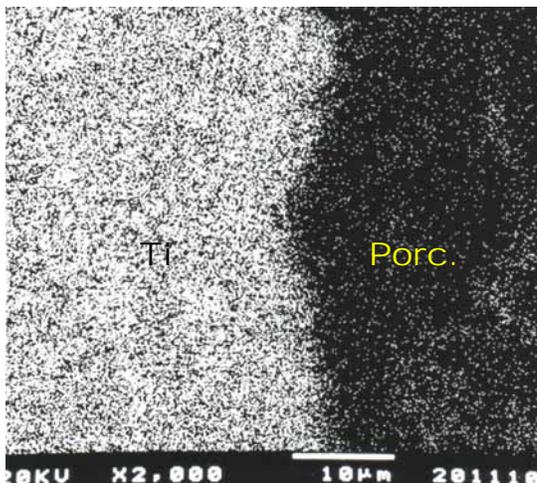


FIGURA 38 - Mapa Elementar para o Ti c.p. na região Ti/Bonder (2000X).

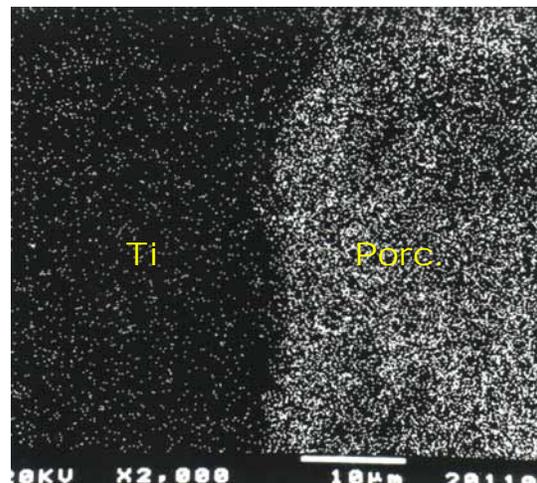


FIGURA 39 - Mapa Elementar para o Silício na região Ti/Bonder (2000X).

É importante ressaltar que apenas foram mostrados os elementos que estão presentes em maior concentração nesta interface. O Mapa Elementar dos outros elementos de todos os sistemas de porcelanas estão no Apêndice A.

Porcelana Triceram:

A Figura 40 ilustra a fotomicrografia das diferentes camadas da porcelana Triceram aplicada sobre o Ti c.p. com aumento de 200X.

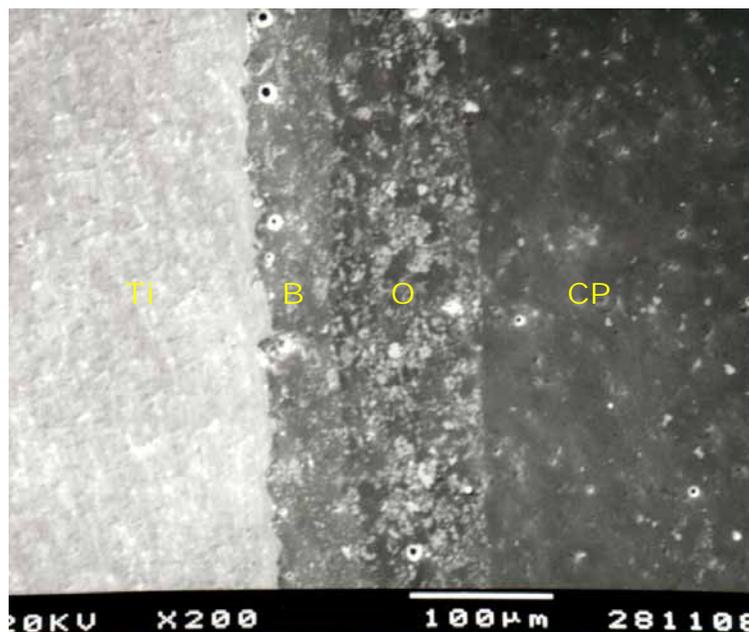


FIGURA 40 – M.E.V. das diferentes camadas da porcelana Triceram aplicada sobre o Ti c.p.:

B – Bonder, **O** – Opaco, **CP** – Corpo da porcelana (200X).

As Figuras 41 e 42 ilustram as fotomicrografias da interface Ti c.p./ Bonder, nas regiões Superior e Média respectivamente, da porcelana Triceram.

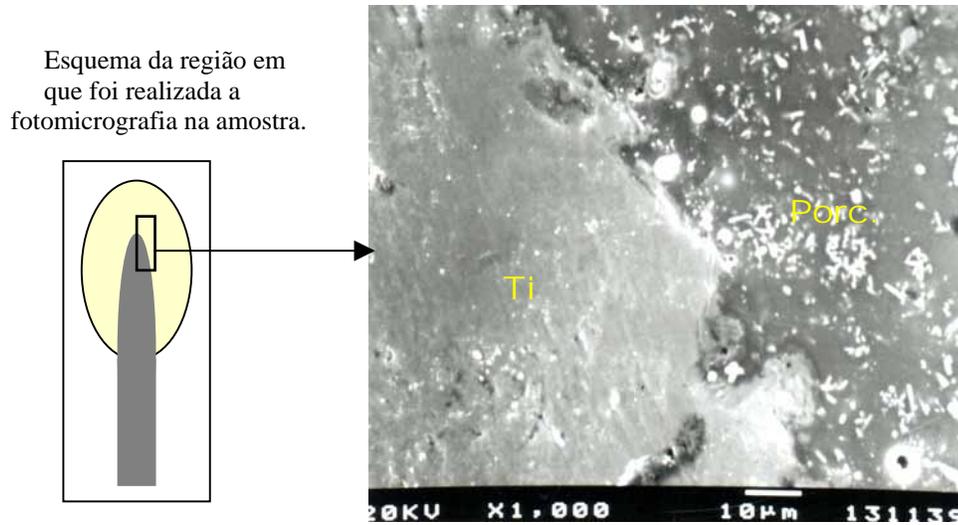


FIGURA 41 – M.E.V da interface Ti c.p./ Bonder da porcelana Triceram, na região Superior da amostra (1000X).

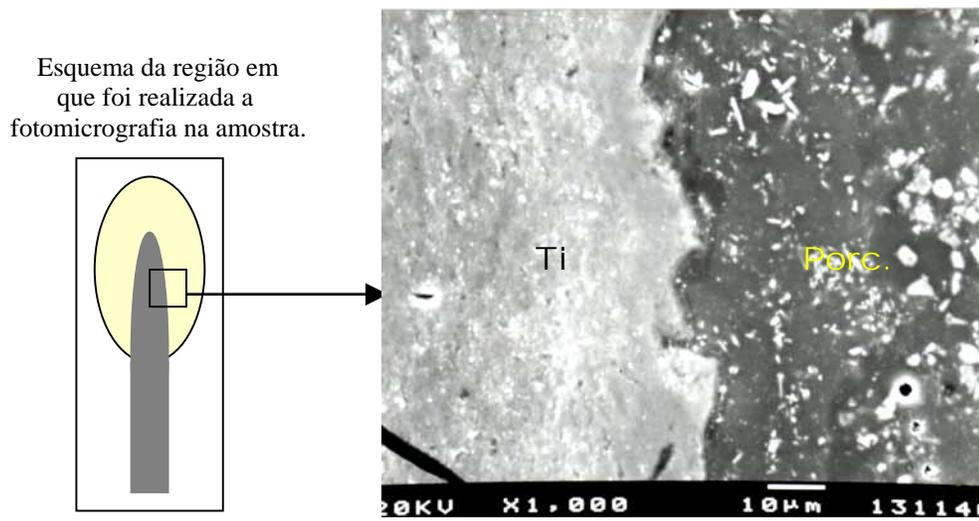


FIGURA 42 – M.E.V. da interface Ti c.p./ Bonder da porcelana Triceram, na região Média da amostra (1000X).

A Figura 43 representa o gráfico dos elementos encontrados pela análise do EDS da interface Ti/Bonder.

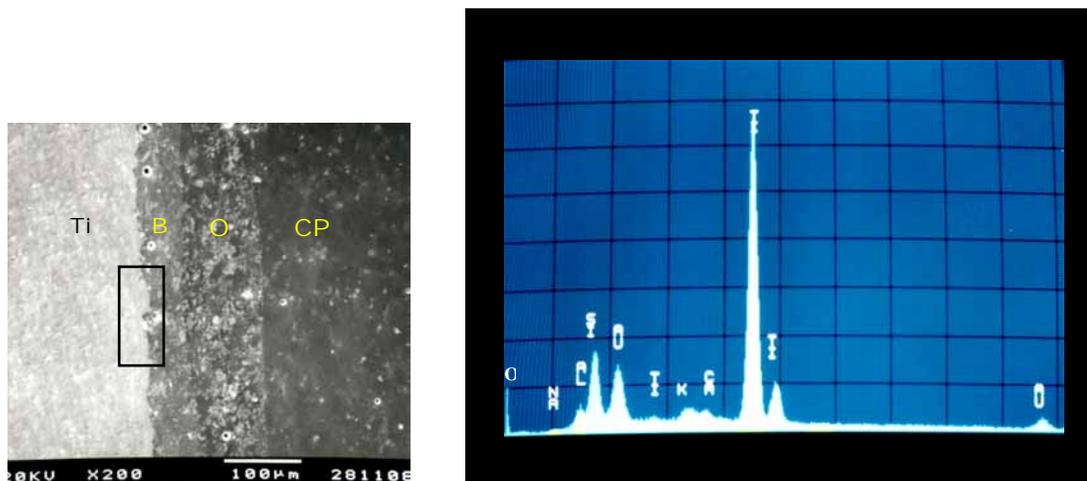


FIGURA 43 - EDS da interface Ti/Bonder.

As Figuras 44 e 45 representam o Mapeamento Elementar dos elementos Ti c.p. e Silício na região Ti/Bonder.

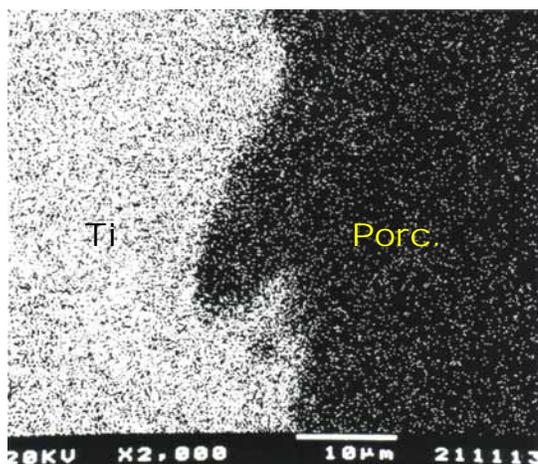


FIGURA 44 - Mapa Elementar para o Ti c.p. na região Ti/Bonder (2000X).

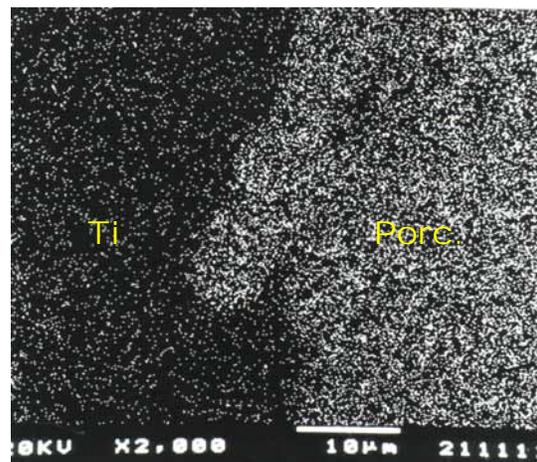


FIGURA 45 - Mapa Elementar para o Silício na região Ti/Bonder (2000X).

Porcelana Noritake TI22:

A Figura 46 ilustra a fotomicrografia das diferentes camadas da porcelana Noritake TI22 aplicada sobre o Ti c.p. com aumento de 200X.

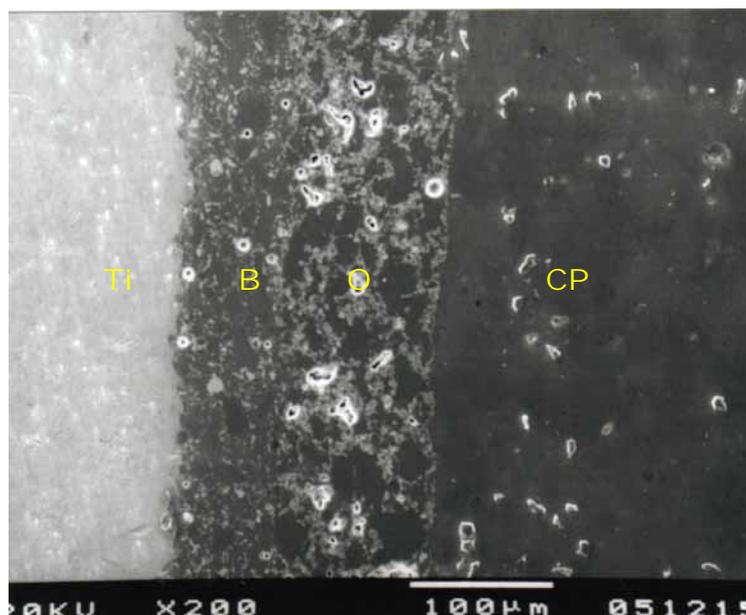


FIGURA 46 – M.E.V. das diferentes camadas da porcelana Noritake TI22 aplicada sobre o Tic.p.: **B** – Bonder, **O** – Opaco, **CP** – Corpo da porcelana (200X).

As Figuras 47 e 48 ilustram as fotomicrografias da interface Ti c.p./ Bonder, nas regiões Superior e Inferior respectivamente, da porcelana Noritake TI22.

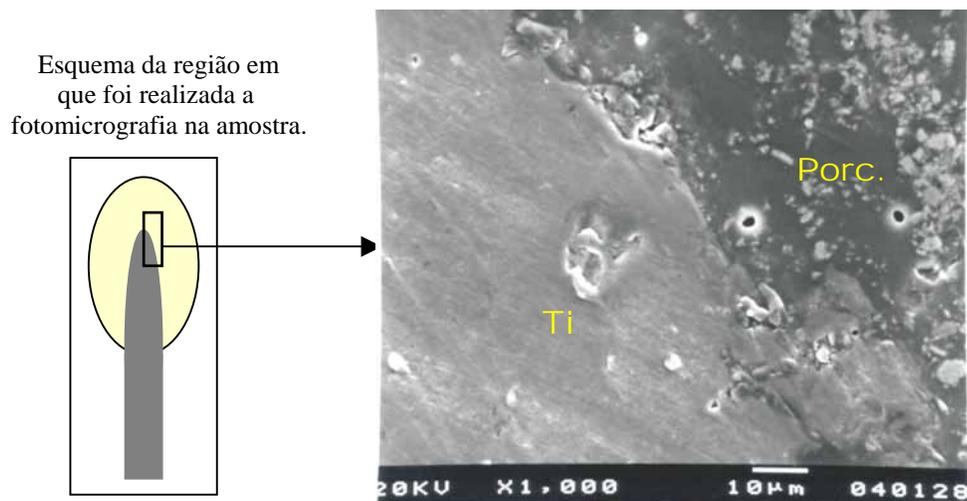


FIGURA 47 – M.E.V. da interface Ti c.p./ Bonder da porcelana Noritake TI22, na região Superior da amostra (1000X).

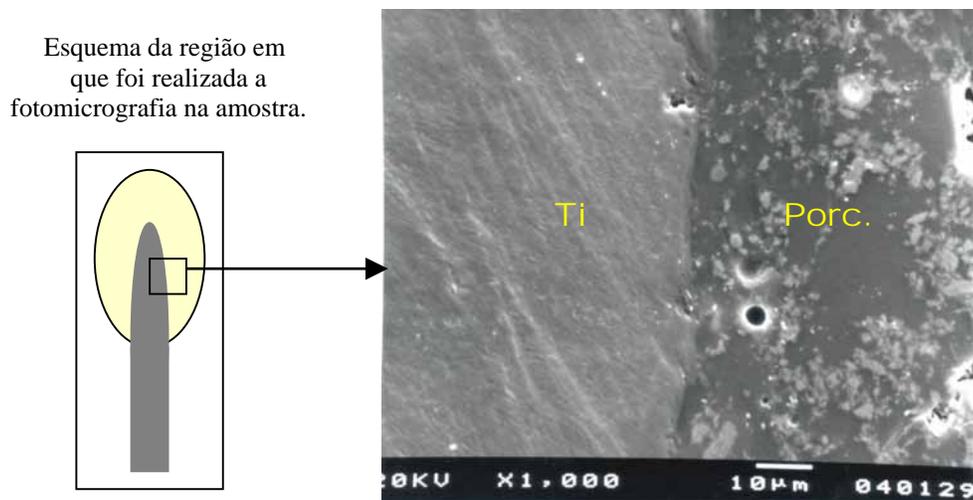


FIGURA 48 - Fotomicrografia da interface Ti c.p./ Bonder da porcelana Noritake TI22, na região Média da amostra (1000X).

A Figura 49 representa o gráfico dos elementos encontrados pela análise do EDS da interface Ti/Bonder.

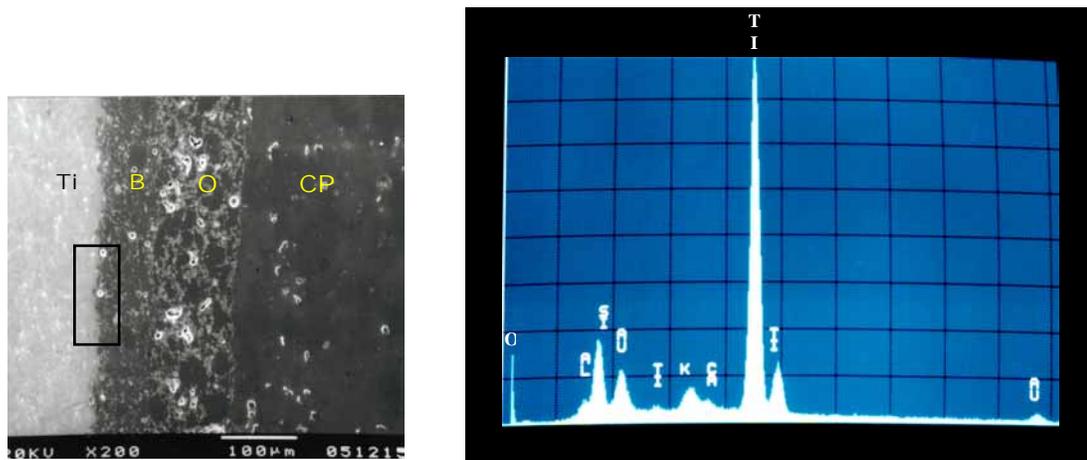


FIGURA 49 - EDS da interface Ti/Bonder.

As Figuras 50 e 51 representam o Mapeamento Elemental dos elementos Ti c.p. e Silício na região Ti/Bonder.

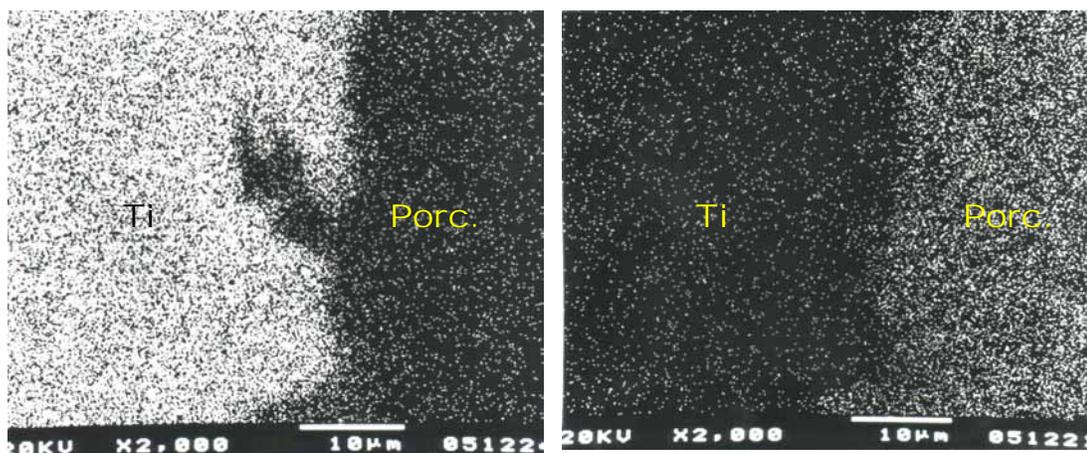


FIGURA 50 - Mapa Elemental para o Ti c.p. na região Ti/Bonder (2000X).

FIGURA 51 - Mapa Elemental para o Silício na região Ti/Bonder (2000X).

O procedimento de oxidação previamente à aplicação da porcelana, já é fato consagrado para auxiliar na adesão entre as porcelanas e ligas de metais básicos.¹⁸ Especificamente para o Ti c.p., alguns autores,^{1,18,28,32} estudaram o comportamento de oxidação, realizando tratamentos térmicos com diversas temperaturas, sem a aplicação da porcelana sobre o metal. Observaram que o titânio apresenta uma grande capacidade de oxidação, devido a sua alta reatividade em temperaturas elevadas, verificando que o aumento da espessura da camada de óxidos é diretamente proporcional à elevação da temperatura. Até 800°C, ocorre apenas um aumento gradual de TiO₂, porém acima de 900°C, a formação de óxido de titânio é muito maior, acarretando numa oxidação excessiva que pode interferir na união com a porcelana.^{17,20}

Guastaldi** explica que esses óxidos de titânio que se formam, principalmente o TiO₂, apresentam uma grande estabilidade química (pouca reatividade), impedindo assim que reações químicas ocorram entre o Ti c.p. e os componentes do Bonder (agente de união), empobrecendo a união Ti c.p./porcelanas. Além disso, esta camada de óxidos neo-formada foi descrita como sendo porosa, não aderente e inadequada para a união com a porcelana.^{17,19} Esses dados foram confirmados por alguns estudos,^{18,19,22,34,41} que após a realização de ensaios mecânicos para avaliar a resistência de união titânio/cerâmica, observaram que as falhas ou fraturas geralmente ocorrem na própria camada de óxidos, ou na interface óxido – metal.

** GUASTALDI, A.C. (Instituto de Química, UNESP. Câmpus de Araraquara). *Comunicação Pessoal*, 2001.

Em vista disso, a literatura^{1,18} é unânime em relatar que o processo de degaseificação (oxidação do metal em temperaturas elevadas antes da aplicação da porcelana) é inadequado para o titânio.

Observando as Figuras 35, 36, 41,42, 47 e 48, verifica-se que todas as interfaces apresentam-se íntegras, com um bom contato entre a porcelana e o Ti c.p., sem a presença de falhas ou fendas, sugerindo uma adequada união entre os materiais. Pela análise empregada e as temperaturas utilizadas para a queima da porcelana, não foi possível visualizar a formação de uma camada de óxidos nesta interface, nem mesmo para a porcelana Noritake TI22 (Figuras 47 e 48), onde o fabricante²⁵ recomenda uma oxidação térmica previamente à aplicação da porcelana; apresentando integridade na interface semelhante à das outras porcelanas (Figuras 35, 36, 41 e 42). Entretanto Pang et al.,²⁷ analisando a interface entre o Ti c.p. fundido e a porcelana Duceratin, observou a formação de uma camada de óxidos não muito bem definida. Correlacionando esses resultados, aos obtidos por Oyafuso²⁶ ao avaliar a resistência de união ao cisalhamento entre o Ti c.p. e as porcelanas Triceram e Noritake TI22, o autor também não encontrou nenhuma diferença estatisticamente significativa entre ambas.

Segundo Anusavice³, o comportamento da oxidação de uma liga, determina amplamente seu potencial de adesão com as porcelanas. As ligas metálicas que formam óxidos aderentes durante a degaseificação (oxidação), apresentam uma boa adesão com a porcelana, sendo o contrário também verdadeiro. Assim, ligas metálicas que apresentam pobre união da camada de óxidos, que é o caso do Ti c.p.,^{17,19} necessitam de meios adicionais de retenção,

precisando nesses casos da união mecânica ou mesmo da utilização de agentes de união.

Julga-se portanto que alguns fatores favoreceram a ocorrência de uma boa integridade encontrada nas interfaces estudadas, como descritas a seguir:

1) Adequada preparação da superfície previamente à aplicação da porcelana. Encontra-se na literatura^{9,39} que Alfa-case é uma camada extremamente dura e friável, podendo diminuir a resistência de união do conjunto metalocerâmico se a porcelana for aplicada sobre ela.¹⁷ No presente estudo, esta camada (Alfa-case) foi removida seguindo as recomendações dos fabricantes^{10,25,37} (Figura 10A), deixando a superfície livre dos produtos de reação com o revestimento, para que pudesse reagir com o Bonder (agente de união das porcelanas).

De acordo com Könönen e Kivilahti,¹⁹ o processamento da superfície do titânio influencia amplamente na integridade mecânica das interfaces Ti/porcelana, observando uma melhor integridade nas amostras que foram submetidas ao jateamento com óxido de alumínio do que nas amostras que foram eletropolidas, as quais apresentaram fendas nesta interface. Analisando as Figuras de 35, 36, 41,42, 47 e 48, observam-se que as interfaces apresentam-se irregulares. Essas irregularidades são provenientes do jateamento com óxido de alumínio, fator pelo qual favoreceu a união mecânica pelo embricamento entre o Ti c.p. e as porcelanas.

Gilbert, et al.,¹² citaram a importância da utilização do agente de união (Bonder) sobre o Ti c.p., como procedimento anterior à aplicação da camada

de opaco, controlando a formação da camada de óxidos. Assim, supõe-se que um outro meio auxiliar para a boa união na interface entre o Ti c.p./porcelanas observada neste trabalho, foi a aplicação de um agente de união (Bonder) para todos os grupos de porcelanas (Vitatitankeramik, Triceram, Noritake TI 22). O mesmo foi observado por Atsü e Berksun⁵ encontrando maiores resistências de união e melhores características na interface nas amostras em que foi aplicado um agente de união (Grupo Ti c.p./Noritake TI22), do que nas amostras sem agente de união (Grupo Ti c.p./ Vitatitankeramik), pois as fotomicrografias deste último grupo demonstraram grandes fendas (áreas desunidas) na interface metal/porcelana quando analisadas por M.E.V. corroborando com o estudo de Wang et al.,³⁹ cuja aderência da porcelana ao metal foi significativamente maior no grupo que foi aplicado o agente de união, do que no grupo sem agente de união.

2) O segundo fator a se discutir consiste na temperatura em que as porcelanas foram queimadas para a confecção dos corpos de prova. O Ti c.p. na temperatura ambiente apresenta uma estrutura hexagonal compacta, chamada de fase alfa. Nas temperaturas entre 882-883°C, ele sofre uma transformação de fase cristalina, passando para cúbica de corpo centrado, denominada de fase beta. Esta mudança de fase influencia diretamente, alterando as propriedades do titânio,^{6,9,17,20,28} pois fases cristalinas diferentes, apresentam coeficientes de expansão térmica diferentes, implicando em trincas ou fraturas da porcelana durante o resfriamento do conjunto. Portanto é extremamente necessário que porcelanas empregadas sobre titânio apresentem temperaturas de cocção inferiores à sua transformação de fase.

As porcelanas utilizadas neste trabalho, apresentam temperaturas de cocção de cada camada entre 750-800⁰C (Quadros 7, 8 e 9), sendo portanto inferiores à transformação de fase do Ti c.p. favorecendo a união metalocerâmica. Estas porcelanas odontológicas são especiais para titânio e denominadas de ultra baixa fusão, por apresentarem um temperatura de queima entre 650-850⁰C,^{3,7,33} Além de apresentarem propriedades comparáveis às porcelanas convencionais,¹¹ também apresentam coeficiente de expansão térmica mais baixo, com a finalidade de se tornarem compatíveis ao titânio, que apresenta um coeficiente de expansão térmica inferior aos de outros metais, ou ligas metálicas,^{20,21,22,32,41} diminuindo assim o estresse transitório e residual na interface (Tabela 4).

3) Observa-se que a forma com que os corpos de prova foram confeccionados pode ser um outro fator que colaborou para a o bom resultado deste trabalho. As análises da interface geralmente são realizadas em amostras, onde a porcelana é aplicada na porção central de uma placa metálica, em apenas uma das superfícies do Ti.c.p.^{5,19,27,38} Posteriormente as amostras são cortadas transversalmente, suas interfaces avaliadas por microscopia. Sabe-se que no momento da cocção, a porcelana se contrai para o centro da massa.^{3,35,40} Nesse tipo de amostra, pela própria contração da porcelana pode ocorrer micro-deslocamentos, gerando falhas nesta interface. Neste trabalho, a porcelana também foi aplicadas em placas, porém todas as superfícies do metal que receberam as porcelanas foram arredondadas e ela foi aplicada ao redor de todas as superfícies, simulando a aplicação da porcelana num coping metálico para uma coroa metalocerâmica (Figura 14). Quando a porcelana é queimada, a contração para o centro da massa

irá favorecer sua união ao titânio, por forças compressivas,^{35,40} “abraçando” toda a extensão do metal em que foi aplicada a cerâmica, favorecendo a união. É importante ressaltar que para isto ocorrer, é necessário que os coeficiente de expansão térmica entre o metal e a porcelana sejam compatíveis.^{3,21,22,29,32,35,40,41}

Um estudo dos elementos presentes nesta interface (Ti/Bonder) também foi realizado por EDS e Mapeamento Elemental.

Analisando as Figuras 37, 43 e 49 observa-se os seguintes elementos presentes na interface Ti/Bonder: Titânio(Ti), Silício(Si), Potássio(K), Cálcio(Ca), Alumínio(Al) e Oxigênio (O). Apenas para a porcelana Triceram (Figura 43), foi encontrada uma pequena quantidade de Sódio(Na), não sendo observado nas outras porcelanas. O elemento Ouro(Au) que foi visualizado é proveniente da metalização realizada para que a porcelana se torne condutora, possibilitando a formação da imagem por M.E.V., não fazendo parte portanto da composição dos componentes destes sistemas. A composição química das porcelanas é segredo do fabricante, porém, levando-se em conta que o titânio utilizado para a confecção das amostras é puro, os resultados sugerem que os outros elementos encontrados são provenientes do Bonder das respectivas porcelanas, após serem submetidas ao processo de cocção.

As figuras 38 e 39; 44 e 45; 50 e 51; ilustram a distribuição dos elementos Ti c.p. e Silício na interface Ti/Bonder para as porcelanas Vitatitankeramik, Triceram e Noritake TI22 respectivamente, indicando uma boa distribuição desse elementos nesta interface, comprovando assim, os resultados

obtidos por M.E.V. (Figuras 35, 36, 41,42, 47 e 48) que sugerem uma adequada união entre o titânio e as porcelanas analisadas.

Os resultados encontrados nas análises das interfaces obtidas por M.E.V., EDS e Mapeamento Elementar, sugerem a possibilidade de ocorrer também interação química entre o Bonder e o Ti c.p., além de todos os outros fatores já mencionados anteriormente.

Em decorrência das outras interfaces: Bonder/Opaco, Opaco/Corpo da Porcelana (Figuras 34, 40 e 46), serem provenientes de fases inorgânicas semelhantes (mesmo material), a possibilidade de interações químicas são mais plausíveis.

5.3. DILATOMETRIA

O requisito primário para o sucesso de uma restauração metalocerâmica é o desenvolvimento de uma união duradoura entre a porcelana e a liga metálica.³ Além da união química e mecânica, a compatibilidade entre os coeficientes de expansão térmica do substrato metálico e da porcelana é um fator essencial para o desenvolvimento de uma adequada resistência de união.^{3,21,22,29,32,35,40,41} Caso os coeficientes sejam incompatíveis, na etapa de resfriamento do conjunto metalocerâmico, após a fusão da porcelana sobre o metal, se desenvolverá um estado de tensões transitórias e residuais na interface metal/porcelana, acarretando no trincamento do material cerâmico.^{3,40}

Yamamoto⁴⁰ relata que quando a porcelana é depositada sobre o metal e o conjunto é levado ao forno para que se proceda a queima da porcelana, duas fases podem ser observadas: aquecimento e resfriamento. Na fase de aquecimento, onde a porcelana é aquecida até acima do ponto de amolecimento, quando esta adquire fluidez plástica, nenhum problema ocorre entre os materiais com relação à expansão térmica, pois a porcelana tem propriedades de líquido e se acomoda à expansão do metal. Entretanto na fase de resfriamento, quando a porcelana se solidifica e se une ao metal, três situações podem ocorrer, dependendo do coeficiente de expansão térmica de cada material:

1ª situação: A expansão térmica da porcelana é maior que a do metal. Neste caso, a porcelana no momento do resfriamento contrai mais que o metal, produzindo uma diferença dimensional entre eles. Isto gera um estado de tensão de tração na porcelana e de compressão no metal, favorecendo a formação de trincas na porcelana (Figura 52 A).

2ª situação: A expansão térmica é a mesma para o metal e porcelana. Como ambos os materiais mudam dimensionalmente da mesma maneira durante o resfriamento, não há tensão resultante (Figura 52 B).

3ª situação: A expansão térmica do metal é maior que a da porcelana. Assim, o metal contrai mais que a porcelana durante o resfriamento. Nesta situação, também existe uma diferença dimensional entre eles, entretanto a porcelana fica sob tensão de compressão e o metal sob tensão de tração. Esta situação é a mais adequada para um sistema metalocerâmico, propiciando um conjunto mais estável após a queima da porcelana, favorecendo a sua união (Figura 52 C).

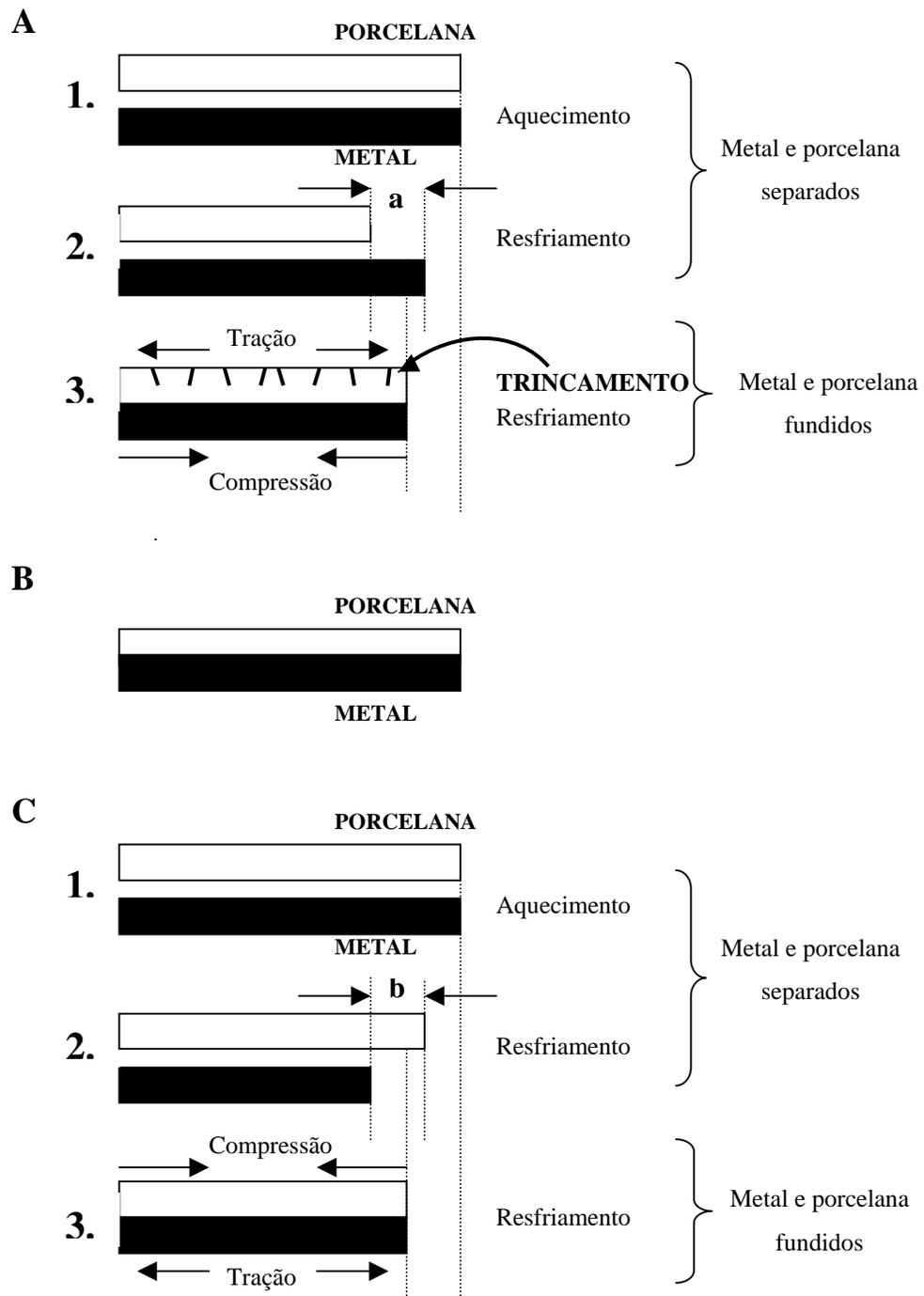


FIGURA 52 - Esquema representativo das diversas possibilidades da porcelana se solidificando no substrato metálico durante o resfriamento do conjunto metalocerâmico.⁴⁰

De acordo com a American Dental Association², o teste de expansão térmica pode ser utilizado para avaliar a compatibilidade dos sistemas metalocerâmicos.

No presente estudo, as curvas de expansão térmica do Ti c.p. e das porcelanas estudadas foram obtidas pelo ensaio de Dilatometria.

A Figura 53 mostra as curvas de expansão térmica das Amostras 1 e 2 de Ti c.p.

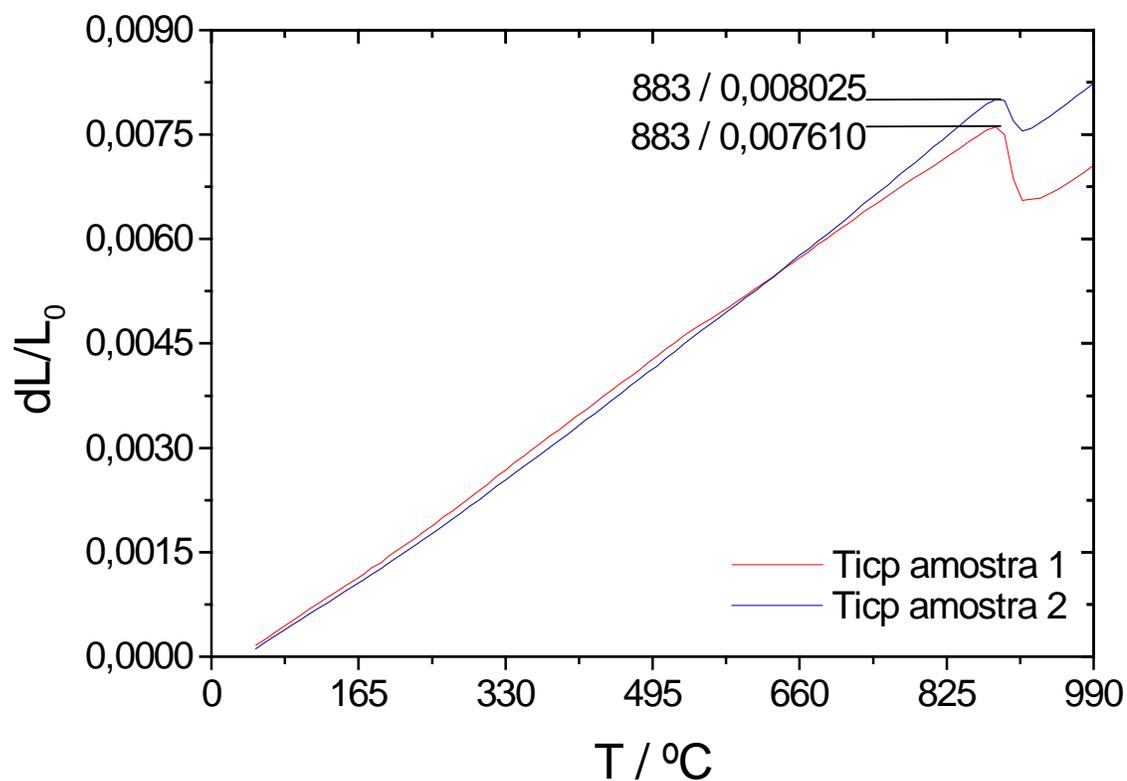


FIGURA 53 - Curvas de expansão térmica das Amostras 1 e 2 de titânio comercialmente puro.

Os valores de $dL/L_0 \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria das Amostras 1 e 2 de Ti c.p. estão tabelados no Apêndice B.

O coeficiente de expansão térmica de ambas as amostras de Ti c.p., que é definido como a inclinação da curva $dL/L_0 \times T$; aumenta com a temperatura, conforme indicado por Van Vlack³⁵. Uma transformação de fase foi observada em 883⁰C, caracterizada pela mudança brusca na inclinação da curva $dL/L_0 \times T$. Este dado é concordante com os encontrados na literatura, onde alguns trabalhos,^{6,9,17,20,28} descrevem que o titânio apresenta uma transformação de fase cristalina na temperatura entre 882 à 883⁰C, passando da estrutura hexagonal compacta para a cúbica de corpo centrado.

As curvas de expansão térmica das três porcelanas odontológicas de ultra baixa fusão: Vitatitankeramik, Triceram e Noritake TI22, também foram obtidas. Os fabricantes^{10,25,36} indicam essas cerâmicas para serem utilizadas sobre titânio.

Segundo Yamamoto,⁴⁰ a diferença na expansão térmica entre o metal e a porcelana deve ser determinada na temperatura em que a porcelana fundida se solidifica durante o resfriamento. Esta temperatura corresponde ao ponto de amolecimento da porcelana durante o aquecimento. Logo, para a averiguação da compatibilidade entre os coeficientes de expansão térmica do Ti c.p. e das três porcelanas mencionadas anteriormente, foi estudado o comportamento térmico das mesmas, no intervalo entre a temperatura ambiente até suas respectivas temperaturas de amolecimento.

As curvas de expansão térmica correspondentes para cada porcelana, bem como suas respectivas temperaturas de amolecimento e os respectivos valores de dL/L_0 , comparando com as curvas do Ti c.p. estão ilustradas nos gráficos das Figuras 54 a 56.

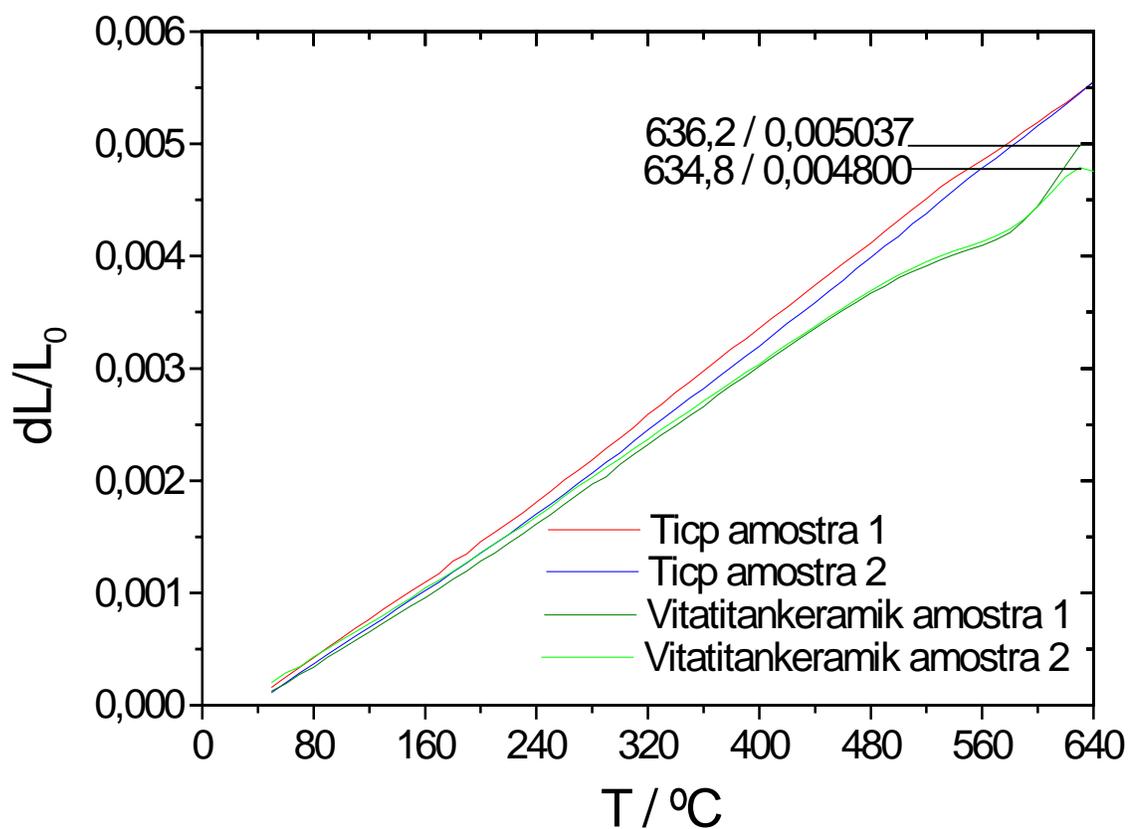


FIGURA 54 - Curvas de expansão térmica da porcelana Vitatitankeramik e do Ti c.p.

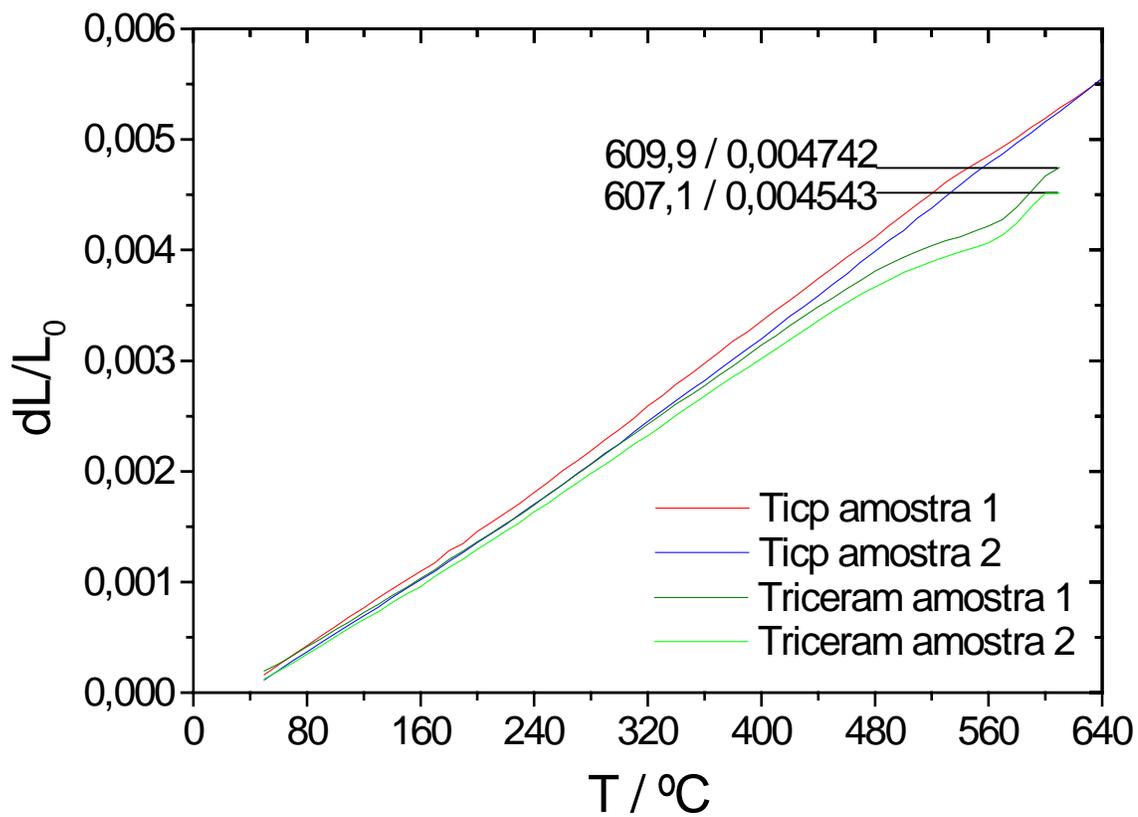


FIGURA 55 - Curvas de expansão térmica da porcelana Triceram e do Ti c.p.

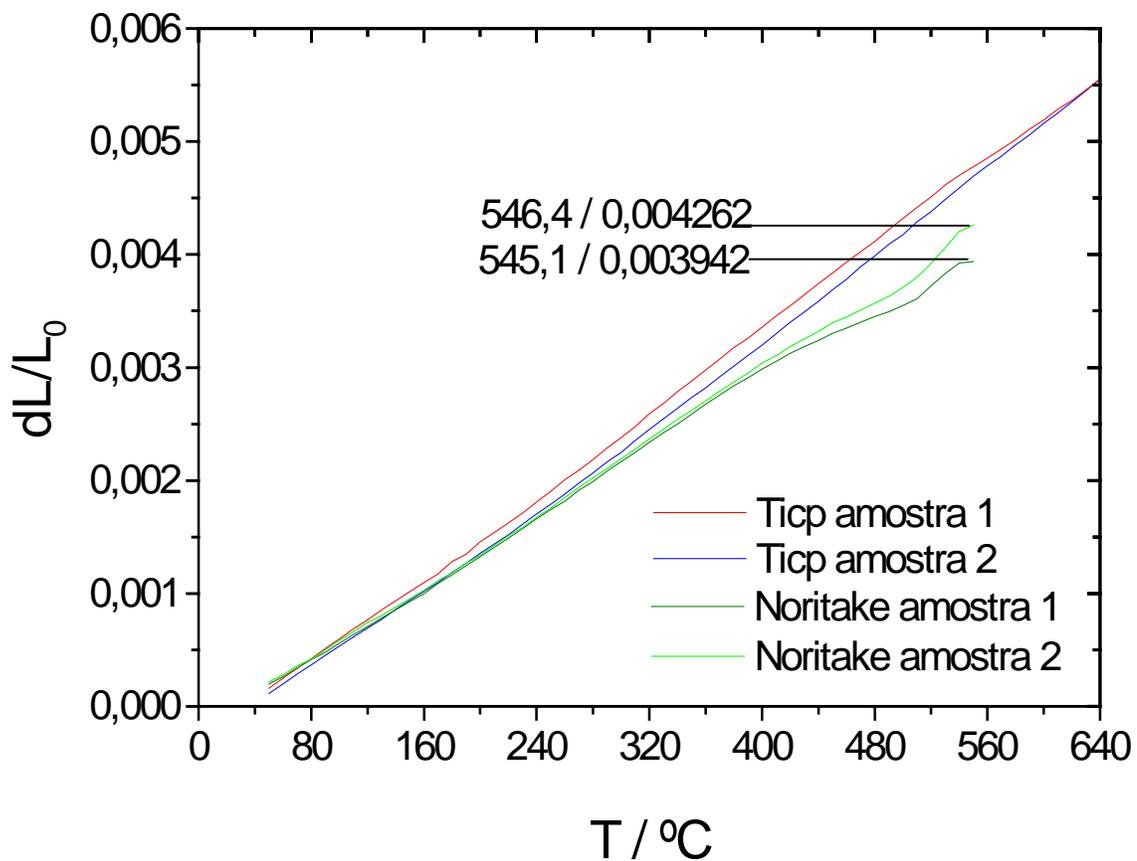


FIGURA 56 - Curvas de expansão térmica da porcelana Noritake e do Ti c.p.

Os valores de $dL/L_0 \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria das Amostras 1 e 2 das porcelanas Vitatitankeramik, Triceram, Noritake TI22 estão tabelados no Apêndice B.

As temperaturas de amolecimento das porcelanas em estudo variaram numa faixa entre 541-636 $^\circ C$, onde o menor valor foi encontrado para a

Amostra 1 da porcelana Noritake, e o maior valor, para a Amostra 1 da porcelana Vitatitankeramik, como podem ser observados nas figuras 56 de 54 respectivamente e nas Tabelas 8 e 9.

É importante ressaltar que nesse intervalo de temperaturas (temperatura de amolecimento das porcelanas), o Ti c.p. não sofre transformação de fases; e as curvas de expansão térmica para as duas amostras, estão de acordo com as curvas de materiais metálicos.⁴⁰ As curvas de expansão térmica de todas as porcelanas (Figuras 54-56), apresentaram as mesmas características das curvas de materiais vítreos descrita por Yamamoto,⁴⁰ apresentando a faixa de transição e o ponto de amolecimento de forma nítida.

Observou-se ainda uma pequena variação na temperatura de amolecimento e nas curvas de expansão térmica de Amostras 1 e 2 de cada porcelana (Figuras 54-56) O mesmo foi observado nas curvas de expansão térmica das amostras 1 e 2 de Ti c.p. (Figura 53), entretanto isto pode ser considerado insuficiente para aplicação prática. Rollo & Rossiti,³⁰ atribuem essas variações à provável diferença na posição do termopar dentro de cada uma das amostras, pois à medida que o termopar encontra-se mais próximo da superfície do corpo de prova, maior será a influência da inércia térmica do corpo de prova.

Para a análise da compatibilidade entre as curvas de expansão térmica do Ti c.p. e das porcelanas estudadas, os resultados foram agrupados em duas Tabelas (2 e 3), pelo fato do número de amostras utilizadas para o ensaio de Dilatometria, não permitir a realização de um tratamento estatístico.

Na Tabela 2 pode ser observado os valores de dL/Lo das amostras de Ti c.p. e das porcelanas, nas respectivas temperaturas de amolecimento de cada porcelana. As diferenças entre os valores de dL/Lo do metal e das porcelanas também estão destacados para avaliação da compatibilidade de cada conjunto metalocerâmico segundo o método desenvolvido por Yamamoto.⁴⁰

Tabela 2 - Diferenças entre dL/Lo da Amostra 1 de Ti c.p. e o dL/Lo das amostras 1 e 2 das porcelanas Vitatitankeramik, Triceram e Noritake, nas suas respectivas temperaturas de amolecimento.

PORCELANA	AMOSTRA	TEMP. AMOLECIM. PORC. (%)	dL/Lo PORCELANA (%)	dL/Lo	
				Ti c.p. Amostra 1 (%)	dL/Lo - Ti c.p. / dL/Lo PORC. (%)
VITA TITAN KERAMIK	1	636,2	0,504	0,551	0,047
	2	634,8	0,480	0,550	0,07
TRICERAM TRILINE Ti	1	609,9	0,474	0,528	0,054
	2	607,1	0,454	0,525	0,071
NORITAKE TI22	1	545,1	0,394	0,474	0,08
	2	546,4	0,427	0,472	0,045

Tabela 3 - Diferenças entre dL/Lo da Amostra 2 de Ti c.p. e o dL/Lo das amostras 1 e 2 das porcelanas Vitatitankeramik, Triceram e Noritake, nas suas respectivas temperaturas de amolecimento.

PORCELANA	AMOSTRA	TEMP. AMOLECIM. PORC. (%)	dL/Lo PORCELANA (%)	dL/Lo	
				Ti c.p. Amostra 2 (%)	dL/Lo - Ti c.p. / PORC. (%)
VITA TITAN KERAMIK	1	636,2	0,504	0,551	0,047
	2	634,8	0,480	0,549	0,069
TRICERAM TRILINE Ti	1	609,9	0,474	0,525	0,051
	2	607,1	0,454	0,522	0,068
NORITAKE TI22	1	545,1	0,394	0,464	0,07
	2	546,4	0,427	0,465	0,038

Sabe-se que para existir uma boa união metalocerâmica, é necessário que o coeficiente de expansão térmica do metal seja ligeiramente superior ao da porcelana. Yamamoto,⁴⁰ relata que num conjunto metalocerâmico, não existe um valor absoluto que determine efetivamente a compatibilidade entre o coeficiente de expansão térmica do metal e a da porcelana. Entretanto, a compatibilidade pode ser verificada subtraindo os valor de dL/Lo do metal, ao valor de dL/Lo da porcelana, obtidos na temperatura de amolecimento da porcelana. O par será considerado compatível, se estiver dentro de uma faixa entre 0,21% a 0,02% considerada “segura” pelo autor.⁴⁰ Acima de 0,21% haverá o risco de fratura

por compressão excessiva da cerâmica e abaixo de 0,02% haverá risco de fratura por tração na porcelana.

Conforme visto nas Tabelas 2 e 3, as porcelanas analisadas demonstraram uma variação da diferença entre o dL/Lo do metal e o dL/Lo da porcelana de 0,038% a 0,08%. Isto indica que todas as combinações metalocerâmicas, apresentaram-se dentro da “faixa segura” especificada por Yamamoto⁴⁰, demonstrando que há compatibilidade térmica entre o Tic.p e as porcelanas Vitatitankeramik, Triceram e Noritake TI22, para todas as combinações metalocerâmicas. Esses resultados reafirmam a obtenção da boa integridade observada na interface Ti/Bonder nas fotomicrografias por M.E.V. (Figuras 35,36, 41, 42, 47 e 48) e Mapeamento Elementar (Figuras 38,39,44,45,50 e 51).

De acordo com Van Vlack,³⁵ o coeficiente de expansão térmica varia em função da temperatura. Temperaturas mais elevadas proporcionam maiores coeficientes de expansão térmica. Portanto observa-se na literatura^{21,32,41} que o coeficiente de expansão térmica é calculado dentro de uma faixa de temperatura, obtendo-se assim um coeficiente de dilatação térmica médio da curva de expansão térmica do material analisado.

Neste estudo, os coeficientes de expansão térmica foram calculados num intervalo entre a temperatura 50^oC e 500^oC, e os valores para o Tic.p. e as porcelanas estão descritos na Tabela 4.

Tabela 4 – Cálculo dos coeficientes de expansão térmica do Ti c.p. e das porcelanas Vitatitankeramik, Triceram e Noritake TI22.

MATERIAL	AMOSTRA	COEFICIENTE DE EXPANSÃO TÉRMICA (°C)
Ti c.p.	1	$9,21 \times 10^{-6}$
Ti c.p.	2	$9,23 \times 10^{-6}$
VITATITANKERAMIK	1	$8,36 \times 10^{-6}$
VITATITANKERAMIK	2	$8,23 \times 10^{-6}$
TRICERAM	1	$8,58 \times 10^{-6}$
TRICERAM	2	$8,40 \times 10^{-6}$
NORITAKE	1	$7,92 \times 10^{-6}$
NORITAKE	2	$8,10 \times 10^{-6}$

Na literatura, diversos valores são encontrados para o coeficiente de expansão térmica do Ti c.p. Low et al.,²¹ atribui estas diferenças à alguns fatores tais como: faixa de temperatura em que o coeficiente de expansão térmica é calculado, velocidade de aquecimento do corpo de prova. No presente estudo, os

coeficiente de expansão térmica do Tic.p., apresentaram-se concordantes com os valores descritos por Low²¹ ($8,4 - 10,8 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$).

Todas as porcelanas apresentaram coeficientes de expansão térmica próximos, porém inferiores ao do Ti c.p., indicando que os conjuntos metal/porcelana apresentarão um estado de tensão favorável na interface, onde o metal ficará sob tração e a porcelana sob compressão.⁴⁰

Low²¹ ainda relata, porcelanas com coeficiente de expansão térmica menores que $8,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$ podem ser adequadas para aplicação titânio/cerâmica. Neste estudo, todas as porcelanas apresentaram valores inferiores ao mencionado, reafirmando sua compatibilidade ao Ti c.p. (Tabela 4).

Finalmente, deve ser enfatizado que todos os resultados apontam uma boa “interação” entre a porcelana e o metal, entretanto para a indicação clínica, é necessário estudos das propriedades mecânicas desses sistemas.

CONCLUSÃO

6. Conclusão

Dentro do método de pesquisa proposto e considerando-se os resultados obtidos neste trabalho, podemos concluir que:

1. A superfície do Ti c.p. após a fundição apresentou condições físico-químicas adequadas para receber a aplicação de porcelana, na confecção de restaurações metalocerâmicas.
2. Pela análise por M.E.V. e Mapeamento Elementar, a integridade observada nas interfaces, Ti/Bonder das porcelanas Vitatitankeramik, Triceram e Noritake TI22, sugerem uma adequada união entre esses sistemas metalocerâmicos.
3. Devido os valores de dL/Lo metal – dL/Lo da porcelana, na temperatura de amolecimento das porcelanas, estarem dentro da “faixa segura” descrita por Yamamoto (0,02% a 0,21%), os coeficientes de expansão térmica do Ti c.p. e das três porcelanas estudadas, apresentaram-se compatíveis, para todos os conjuntos metalocerâmicos.
4. A Microscopia Eletrônica de Varredura, com EDS e Mapeamento Elementar, mostrou-se uma opção adequada no estudo das interfaces.

REFERÊNCIAS

BIBLIOGRÁFICAS

7. Referências bibliográficas*

1. ADACHI, M. et al. Oxide adherence and porcelain bonding to titanium and Ti-6Al-4V alloy. *J. Dent. Res*, v.69, p.1230-5, 1990.
2. AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Porcelain-metal alloy compatibility, criteria and test methods. *J. Am. Dent. Assoc.*, v.102, p.71-2, 1981.
3. ANUSAVICE, K.J. Cerâmicas odontológicas. In:_____. *Phillips materiais dentários*. 10.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998. cap. 26, p.345-66.
4. ASTM STANDARDS. *Designation F67-95*. Standard Specification for unalloyed titanium for surgical implant applications. West Conhohocken: ASTM, 1995. 4p. (Specification F67).
5. ATSU, S., BERKSUN, S. Bond strength of three porcelains to two forms of titanium using two firing atmospheres. *J. Prosthet. Dent.*, v.84, p.567-74, 2000.
6. BERGMAN, M. *Cast titanium in dental constructions*. Malmo: DPNOVA AB, 1995. 26p.
7. BOTTINO, M.A. et al. Materiais cerâmicos. In:_____. *Estética em reabilitação oral: metal free*. São Paulo: Artes Médicas, 2001. cap.5, p.210-331.
8. BOYER, R.R. Titanium and titanium alloys. In: *ASM HANDBOOK. Metallography and microstructures*. USA: ASM International, 1985. v.9, p.458-75.

* UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA. Coordenadoria Geral de Bibliotecas, Editora UNESP. *Normas para publicação da UNESP*. São Paulo: Editora UNESP, 1994. 4v., v.2. Referências Bibliográficas.

9. CRAIG, R.G. et al. Cast and wrought base metal alloys. In:_____.
Restorative dental materials. 10.ed. Saint Louis: Mosby, 1997. cap.15, p.408-36.
10. ESPRIDENT GmbH – AESTHETIC DENTAL PRODUCTS. *Triceram® Triline Ti*.
Germany, 1999. 26p. (Información del producto y modo de empleo).
11. ESQUIVEL, J.F., CHAI, J., WOZNIAK, W.T. The physical properties of low-fusing
porcelains for titanium. *Int. J. Prosthodont.*, v.9, p.563-71, 1996.
12. GILBERT, J.L., COVEY, D.A., LAUTENSCHLAGER, E.P. Bond characteristics of
porcelain fused to milled titanium. *Dent. Mater.*, v.10, p.134-40, 1994.
13. GUASTALDI, A.C. et al. Aplicação do titânio em próteses odontológicas
empregando-se o processo de fundição plasma-skull. *Apdesp Informa*, v.17,
n.102, p.16, 2001.
14. IDA, K. et al. Studies on the dental castings of titanium alloy. Part I. Casting of
pure titanium. *J. Res. Soc. Dent. Mater. Appl.*, v.37, p.45-52, 1980.
15. IDA, K. et al. Effect of magnesia investments in the dental casting of pure
titanium and titanium alloys. *Dent. Mater. J.*, v.1, p.8-21, 1982.
16. KASEMO, B. Biocompatibility of titanium implants: surface science aspects. *J.*
Prosthet. Dent., v.49, p.832-7, 1983.
17. KERSCHBAUM, T. Restaurações adesivas de titânio. In:_____. *Atlas de*
prótese adesiva. São Paulo: Ed. Santos, 1996. cap.18, p.181-90.
18. KIMURA, H. et al. Oxidation effects on porcelain-titanium interface reactions and
bond strength. *Dent. Mater. J.*, v.9, n.1, p.91-9, 1990.

19. KÖNÖNEN, M., KIVILAHTI, J. Bonding of low-fusing dental porcelain to commercially pure titanium. *J. Biomed. Mater. Res.*, v.28, p.1027-35, 1994.
20. LAUTENSCHLAGER, E.P., MONAGHAN, P. Titanium and titanium alloys as dental materials. *Int. Dent. J.*, v.43, p.245-53, 1993.
21. LOW, D., SUMII, T., SWAIN, M. Thermal expansion coefficient of titanium casting. *J. Oral Rehabil.*, v.28, p.239-42, 2001.
22. MENIS, D.L., MOSER, J.B., GREENER, E.H. Experimental porcelain compositions for application to cast titanium. *J. Dent. Res.*, v.65, p.343, 1986. (Abstract 1565).
23. MORI, T. et al. The effect of investment type on the fit of cast titanium crowns. *Aust. Dent. J.*, v.39, p.348-52, 1994.
24. NAKAJIMA, H., OKABE, T. Titanium in dentistry: development and research in the U.S.A. *Dent. Mater. J.*, v.15, p.77-90, 1996.
25. NORITAKE. *Super Porcelain TI-22*. Nagoya: Noritake Co., 2000. 14p. (Technical Instructions).
26. OYAFUSO, D.K. Resistência ao cisalhamento da interface formada pela união entre o titânio fundido ou usinado e cerâmicas. São José dos Campos, 2001. 91p. Dissertação (Mestrado Prótese Parcial Fixa) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista.
27. PANG, I.C. et al. Bonding characteristics of low-fusing porcelain bonded to pure titanium and palladium-cooper alloy. *J. Prosthet. Dent.*, v.73, n.1 p.17-25, 1995.

28. PARR, G.R., GARDNER, L.K., TOTH, R.W. Titanium: The mystery metal of implant dentistry. Dental materials aspects. *J. Prosthet. Dent.*, v.54, p.410-4, 1985.
29. PICON, C.A. *Estudos químicos e físicos do Ti c.p. e da liga Ti-6Al-4V, antes e após fusão odontológica*. São Carlos, 2001. 163p. Tese (Doutorado em Físico-Química) - Instituto de Química, Universidade de São Paulo.
30. ROLLO, J.M.D.A., ROSSITTI, S.M. Restauração metalocerâmica: um estudo comparativo da compatibilidade térmica de ligas Ni-Cr e porcelanas odontológicas. *Rev. Odontol. Univ. São Paulo*, v.13, n.1, p.61-6, 1999.
31. TAIRA, M., MOSER, J.B., GREENER, E.H. Studies of Ti alloys for dental casting. *Dent. Mater.*, v.5, p.45-50, 1989.
32. TOGAYA, T. et al. An application of pure titanium to the metal porcelain system. *Dent. Mater. J.*, v.2, p.210-9, 1983.
33. TOUATI, B., MIARA, P., NATHANSON, D. Sistemas cerâmicos atuais. In:_____. *Odontologia estética e restaurações cerâmicas*. São Paulo: Ed. Santos, 2000. cap.3, p.25-37.
34. TROIA JUNIOR, M.G. *Avaliação da resistência de uma porcelana de baixa fusão em combinação com o titânio comercialmente puro e liga de titânio-alumínio-vanádio*. Piracicaba, 2001. 92p. Tese (Mestrado em Prótese Dental) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual de Campinas.
35. VAN VLACK, L.H. Propriedades térmicas e comportamento em temperaturas elevadas. In:_____. *Propriedades dos materiais cerâmicos*. São Paulo: Edgard Blucher, 1973. cap.9, p.130-55.

36. VITA ZAHNFABRIK H. Ranter Gmbh. *Vita Titankeramik*. Germany: Vita, 1998. 43p. (Working Instructions).
37. WANG, R.R., FENTON, A. Titanium for prosthodontic applications: a review of the literature. *Quintessence Int.*, v.27, p.401-8, 1996.
38. 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.508-16, 1998.
39. WANG, R.R., WELSCH, G.E., CASTRO-CEDENO, M. Interfacial reactions of cast titanium with mold materials. *Int. J. Prosthodont.*, v.11, p.33-43, 1998.
40. YAMAMOTO, M. Factors affecting the strength of metal-ceramics. In:_____. *Metal ceramics: principles and methods of Makoto Yamamoto*. Chicago: Quintessence, 1985. cap.1, p.5-202.
41. YILMAZ, H., DINÇER, C. Comparison of the bond compatibility of titanium and Ni-Cr alloy to dental porcelain. *J. Dent.*, v.27, p.215-22, 1999.

APÊNDICES

Apêndice A

As figuras 57 a 59 representam o Mapeamento Elementar dos elementos: Potássio, Cálcio e Alumínio respectivamente, na região Ti/Bonder da porcelana Vitatitankeramik.

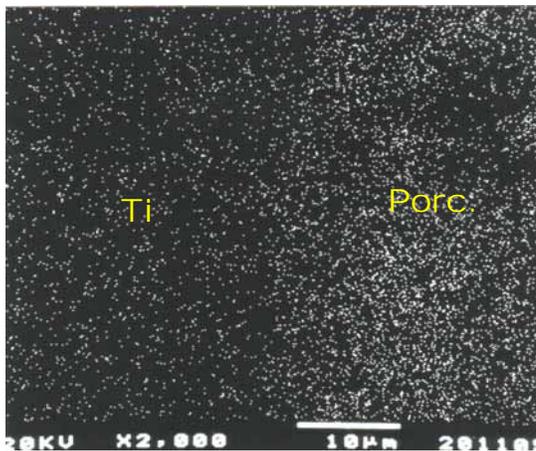


FIGURA 57 - Mapa Elementar para o Potássio na região Ti/Bonder (2000X).

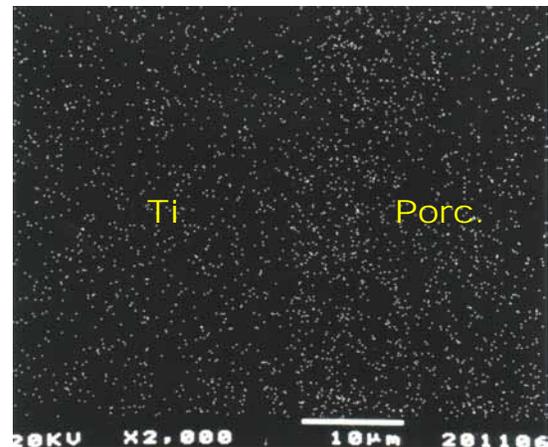


FIGURA 58 - Mapa Elementar para o Cálcio na região Ti/Bonder (2000X).

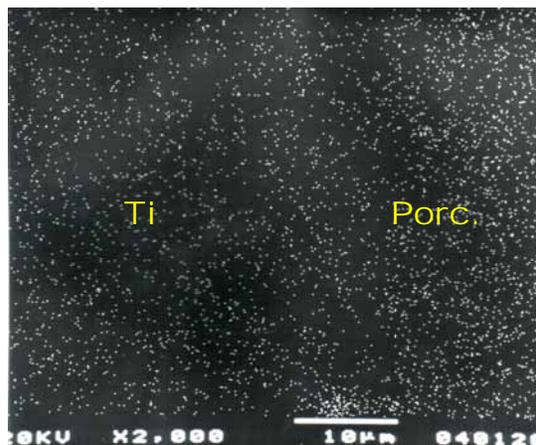


FIGURA 59 - Mapa Elementar para o Alumínio na região Ti/Bonder (2000X).

As figuras 60 a 63 representam o Mapeamento Elementar dos elementos: Potássio, Cálcio, Alumínio e Sódio respectivamente, na região Ti/Bonder da porcelana Triceram.

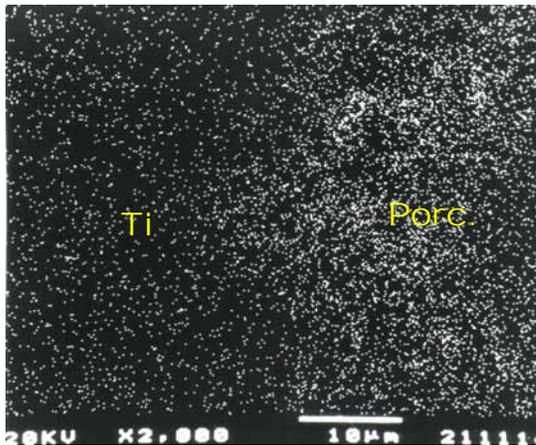


FIGURA 60 - Mapa Elementar para o Potássio na região Ti/Bonder (2000X).

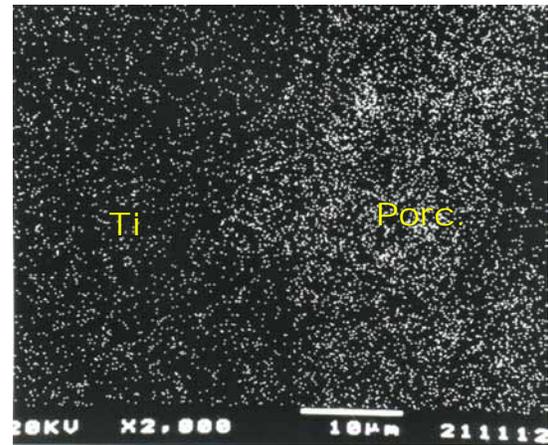


FIGURA 61 - Mapa Elementar para o Cálcio na região Ti/Bonder (2000X).

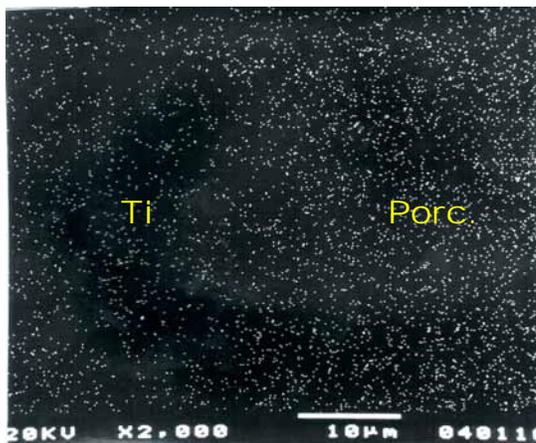


FIGURA 62 - Mapa Elementar para o Alumínio na região Ti/Bonder (2000X).

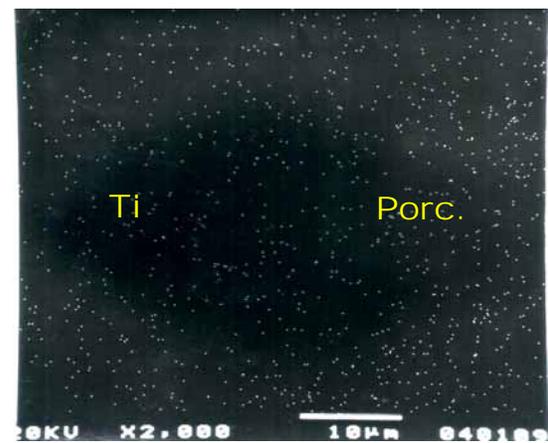


FIGURA 63 - Mapa Elementar para o Sódio na região Ti/Bonder (2000X).

As figuras 64 a 66 representam o Mapeamento Elementar dos elementos: Potássio, Cálcio e Alumínio respectivamente, na região Ti/Bonder da porcelana Noritake TI22.

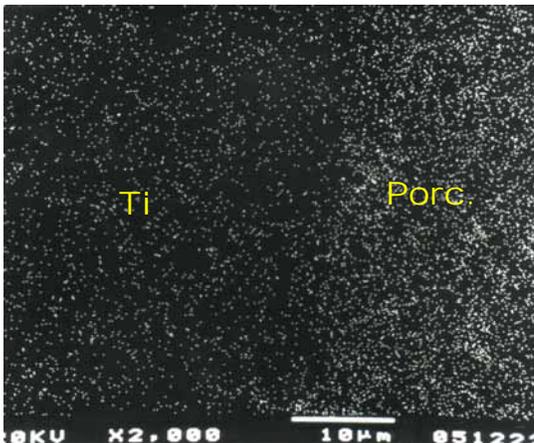


FIGURA 64 - Mapa Elementar para o Potássio na região Ti/Bonder (2000X).

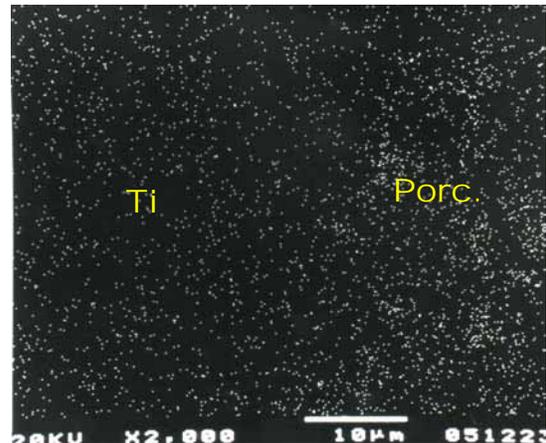


FIGURA 65 - Mapa Elementar para o Cálcio na região Ti/Bonder (2000X).

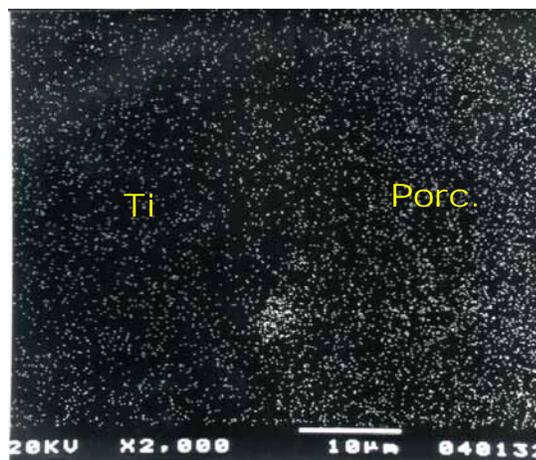


FIGURA 66 - Mapa Elementar para o Alumínio na região Ti/Bonder (2000X).

Apêndice B

Quadro 10 - Valores de $dL/Lo \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 1 de Ti c.p.

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
30	-1.087e-005	1.32e-005	-1.087e-006
40	7.609e-005	5.435e-006	3.804e-006
50	0.000163	5.435e-006	5.435e-006
60	0.00025	1.165e-005	6.25e-006
70	0.000337	0	6.739e-006
80	0.0004239	5.435e-006	7.065e-006
90	0.0005109	1.087e-005	7.298e-006
100	0.0005978	1.087e-005	7.473e-006
110	0.0006848	1.087e-005	7.609e-006
120	0.0007663	1.087e-005	7.663e-006
130	0.0008533	3.882e-006	7.722e-006
140	0.0009348	5.435e-006	7.79e-006
150	0.001016	5.435e-006	7.818e-006
160	0.001098	5.435e-006	7.842e-006
170	0.001174	0	7.826e-006
180	0.001283	4.658e-006	7.991e-006
190	0.001348	1.63e-005	7.928e-006
200	0.001457	7.764e-006	8.092e-006
210	0.001543	0	8.124e-006
220	0.001625	5.435e-006	8.125e-006
230	0.001712	6.211e-006	8.152e-006
240	0.00181	1.087e-005	8.226e-006
250	0.001902	6.988e-006	8.27e-006
260	0.002005	1.63e-005	8.356e-006
270	0.002092	5.435e-006	8.37e-006
280	0.002185	1.087e-005	8.403e-006
290	0.002288	0	8.474e-006
300	0.00238	1.009e-005	8.486e-006
310	0.002478	1.087e-005	8.546e-006
320	0.002592	1.941e-005	8.641e-006
330	0.002679	2.174e-005	8.643e-006
340	0.002788	7.764e-006	8.713e-006
350	0.00288	6.211e-006	8.715e-006
360	0.002978	1.087e-005	8.747e-006
370	0.003076	1.009e-005	8.789e-006
380	0.003174	8.152e-006	8.804e-006
390	0.003261	7.764e-006	8.813e-006
400	0.003359	1.475e-005	8.839e-006
410	0.003457	1.087e-005	8.852e-006
420	0.003543	5.435e-006	8.859e-006
430	0.003641	1.475e-005	8.881e-006
440	0.003745	7.107e-006	8.916e-006

Quadro 10 - Valores de $dL/Lo \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 1 de Ti c.p.

Continuação

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
450	0.003837	8.152e-006	8.913e-006
460	0.003935	1.087e-005	8.933e-006
470	0.004022	1.087e-005	8.937e-006
480	0.004114	1.087e-005	8.944e-006
490	0.004223	1.087e-005	8.985e-006
500	0.004321	1.708e-005	9.001e-006
510	0.004418	1.087e-005	9.017e-006
520	0.004511	1.087e-005	9.022e-006
530	0.004614	1.32e-005	9.047e-006
540	0.004701	5.435e-006	9.041e-006
550	0.004777	1.398e-005	9.014e-006
560	0.004853	1.259e-005	8.979e-006
570	0.004935	8.581e-006	8.964e-006
580	0.005016	1.475e-005	8.958e-006
590	0.005109	1.087e-005	8.955e-006
600	0.00519	1.165e-005	8.941e-006
610	0.005283	3.882e-006	8.946e-006
620	0.005364	1.708e-005	8.94e-006
630	0.005457	8.152e-006	8.945e-006
640	0.005549	7.764e-007	8.95e-006
650	0.005641	1.398e-005	8.947e-006
660	0.005728	1.475e-005	8.95e-006
670	0.005821	1.398e-005	8.955e-006
680	0.005918	0	8.961e-006
690	0.006005	8.152e-006	8.963e-006
700	0.006098	1.087e-005	8.961e-006
710	0.006185	3.882e-006	8.963e-006
720	0.006272	7.764e-006	8.96e-006
730	0.006375	1.165e-005	8.973e-006
740	0.006462	0	8.975e-006
750	0.006543	7.764e-006	8.964e-006
760	0.00663	7.764e-006	8.96e-006
770	0.006723	1.475e-005	8.958e-006
780	0.00681	1.165e-005	8.954e-006
790	0.006891	5.435e-006	8.95e-006
800	0.006967	1.087e-005	8.933e-006
810	0.007043	0	8.916e-006
820	0.00713	1.087e-005	8.913e-006
830	0.007223	2.174e-005	8.917e-006
840	0.007304	1.087e-005	8.908e-006
850	0.007397	6.211e-006	8.912e-006
860	0.007484	5.435e-006	8.909e-006
870	0.007565	5.435e-006	8.9e-006
880	0.007609	-1.087e-005	8.847e-006
890	0.0075	-1.63e-005	8.621e-006
900	0.006853	-5.978e-005	7.788e-006
910	0.006554	0	7.364e-006
920	0.006576	1.553e-006	7.307e-006

Quadro 10 - Valores de $dL/Lo \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 1 de Ti c.p.

Continuação

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
930	0.006587	2.329e-006	7.238e-006
940	0.006647	-3.106e-006	7.221e-006
950	0.006712	6.988e-006	7.217e-006
960	0.006799	4.658e-006	7.229e-006
970	0.00688	3.882e-006	7.243e-006
980	0.006967	6.988e-006	7.258e-006
990	0.00706	2.174e-005	7.278e-006

Quadro 11 - Valores de $dL/Lo \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 2 de Ti c.p.

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
30	-3.804e-005	2.717e-006	-3.623e-006
40	3.804e-005	1.63e-005	1.902e-006
50	0.0001141	5.435e-006	3.804e-006
60	0.0002011	1.242e-005	4.965e-006
70	0.000288	1.087e-005	5.761e-006
80	0.0003696	1.087e-005	6.159e-006
90	0.0004511	1.087e-005	6.444e-006
100	0.0005326	0	6.658e-006
110	0.0006141	3.882e-006	6.824e-006
120	0.0006957	5.435e-006	6.957e-006
130	0.0007717	1.63e-005	7.016e-006
140	0.0008587	6.988e-006	7.126e-006
150	0.0009402	1.63e-005	7.232e-006
160	0.001022	7.764e-006	7.272e-006
170	0.001098	1.087e-005	7.319e-006
180	0.001185	5.435e-006	7.405e-006
190	0.001266	5.435e-006	7.449e-006
200	0.001353	5.435e-006	7.518e-006
210	0.00144	1.087e-005	7.58e-006
220	0.001522	0	7.609e-006
230	0.001614	0	7.686e-006
240	0.001701	3.882e-006	7.732e-006
250	0.001788	5.435e-006	7.774e-006
260	0.00188	1.009e-005	7.835e-006
270	0.001978	1.087e-005	7.897e-006
280	0.002065	1.087e-005	7.943e-006
290	0.002163	1.087e-005	8.011e-006
300	0.00225	6.211e-006	8.036e-006
310	0.002353	1.087e-005	8.115e-006
320	0.002451	1.63e-005	8.17e-006
330	0.002543	1.087e-005	8.205e-006
340	0.002636	2.717e-006	8.237e-006
350	0.002734	6.211e-006	8.271e-006
360	0.002821	1.009e-005	8.296e-006
370	0.002918	0	8.339e-006
380	0.003011	1.009e-005	8.364e-006
390	0.003109	1.009e-005	8.391e-006
400	0.003196	1.087e-005	8.41e-006
410	0.003299	1.087e-005	8.459e-006
420	0.003402	4.658e-006	8.495e-006
430	0.003489	1.553e-006	8.51e-006
440	0.003587	8.152e-006	8.54e-006

Quadro 11 - Valores de $dL/Lo \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 2 de Ti c.p.

Continuação

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
450	0.00369	1.087e-005	8.572e-006
460	0.003783	1.009e-005	8.597e-006
470	0.003891	1.087e-005	8.638e-006
480	0.003989	6.988e-006	8.663e-006
490	0.004092	3.882e-006	8.698e-006
500	0.004174	1.459e-005	8.696e-006
510	0.004288	6.988e-006	8.751e-006
520	0.00438	1.259e-005	8.761e-006
530	0.004489	3.882e-006	8.802e-006
540	0.004592	1.087e-005	8.832e-006
550	0.00469	1.242e-005	8.849e-006
560	0.004783	1.553e-005	8.857e-006
570	0.00487	0	8.854e-006
580	0.004973	1.087e-005	8.88e-006
590	0.00506	2.329e-006	8.877e-006
600	0.005163	9.317e-006	8.894e-006
610	0.00525	-5.435e-006	8.898e-006
620	0.005353	1.087e-005	8.922e-006
630	0.005451	1.087e-005	8.936e-006
640	0.005554	7.764e-006	8.959e-006
650	0.005663	9.197e-006	8.975e-006
660	0.005766	-5.435e-006	9.01e-006
670	0.005853	6.988e-006	9.005e-006
680	0.005962	3.106e-006	9.026e-006
690	0.00606	1.398e-005	9.044e-006
700	0.006163	1.087e-005	9.063e-006
710	0.006261	0	9.074e-006
720	0.00637	1.398e-005	9.099e-006
730	0.006489	1.398e-005	9.12e-006
740	0.006587	7.764e-006	9.149e-006
750	0.006685	1.63e-005	9.157e-006
760	0.006783	2.174e-005	9.166e-006
770	0.006902	7.764e-006	9.197e-006
780	0.007005	6.988e-006	9.212e-006
790	0.007103	1.63e-005	9.225e-006
800	0.007207	1.087e-005	9.239e-006
810	0.007321	1.087e-005	9.267e-006
820	0.007418	5.435e-006	9.273e-006
830	0.007527	6.211e-006	9.287e-006
840	0.007636	1.087e-005	9.312e-006
850	0.007745	1.087e-005	9.331e-006
860	0.007842	2.174e-005	9.336e-006
870	0.00794	1.087e-005	9.341e-006
880	0.008	1.63e-005	9.302e-006
890	0.007989	-2.174e-005	9.183e-006
900	0.00769	-3.183e-005	8.739e-006
910	0.007549	-5.435e-006	8.482e-006
920	0.007592	1.087e-005	8.436e-006

Quadro 11 - Valores de $dL/Lo \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 2 de Ti c.p.

Continuação

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
930	0.007674	1.63e-005	8.433e-006
940	0.007755	1.165e-005	8.43e-006
950	0.007853	1.087e-005	8.444e-006
960	0.007946	1.087e-005	8.453e-006
970	0.008049	1.087e-005	8.473e-006
980	0.008141	1.087e-005	8.481e-006
990	0.008239	0	8.494e-006

Quadro 12 - Valores de dL/Lo x T obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 1 da porcelana Vitatitankeramik.

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
40	5.826e-005	0	2.913e-006
50	0.0001271	6.81e-006	4.237e-006
60	0.0001907	8.323e-006	4.767e-006
70	0.0002754	0	5.508e-006
80	0.000339	0	5.65e-006
90	0.000429	1.513e-005	6.129e-006
100	0.0004979	6.81e-006	6.224e-006
110	0.0005773	3.783e-006	6.415e-006
120	0.0006515	4.54e-006	6.515e-006
130	0.0007309	6.81e-006	6.615e-006
140	0.0008104	6.053e-006	6.753e-006
150	0.0008845	4.54e-006	6.804e-006
160	0.0009587	5.297e-006	6.848e-006
170	0.001038	5.297e-006	6.921e-006
180	0.001123	1.589e-005	7.018e-006
190	0.001192	1.059e-005	7.01e-006
200	0.001282	3.783e-006	7.121e-006
210	0.001356	1.059e-005	7.136e-006
220	0.001446	5.297e-006	7.23e-006
230	0.001525	0	7.264e-006
240	0.001615	1.059e-005	7.343e-006
250	0.001695	5.297e-006	7.369e-006
260	0.00179	7.945e-006	7.444e-006
270	0.00188	1.059e-005	7.521e-006
280	0.00197	5.296e-006	7.578e-006
290	0.002034	5.297e-006	7.533e-006
300	0.002145	5.297e-006	7.648e-006
310	0.002235	6.81e-006	7.707e-006
320	0.00232	7.945e-006	7.733e-006
330	0.00241	1.059e-005	7.762e-006
340	0.002489	3.027e-006	7.779e-006
350	0.002579	1.059e-005	7.817e-006
360	0.002659	9.08e-006	7.82e-006
370	0.00276	7.566e-006	7.884e-006
380	0.00285	1.059e-005	7.905e-006
390	0.002929	4.54e-006	7.916e-006
400	0.003019	1.438e-005	7.945e-006
410	0.003104	1.324e-005	7.948e-006
420	0.003189	1.059e-005	7.971e-006
430	0.003273	6.81e-006	7.984e-006
440	0.003358	1.059e-005	7.995e-006
450	0.003437	3.027e-006	7.994e-006

Quadro 12 - Valores de $dL/L_0 \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 1 da porcelana Vitatitankeramik.

Continuação

T (°C)	dL/L ₀	True Alpha	Average Alpha
460	0.003517	3.027e-006	7.993e-006
470	0.003591	1.589e-005	7.98e-006
480	0.003671	1.059e-005	7.979e-006
490	0.003729	1.513e-005	7.934e-006
500	0.003808	6.81e-006	7.934e-006
510	0.003861	7.567e-006	7.88e-006
520	0.003914	4.54e-006	7.828e-006
530	0.003967	2.648e-006	7.779e-006
540	0.004015	6.81e-006	7.721e-006
550	0.004057	3.027e-006	7.655e-006
560	0.004094	5.296e-006	7.582e-006
570	0.004147	5.296e-006	7.54e-006
580	0.004211	1.589e-005	7.519e-006
590	0.004317	1.324e-005	7.567e-006
600	0.004444	1.362e-005	7.655e-006
610	0.004624	1.513e-005	7.831e-006
620	0.004809	2.194e-005	8.016e-006
630	0.004984	1.059e-005	8.171e-006
640	0.005011	-5.297e-006	8.082e-006

Quadro 13 - Valores de $dL/Lo \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 2 da porcelana Vitatitankeramik.

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
30	6.66e-005	1.537e-005	6.66e-006
40	0.0001383	3.659e-006	6.747e-006
50	0.0002049	9.514e-006	6.719e-006
60	0.0002869	8.05e-006	7.084e-006
70	0.0003432	1.537e-005	6.865e-006
80	0.0004303	2.049e-005	7.172e-006
90	0.000502	5.123e-006	7.172e-006
100	0.0005789	5.123e-006	7.236e-006
110	0.0006506	7.684e-006	7.229e-006
120	0.0007275	7.684e-006	7.275e-006
130	0.0007992	1.537e-005	7.265e-006
140	0.0008811	2.927e-006	7.312e-006
150	0.0009529	7.684e-006	7.33e-006
160	0.001045	1.098e-005	7.438e-006
170	0.001112	9.514e-006	7.387e-006
180	0.001189	1.025e-005	7.428e-006
190	0.00127	1.537e-005	7.473e-006
200	0.001352	1.537e-005	7.514e-006
210	0.00144	5.855e-006	7.577e-006
220	0.001522	7.318e-006	7.589e-006
230	0.001593	2.196e-006	7.587e-006
240	0.001675	9.514e-006	7.597e-006
250	0.001762	5.123e-006	7.662e-006
260	0.001865	2.049e-005	7.77e-006
270	0.001952	7.684e-006	7.792e-006
280	0.002029	5.855e-006	7.788e-006
290	0.002116	6.587e-006	7.822e-006
300	0.002198	6.587e-006	7.849e-006
310	0.002285	7.684e-006	7.879e-006
320	0.002367	1.025e-005	7.889e-006
330	0.002459	7.319e-006	7.92e-006
340	0.002541	5.911e-006	7.941e-006
350	0.002623	6.587e-006	7.936e-006
360	0.00271	1.025e-005	7.959e-006
370	0.002792	5.932e-006	7.954e-006
380	0.002874	7.684e-006	7.972e-006
390	0.002966	4.314e-006	7.995e-006
400	0.003038	1.391e-005	7.994e-006
410	0.00313	1.025e-005	8.016e-006
420	0.003212	1.025e-005	8.02e-006
430	0.003289	6.587e-006	8.022e-006
440	0.003376	5.855e-006	8.038e-006

Quadro 13 - Valores de $dL/Lo \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 2 da porcelana Vitatitankeramik.

Continuação

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
450	0.003458	7.319e-006	8.042e-006
460	0.003535	9.514e-006	8.034e-006
470	0.003617	5.123e-006	8.028e-006
480	0.003694	6.587e-006	8.021e-006
490	0.003765	6.587e-006	8.003e-006
500	0.003832	3.659e-006	7.983e-006
510	0.003893	1.025e-005	7.946e-006
520	0.00395	0	7.9e-006
530	0.004001	2.562e-006	7.845e-006
540	0.004047	-2.562e-006	7.783e-006
550	0.004088	5.123e-006	7.713e-006
560	0.004129	1.391e-005	7.646e-006
570	0.00418	3.659e-006	7.601e-006
580	0.004242	6.587e-006	7.575e-006
590	0.004329	9.514e-006	7.588e-006
600	0.004442	7.319e-006	7.651e-006
610	0.00457	1.025e-005	7.739e-006
620	0.004708	1.025e-005	7.847e-006
630	0.00479	5.123e-006	7.852e-006
640	0.004754	-1.317e-005	7.662e-006

Quadro 14 - Valores de dL/Lo x T obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 1 da porcelana Triceram.

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
20	-3.772e-005	4.254e-006	1.#IO
30	3.772e-005	5.388e-006	3.772e-006
40	0.0001078	6.927e-006	5.388e-006
50	0.000194	4.618e-006	6.36e-006
60	0.0002586	3.079e-006	6.386e-006
70	0.0003341	6.927e-006	6.615e-006
80	0.0004149	8.082e-006	6.857e-006
90	0.0004849	0	6.927e-006
100	0.0005657	1.078e-005	7.072e-006
110	0.0006412	0	7.124e-006
120	0.000722	5.388e-006	7.22e-006
130	0.0007974	1.078e-005	7.216e-006
140	0.0008782	6.927e-006	7.319e-006
150	0.0009483	1.616e-005	7.294e-006
160	0.001034	6.927e-006	7.389e-006
170	0.00111	0	7.399e-006
180	0.001202	2.694e-006	7.486e-006
190	0.001277	1.078e-005	7.511e-006
200	0.001363	1.155e-005	7.573e-006
210	0.001444	5.388e-006	7.6e-006
220	0.00153	1.001e-005	7.651e-006
230	0.001606	6.158e-006	7.646e-006
240	0.001692	4.618e-006	7.69e-006
250	0.001789	3.849e-006	7.777e-006
260	0.00188	1.347e-005	7.819e-006
270	0.001972	1.078e-005	7.888e-006
280	0.002064	5.388e-006	7.937e-006
290	0.002155	-5.388e-006	7.982e-006
300	0.002247	8.082e-006	8.01e-006
310	0.002333	5.388e-006	8.045e-006
320	0.002425	8.082e-006	8.082e-006
330	0.002516	0	8.117e-006
340	0.002608	8.467e-006	8.149e-006
350	0.002689	3.849e-006	8.147e-006
360	0.002775	6.158e-006	8.161e-006
370	0.002866	7.697e-006	8.19e-006
380	0.002953	6.158e-006	8.202e-006
390	0.00305	1.001e-005	8.242e-006
400	0.003141	1.078e-005	8.266e-006
410	0.003222	1.001e-005	8.261e-006
420	0.003314	5.388e-006	8.284e-006
430	0.0034	0	8.292e-006

Quadro 14 - Valores de dL/Lo x T obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 1 da porcelana Triceram.

Continuação

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
440	0.003491	4.145e-006	8.313e-006
450	0.003567	6.927e-006	8.295e-006
460	0.003648	3.079e-006	8.29e-006
470	0.003728	1.616e-005	8.285e-006
480	0.003809	0	8.281e-006
490	0.003874	5.388e-006	8.242e-006
500	0.003933	2.269e-006	8.194e-006
510	0.003987	3.849e-006	8.137e-006
520	0.004041	6.927e-006	8.082e-006
530	0.004084	5.388e-006	8.008e-006
540	0.004122	5.388e-006	7.926e-006
550	0.00417	2.694e-006	7.868e-006
560	0.004219	3.849e-006	7.813e-006
570	0.004278	6.158e-006	7.778e-006
580	0.004391	1.078e-005	7.841e-006
590	0.004531	1.347e-005	7.943e-006
600	0.004671	1.078e-005	8.054e-006
610	0.004747	0	8.045e-006

Quadro 15 - Valores de dL/Lo x T obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 2 da porcelana Triceram.

T(°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
30	-2.626e-005	5.252e-006	-2.626e-006
40	3.151e-005	5.252e-006	1.576e-006
50	0.0001208	0	4.027e-006
60	0.0001943	3.752e-006	4.858e-006
70	0.0002679	5.252e-006	5.357e-006
80	0.0003466	1.05e-005	5.777e-006
90	0.0004254	5.252e-006	6.077e-006
100	0.0005042	5.252e-006	6.303e-006
110	0.000583	1.576e-005	6.478e-006
120	0.0006618	1.576e-005	6.618e-006
130	0.00073	3.001e-006	6.637e-006
140	0.0008141	6.753e-006	6.784e-006
150	0.0008876	2.101e-005	6.828e-006
160	0.0009559	4.502e-006	6.828e-006
170	0.00105	1.05e-005	7.003e-006
180	0.001129	6.753e-006	7.058e-006
190	0.001208	9.754e-006	7.085e-006
200	0.001297	1.05e-005	7.207e-006
210	0.001376	5.252e-006	7.242e-006
220	0.00146	6.753e-006	7.3e-006
230	0.001539	5.252e-006	7.328e-006
240	0.001633	6.002e-006	7.425e-006
250	0.001712	5.252e-006	7.444e-006
260	0.001807	7.878e-006	7.512e-006
270	0.001891	2.101e-005	7.563e-006
280	0.00198	1.05e-005	7.616e-006
290	0.002064	1.576e-005	7.645e-006
300	0.002153	5.252e-006	7.677e-006
310	0.002243	6.753e-006	7.733e-006
320	0.002321	1.426e-005	7.738e-006
330	0.002411	1.05e-005	7.776e-006
340	0.002505	1.501e-005	7.829e-006
350	0.002595	9.754e-006	7.862e-006
360	0.002679	1.05e-005	7.878e-006
370	0.002768	9.754e-006	7.908e-006
380	0.002852	1.05e-005	7.922e-006
390	0.002936	9.754e-006	7.935e-006
400	0.00302	7.503e-006	7.947e-006
410	0.003104	1.05e-005	7.959e-006
420	0.003188	1.05e-005	7.97e-006
430	0.003272	1.125e-005	7.981e-006
440	0.003361	7.676e-006	8.003e-006

Quadro 15 - Valores de dL/Lo x T obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 2 da porcelana Triceram.

Continuação

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
450	0.003445	3.751e-006	8.013e-006
460	0.003524	3.001e-006	8.009e-006
470	0.003598	1.576e-005	7.995e-006
480	0.003666	5.252e-006	7.969e-006
490	0.003729	0	7.934e-006
500	0.003797	9.754e-006	7.911e-006
510	0.003845	1.125e-005	7.846e-006
520	0.003897	-3.751e-006	7.794e-006
530	0.003944	2.626e-006	7.734e-006
540	0.003986	2.626e-006	7.666e-006
550	0.004023	7.878e-006	7.591e-006
560	0.004065	0	7.528e-006
570	0.004139	6.003e-006	7.525e-006
580	0.004249	1.726e-005	7.587e-006
590	0.004391	2.101e-005	7.703e-006
600	0.004512	5.252e-006	7.779e-006
610	0.004512	-1.576e-005	7.647e-006
620	0.004233	-6.828e-005	7.055e-006
630	0.003382	-0.0001523	5.545e-006
640	0.001759	-0.0002836	2.838e-006

Quadro 16 - Valores de $dL/Lo \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 1 da porcelana Noritake TI22.

T(°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
20	-1.087e-005	8.152e-006	1.#IO
30	5.435e-005	3.882e-006	5.435e-006
40	0.0001141	5.435e-006	5.707e-006
50	0.0002011	5.435e-006	6.703e-006
60	0.0002609	0	6.522e-006
70	0.0003424	1.087e-005	6.78e-006
80	0.000413	1.087e-005	6.884e-006
90	0.0004783	1.087e-005	6.832e-006
100	0.0005598	0	6.997e-006
110	0.0006359	1.398e-005	7.065e-006
120	0.0007065	0	7.065e-006
130	0.0007826	1.087e-005	7.115e-006
140	0.0008533	6.211e-006	7.081e-006
150	0.0009293	5.435e-006	7.149e-006
160	0.001	0	7.117e-006
170	0.001087	6.988e-006	7.222e-006
180	0.001163	6.988e-006	7.269e-006
190	0.001245	7.764e-006	7.321e-006
200	0.001326	1.087e-005	7.367e-006
210	0.001408	2.174e-005	7.408e-006
220	0.001489	6.988e-006	7.446e-006
230	0.001576	1.087e-005	7.505e-006
240	0.001658	1.165e-005	7.517e-006
250	0.001739	1.087e-005	7.561e-006
260	0.001815	1.32e-005	7.563e-006
270	0.001913	1.087e-005	7.637e-006
280	0.001989	9.317e-006	7.636e-006
290	0.002082	1.009e-005	7.695e-006
300	0.002168	1.165e-005	7.745e-006
310	0.00225	6.988e-006	7.759e-006
320	0.002337	6.988e-006	7.79e-006
330	0.002424	1.087e-005	7.806e-006
340	0.0025	0	7.812e-006
350	0.002587	1.63e-005	7.839e-006
360	0.002674	5.853e-006	7.853e-006
370	0.002755	1.087e-005	7.873e-006
380	0.002837	5.853e-006	7.87e-006
390	0.002908	6.988e-006	7.848e-006
400	0.002984	5.435e-006	7.852e-006
410	0.003054	5.017e-006	7.822e-006
420	0.003125	3.882e-006	7.803e-006
430	0.003185	8.152e-006	7.768e-006

Quadro 16 - Valores de $dL/Lo \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 1 da porcelana Noritake TI22.

Continuação

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
440	0.003239	8.152e-006	7.712e-006
450	0.003304	6.579e-006	7.676e-006
460	0.003348	5.435e-006	7.609e-006
470	0.003402	7.764e-007	7.552e-006
480	0.003451	1.165e-005	7.494e-006
490	0.003495	1.087e-005	7.435e-006
500	0.003549	3.882e-006	7.394e-006
510	0.003609	1.553e-005	7.365e-006
520	0.003723	9.317e-006	7.446e-006
530	0.003832	1.087e-005	7.513e-006
540	0.003924	8.152e-006	7.546e-006
550	0.00394	-2.717e-006	7.434e-006

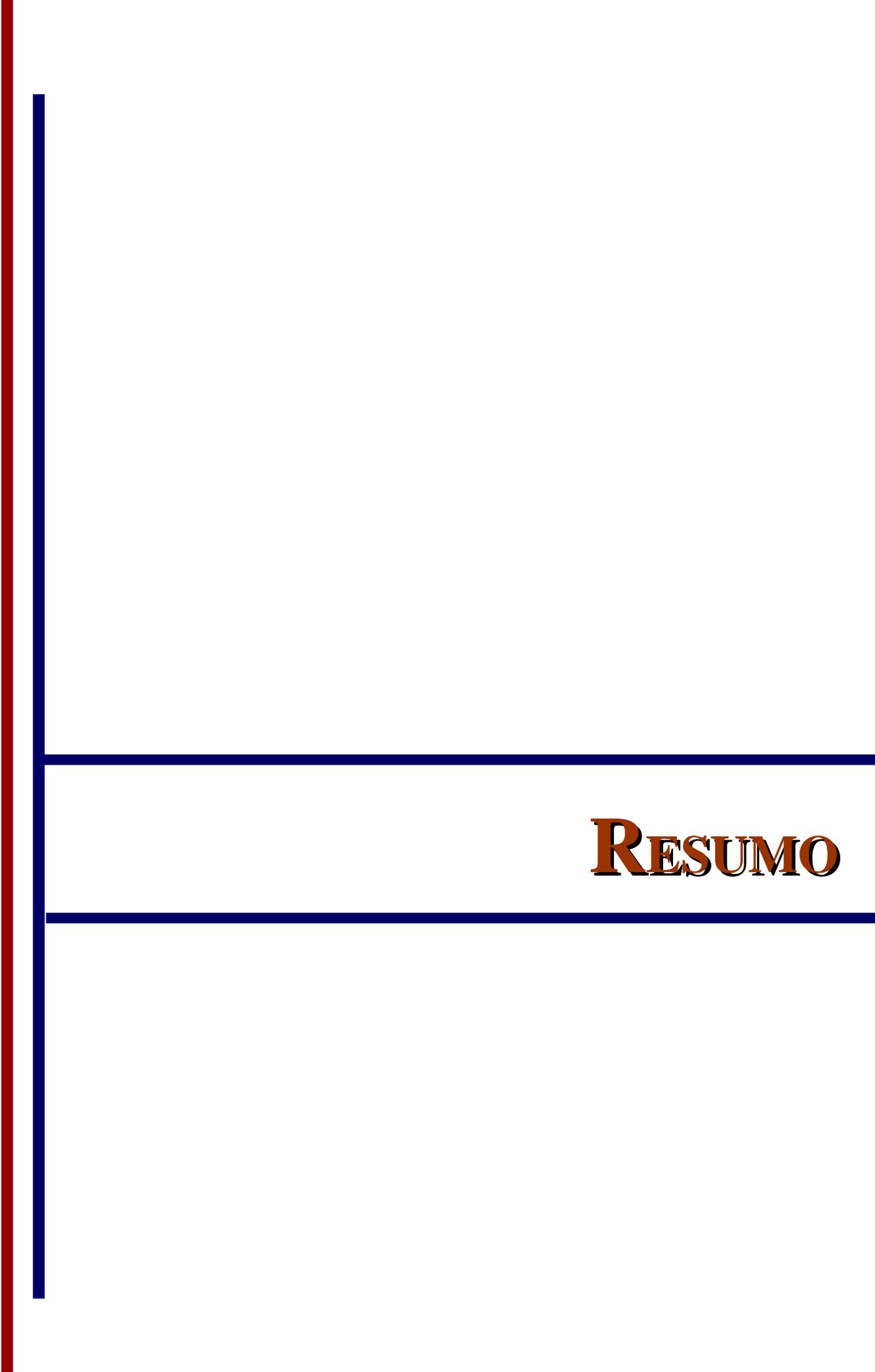
Quadro 17 - Valores de dL/Lo x T obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 2 da porcelana Noritake TI22.

T(°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
30	6.886e-005	6.053e-006	6.886e-006
40	0.0001377	5.297e-006	6.886e-006
50	0.0002172	4.54e-006	7.12e-006
60	0.0002807	0	7.018e-006
70	0.0003602	7.945e-006	7.132e-006
80	0.0004184	5.297e-006	6.974e-006
90	0.0004979	5.297e-006	7.113e-006
100	0.0005826	5.297e-006	7.283e-006
110	0.0006621	4.54e-006	7.356e-006
120	0.0007468	5.297e-006	7.468e-006
130	0.0008051	1.059e-005	7.319e-006
140	0.0008792	7.567e-006	7.297e-006
150	0.0009534	1.059e-005	7.334e-006
160	0.001028	5.297e-006	7.313e-006
170	0.001112	3.783e-006	7.391e-006
180	0.001181	1.059e-005	7.382e-006
190	0.001266	1.589e-005	7.446e-006
200	0.00134	1.059e-005	7.445e-006
210	0.001425	1.589e-005	7.499e-006
220	0.00151	1.059e-005	7.548e-006
230	0.001584	2.119e-005	7.541e-006
240	0.001674	1.059e-005	7.591e-006
250	0.001753	1.059e-005	7.623e-006
260	0.001849	5.297e-006	7.702e-006
270	0.001939	3.783e-006	7.739e-006
280	0.002023	1.059e-005	7.782e-006
290	0.002103	5.296e-006	7.788e-006
300	0.002193	1.059e-005	7.831e-006
310	0.002278	9.837e-006	7.854e-006
320	0.002368	1.059e-005	7.892e-006
330	0.002452	5.297e-006	7.911e-006
340	0.002542	9.837e-006	7.945e-006
350	0.002622	1.059e-005	7.945e-006
360	0.002707	1.589e-005	7.96e-006
370	0.002791	1.589e-005	7.975e-006
380	0.002871	5.297e-006	7.974e-006
390	0.00295	1.059e-005	7.974e-006
400	0.00304	9.08e-006	8.001e-006
410	0.003104	2.119e-005	7.958e-006
420	0.003183	1.059e-005	7.958e-006
430	0.003252	1.362e-005	7.932e-006
440	0.003321	1.059e-005	7.907e-006

Quadro 17 - Valores de $dL/Lo \times T$ obtidos durante os ensaios de Dilatometria da Amostra 2 da porcelana Noritake TI22.

Continuação

T (°C)	dL/LO	True Alpha	Average Alpha
450	0.003395	1.059e-005	7.896e-006
460	0.003448	1.059e-005	7.837e-006
470	0.003506	5.297e-006	7.792e-006
480	0.00357	5.297e-006	7.761e-006
490	0.003628	-5.297e-006	7.72e-006
500	0.003708	5.296e-006	7.724e-006
510	0.003798	1.059e-005	7.75e-006
520	0.003919	1.059e-005	7.839e-006
530	0.004062	7.945e-006	7.966e-006
540	0.004206	1.059e-005	8.088e-006
550	0.004258	0	8.035e-006



RESUMO

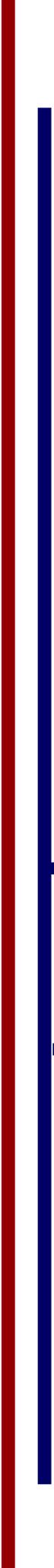
CONTI, E.C.G. *Estudo das interfaces titânio/porcelanas, com três porcelanas de ultra baixa fusão, empregando-se microscopia eletrônica de varredura e dilatometria*. Araraquara, 2002. 147p. Dissertação (Mestrado em Dentística Restauradora) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi caracterizar química e metalograficamente o Ti.c.p. antes e após a fundição por Plasma-Skull, e estudar as interfaces entre esse metal e as porcelanas Vitatitankeramik, Triceram e Noritake TI22, empregando-se M.E.V., EDS, Mapeamento Elementar e Dilatometria. Trinta e cinco placas nas dimensões de 25mm x 3mm x 1mm foram fundidas pela máquina nacional Discovery – Plasma, EDG Equipamentos, sendo 5 amostras empregadas para a análise química e metalográfica e as 30 restantes, utilizadas para aplicação das porcelanas, sendo divididas em 3 grupos de 10 placas cada. O tratamento da superfície do metal, bem como a aplicação e as cocções das porcelanas foram realizadas segundo as recomendações de cada fabricante. Posteriormente, as amostras tiveram uma de suas faces laterais lixadas, até a exposição da interface e preparadas para análise por M.E.V. Para os ensaios de Dilatometria, 2 amostras de Ti c.p. e 2 para cada sistema de porcelanas foram confeccionadas na forma de cilindro com 12 mm de comprimento x 2 mm de diâmetro, e em cada amostra foi soldado um termopar de cromel-alumel, para medida de temperatura dos ensaios. As curvas de expansão térmica do Ti c.p. e das três porcelanas, foram levantadas para estudar a compatibilidade entre os conjuntos metalocerâmicos. Os resultados da análise química e das imagens obtidas por Microscopia Óptica, demonstram que o Ti c.p. após a fundição apresenta condições físico-químicas adequadas para receber a aplicação da porcelana. Dos resultados de M.E.V., observa-se que todos os sistemas apresentaram integridade nas interfaces Ti/Bonder, livre de fendas ou poros, com um bom contato entre a porcelana e o metal, confirmado pelas imagens

do Mapeamento Elementar, sugerindo uma adequada interação entre esses materiais. Da análise das imagens do EDS foram encontrados os elementos Ti (titânio), Si (silício), K (potássio), Ca (cálcio), Al (alumínio) e O (oxigênio) em todas os grupos; sendo que o elemento Na (sódio) esteve presente apenas na interface do sistema Triceram. Comparando as curvas de expansão térmica do Ti c.p. e das porcelanas, pode-se concluir que os coeficientes de expansão térmica de ambos apresentaram compatibilidade, podendo ser utilizados em restaurações metalocerâmicas.

Palavras-chave: 1-Titânio; 2- Porcelana dentária; 3- Microscopia Eletrônica de Varredura; 4- Dilatometria



ABSTRACT

CONTI, E.C.G. *Study of the titanium/porcelain interfaces, with three ultra-low fusing porcelains, using scanning electron microscopy and dilatometry*. Araraquara, 2002. 147p. Dissertação (Mestrado em Dentística Restauradora) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista.

ABSTRACT

The aim of this work was to perform a chemical and metallographical characterization of the commercially pure titanium before and after melting by the Plasma-Skull method, and to study the interfaces between this metal and the porcelains Vitatitaneramik, Triceram e Noritake TI22, using SEM, EDS, elementary mapping and dilatometry. Thirty five samples with dimensions 25mm x 3mm x 1mm were melted in a national Discovery-Plasma, EDG Equipaments, five of which were used for chemical analysis and metallography and the remaining thirty, divided in three groups, were used for applications of the porcelains. The metal surface treatment, as well as the applications and firing of the porcelains, were performed according to the recommendations of each manufacturer. Subsequently, one of the lateral surfaces of the samples was polished until the interfaces was exposed and then was prepared for the SEM analysis. Two samples of commercially pure titanium and other two for each system of porcelains were cylindrically shaped with lengths of 12mm and 2mm of diameter, and in each sample Chromel-Alumel thermocouple was welded to measure the temperature of the tests. The thermal expansion curves of the commercially pure titanium and porcelains were measured to study the compatibility of the metal-ceramic systems. The chemical analysis and optical microscopy results show that the commercially pure titanium after the melting exhibits appropriate physical and chemical conditions for the application of the porcelain. The SEM results indicate that all the systems exhibits integrity of the Ti/bonder interface, free of gap and porous, with good contact between metal and porcelain, which was confirmed by the elementary mapping images, suggesting an adequate interaction

between these materials. From the analysis of the EDS images, Ti (titanium), Si (silicon), K (potassium), Ca (calcium), Al (aluminum) and O (oxygen) were found in all the groups; Na (sodium) was present in the Triceram system only. Comparing the commercially pure titanium and porcelain thermal expansion curves we can conclude that the both coefficients present compatibility, and can be used in metal/ceramic restorations.

Key-words: 1-Titanium; 2- Dental porcelain; 3- Scanning Electron Microscopy;
4- Dilatometry.