

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

*Anelise Rodolfo Ferreira Pieralini*

O efeito da técnica de inclusão para fundição de titânio CP na fluidez, rugosidade, camada de reação e desajuste marginal

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral, Área de Prótese, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista para obtenção de título de doutor em Prótese.

Orientador: Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

Co-orientador: Prof. Dr. Ricardo Faria Ribeiro

Araraquara

2009

Pieralini, Anelise Rodolfo Ferreira

O efeito da técnica de inclusão para fundição de titânio CP na fluidez, rugosidade, camada de reação e desajuste marginal / Anelise Rodolfo Ferreira Pieralini . – Araraquara: [s.n.], 2009.

125 f. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista,  
Faculdade de Odontologia

Orientador : Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

Co- orientador: Prof. Dr. Ricardo Faria Ribeiro

1. Titânio 2. Revestimento para fundição odontológica 3. Técnica de fundição odontológica I. Título

**ANELISE RODOLFO FERREIRA PIERALINI**

**O efeito da técnica de inclusão para fundição de titânio CP na fluidez, rugosidade, camada de reação e desajuste marginal**

COMISSÃO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR

Presidente e Orientador: Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

2º Examinador: Prof. Dr. Sicknan Soares da Rocha

3º Examinador: Prof. Dr.<sup>a</sup> Renata Cristina Silveira Ferracioli

4º Examinador: Prof. Dr. João Neudenir Arioli Filho

5º Examinador: Prof. Dr. Carlos Alberto dos Santos Cruz

Araraquara, 24 de junho de 2009

## **DADOS CURRICULARES**

*Anelise Rodolfo Ferreira Pieralini*

- NASCIMENTO: 31.10.1975  
Adamantina – SP
- FILIAÇÃO: Afonso Ferreira Marques  
Catarina Rodolfo Ferreira
- 1994/1998                      Curso de Graduação  
Universidade do Sagrado Coração – USC/ Bauru/SP
- 1998/2000                      Curso de Especialização - Hospital de Reabilitação de  
Anomalias Craniofaciais – USP/ Bauru
- 2002/2004                      Curso de Pós–Graduação em Reabilitação Oral (Área  
de Prótese), nível de Mestrado, na Faculdade de  
Odontologia de Araraquara – UNESP**
- 2005/2009                      Prof<sup>a</sup> Ms Titular das Disciplinas de Próteses Dentárias,  
das Faculdades Adamantinenses Integradas – FAI/  
Adamantina – SP**
- 2005/2009                      Curso de Pós–Graduação em Reabilitação Oral (Área  
de Prótese), nível de Doutorado, na Faculdade de  
Odontologia de Araraquara – UNESP**

## *Dedicatória*

*Especialmente a Deus por me conceder a permissão de viver com saúde, paz e esperança todos os dias da minha vida.*

*Aos meus pais, Afonso e Catarina, que por meio de orações e grande sabedoria me ensinaram os valores essenciais para a vida: caráter, honestidade, humildade e amor ao próximo.*

*Ao meu esposo Eduardo pelo companheirismo, e amor em meio a tribulações. “Estou feliz quando você está e sofro quando te vejo sofrer”.*

*Aos meus irmãos, Adelisa e Jean Paulo, pela compreensão, carinho e extrema doação de amor a mim dedicado.*

*São poucas linhas para expressar tudo o que vocês significam para mim, e agradeço a Deus todos os dias, por ter escolhido essa família para ser a minha!!!*

***Agradecimento especial***

***Ao Prof. Dr. Gelson Luis Adabo***

*“O mais difícil superamos!!! As dificuldades na realização do trabalho...”*

*O convívio com o Sr. Em todos esses anos me ensinou a admirá-lo. Tenho certeza que está na função adequada: educador, incentivador, e quando necessário repreende sem deixar cicatrizes. O senhor é um exemplo de professor e orientador que me espelha. MUITO OBRIGADA, por fazer parte desse período que deixa boas recordações! Que Deus lhe conceda muita sabedoria e paz!!*

## ***Agradecimentos***

- *Ao Prof. Dr. José Cláudio Martins Segala diretor da Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP, pela oportunidade;*
- *Ao Prof. Dr. Carlos Eduardo Vergani, coordenador do curso de Pós-Graduação em Reabilitação Oral – Área de Prótese, pela oportunidade.*
- *À Fundação de Amparo e Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP, por ter concedido auxílio para o projeto, processo nº 2005/03105-1;*
- *À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, por ter concedido auxílio financeiro por meio de bolsa de estudo.*
- *Ao Prof. Dr. Ricardo Faria Ribeiro, por co-orientar e disponibilizar seu tempo, a máquina e alguns funcionários, em especial, Ana Paula Macedo (técnica) do Laboratório de Solda a Laser e Corrosão do Departamento de Materiais Dentários e Prótese, da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – USP.*
- *Ao Prof. Dr. Celso Valentim Santilli, por tornar possível a realização das análises químicas dos materiais, realizados no Departamento de Físico-Química do Instituto de Química da UNESP.*
- *Ao Prof. Dr. Rodrigo Fernando Costa Marques, por realizar as análises químicas dos revestimentos no Departamento de Físico-Química do Instituto de Química da UNESP.*
- *À Profa. Dra. Gulnara Scaf, do Departamento de Diagnóstico e Cirurgia da Faculdade de Odontologia de Araraquara, pela prestimosa atenção em auxiliar nesse trabalho.*
- *Ao Ricardo José Giargio, técnico do Laboratório de Espectroscopia, por realizar as análises de Raios X nas amostras, no Departamento de Físico-Química do Instituto de Química da UNESP.*

- *À mestre e amiga **Fabiane Nogueira**, que foi parceira na pesquisa, eu só tenho a dizer: muito obrigada, por sua dedicação, seriedade e capricho, você me ensinou muito!!*
- *Às ex-alunas, atualmente colegas de profissão, **Nina Rosemwinkel e Camila Marrara Benjamim**, por participarem ativamente e colaborarem com a realização da elaboração desse trabalho. Meninas, muito obrigada, pela dedicação e desempenho!!!*
- *À todos os **Professores do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese**, da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, mestres que contribuíram para minha formação no Mestrado e Doutorado.*
- *Aos professores da disciplina de Materiais Dentários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese: **Carlos Cruz, Renata, Luis Geraldo**. Obrigada pelo incentivo e vivência profissional que transmitiram.*
- **A todos os amigos da Pós-graduação:** Andréa, Anne, Daniela, Roberta, João Gustavo, Luciano, José Maurício, Ewerton, Matheus, Mariana, Michael, Marcelo, Karina, Ana Carolina, Ana Paula, Sicknan, Raphael, Alexandre, Simone, Camila, Daniela Gonçalves, Daniela, Carolina **obrigada pela amizade.**
- **Carolina obrigada pelo auxílio moradia, não há dinheiro que pague seu carinho, amizade e acolhimento, além de longas conversas, que me ensinaram muito.**
- *À **Andréa: Amiga, ombro de todas as horas. Te considero muito!!***
- *À todos os funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, principalmente: **D. Adelaide, Marta, Adelaide, Lúcia, Sílvia, Ângela, Malú, D. Inês , Dulce e Conceição** pela atenção, desprendimento e amizade.*
- *Aos Funcionários da Secção de Pós – graduação: **Mara, Rosângela, José Alexandre e Flávia**, vocês são um grande exemplo de trabalho em equipe: prestativos e solícitos às nossas necessidades; **Mara** você é insuperável!!*
- *Aos funcionários da Biblioteca do Campus de Araraquara: **Maria Helena, Ceres, Marley, Eliane Cristina, Maria Aparecida, D. Odete, Adriano,***



*Eliane, Sílvia e Maria Inês pelo auxílio na finalização desse trabalho, vocês sempre foram muito atenciosos, educados e prestativos.*

- *Ao Sr. Nelson e Maria Elisa, sempre solícitos a ajudar no que for preciso, muito obrigada pelo carinho e dedicação, tenho muito carinho e respeito por vocês. Muito Obrigada!!*
- *Aos meus cunhados: José Carlos (Nê), Márcio, Michele e Raquel, obrigada pela atenção e prestatividade sempre!! À Ana Beatriz, João Henrique e Livia pela alegria de viver!!*

*Há nove anos fui aceita como aluna especial da Pós-Graduação do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, e desde então, fico grata à todos que direta ou indiretamente colaboraram e facilitaram meu período de convivência, aprendizado e concretização desse trabalho, muito obrigada!!*

*Agradeço à família da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, pela receptividade atenciosa e calorosa!!*

*Epigrafe*

*“É graça divina começar bem, graça maior persistir  
na caminhada certa, mas graça das graças é não  
desistir nunca”.*

*Dom Hélder Câmara*

## *Sumário*

Resumo.....	11
Abstract.....	13
1 INTRODUÇÃO.....	15
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	19
3 PROPOSIÇÃO.....	65
4 MATERIAL E MÉTODO.....	66
4.1 Material.....	66
4.2 Método.....	67
4.3 Análise Estatística.....	81
5 RESULTADO.....	82
6 DISCUSSÃO.....	91
7 CONCLUSÃO.....	106
8 REFERÊNCIAS.....	108

Pieralini A R F. O efeito da técnica de inclusão para fundição de titânio CP na fluidez, rugosidade, camada de reação e desajuste marginal.[Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2009.

### ***Resumo***

Esse estudo avaliou o efeito da técnica de inclusão de revestimentos fosfatados na fluidez, rugosidade de superfície, camada de reação ( $\alpha$ -case) e adaptação marginal de copings fundidos em Ti cp. Os padrões foram incluídos de forma convencional ou pela técnica de inclusão experimental, na qual os padrões foram cobertos com Rematitan Ultra – RU previamente à inclusão. Os revestimentos fosfatados estudados foram: Rematitan Plus (RP), Rema Exakt (RE), Castorit Super C (CA) e o revestimento à base de espinélio Rematitan Ultra (RU) foi o grupo controle. Sete grupos experimentais foram constituídos: G1: RU (controle); G2: RP; G3: RP e RU; G4: RE; G5: RE e RU; G6: CA; G7: CA e RU. Para fluidez foram feitos corpos-de-prova quadrados (15 mm X 15 mm X 0.3 mm) e a área (mm<sup>2</sup>) foi medida por um sistema analisador de imagens (n=8). Para a rugosidade de superfície as medidas (Ra) foram feitas em rugosímetro Mitutoyo (Mitutoyo SJ 400, Kanagawa, Japan) em corpos-de-prova quadrados (12 mm x 12 mm x 2 mm) n =8. A camada de reação foi analisada por dureza Vickers, micro-análise por energia dispersiva (EDX), microscopia óptica e a composição dos revestimentos. Para dureza Vickers as medidas foram feitas em corpos-de-prova cilíndricos (obtidos a partir dos sprues fundidos nos copos-de-prova para o teste de fluidez) em profundidades de 25, 50, 100, 150, 200 e 300 $\mu$ m da superfície para o centro, em durômetro Micromet 2100 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) n= 8. Para a micro-análise por energia dispersiva (EDX) um equipamento EDX LINK ANALYTICAL, modelo QX 2000, com microscópio eletrônico LEO (Zeiss - Germany) e detector OXFORD (Oxford Instrumentos de nano-análises Halifax Alta Rotação WycombeBucks-HP12 3SE, UK) foram feitas em três áreas da camada de reação (25  $\mu$ m, 75 $\mu$ m e 150  $\mu$ m). Para a microscopia óptica, as amostras foram polidas e limpas com solução ácida de Kroll por 20 segundos e

observadas em Microscópio Óptico Quimis (200 X) por meio de analisador de imagens Leika Qwin. Para analisar a composição dos revestimentos, corpos-de-prova com 20 mm em diâmetro e 2 mm de espessura foram confeccionados nos quatro revestimentos RP, RE, CA e RU, a seguir foram submetidos à análise por difração de raios-X (XRD) usando difratômetro SIEMENS D5000, a análise quantitativa das fases foi obtida pelo refinamento de Rietveld. Para adaptação marginal dos copings, um implante (5.0 mm) com pilar cônico foi usado. Setenta cilindros plásticos foram encerados, incluídos e fundidos de acordo com os grupos, as fendas entre o pilar do implante e o coping foram medidos em 6 interfaces com projetor de Perfil ( $\mu\text{m}$ ). Os resultados mostraram que a técnica experimental melhorou a fluidez com revestimento fosfatado. A rugosidade de superfície foi melhorada pela técnica experimental, exceto o CA que exibiu valores similares em ambas as técnicas de inclusão. A menor dureza foi no G3 (183.68 VHN) e a maior no G6 (298.02 VHN). O grupo G1 (262.51 VHN) foi diferente de G3, G6 e G7 (228.21 VHN) ( $P<0.001$ ), G4 (284.99 VHN) ( $P=0.012$ ), e G5 ( $P=0.001$ ). A profundidade de 25  $\mu\text{m}$  mostrou a maior dureza Vickers e houve estabilidade dos valores de dureza a partir de 100  $\mu\text{m}$  e diferença significativa entre os outros grupos ( $P<0.001$ ). Os materiais RP, RE e CA propiciaram contaminação de Si, P e O; o RU apresentou maior conteúdo de MgO e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  que formam espinélio. As imagens mostraram menor camada de reação em G3. A adaptação marginal mostrou que não houve diferença estatística entre os grupos de revestimento fosfatado e o grupo controle, exceto o grupo G2 ( $P<0.001$ ). A técnica de inclusão experimental pode melhorar as propriedades físicas e mecânicas das fundições de Titânio cp obtidas por meio de revestimentos fosfatados.

***Palavras Chave:***

Titânio; revestimento para fundição odontológica; fundição odontológica.

Pieralini A R F. The effect of investing technique in titanium CP on the castability, surface roughness, reaction layer and marginal misfit. [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2009.

### *Abstract*

This study evaluated the effect investing technique with phosphate-bonded investment on the castability, surface of roughness, reaction layer ( $\alpha$ -case) and marginal coping fit of CP titanium. For all analysis the specimen were coated with Rematitan Ultra - RU (experimental technique), previously to the inclusion (conventional technique) and invested into the phosphate-bonded investments: Rematitan Plus (RP), Rema Exakt (RE), Castorit Super C (CA). The seven groups studied were: G1: RU (control), G2: RP; G3: RP and RU; G4: RE; G5: RE and RU; G6: CA; G7: CA and RU. For castability, square patterns (15 mm X 15 mm X 0.3 mm) were made. The castability area ( $\text{mm}^2$ ) was measured by an image analysis system (n=8). The surface roughness was measured (Ra) with a rugosimeter Mitutoyo (Mitutoyo SJ 400, Kanagawa, Japan) in square resin patterns (12 mm x 12 mm x 2 mm) n =8. The reaction layer was analyzed by Vicker's hardness, Energy Dispersive X-ray microanalysis (EDX), optical microscopy and the investments composition were studied by X ray diffraction (XRD). The Vicker's hardness measurements were made sprue of castability test in cross – section at depths of 25, 50, 100, 150, 200 and 300 $\mu\text{m}$  from the surface to the interior, using a durometer Micromet 2100 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) n= 8. For Energy Dispersive X-ray microanalysis (EDX) was used an equipment EDX Link Analytical, model QX 2000, with Microscopy Electronic LEO (Zeiss - Germany) with detector Oxford (Oxford Instruments-Nano Analysis Halifax Road High WycombeBucks-HP12 3SE, UK) in three areas of reaction layer (25  $\mu\text{m}$ , 75 $\mu\text{m}$  e 150  $\mu\text{m}$ ). For the optical microscopy the samples were polished, cleaned and acid etched with the Kroll solution for 20 seconds and observed in an optical microscope Quimis (200 X) attached to an image analyzer Leika Qwin. For the study of the investments composition, samples with 20 mm

in diameter and 2 mm thickness used in the four investments (RP, RE, CA and RU) that were characterized by X ray diffraction (XRD) using a SIEMENS D5000 diffractometer. The quantitative analysis of the phases presented on samples were obtained by Rietveld refinements. For the marginal coping fit, a dental implant (5.0 mm) with a conical abutment external hexagon was used. Seventy burn-out plastic copings with internal hexagon were waxed, invested and casting in accordance with the groups. The gaps between the abutment and the coping were measured in 6 interface areas with a Profile Projector ( $\mu\text{m}$ ). The results of castability showed that experimental technique improved the castability with phosphate-bonded investment. The surface of roughness was better in experimental technique, except the CA, that showed similar values in both techniques. The lowest hardness was obtained in the G3 (183.68 VHN) and the highest was in the G6 (298.02 VHN). G1 (262.51 VHN) was different from G 3, G6 and G7(228.21 VHN) ( $P<0.001$ ), G 4 (284.99 VHN) ( $P=0.012$ ), and G 5 (236.30 VHN) ( $P=0.001$ ). The depth of 25  $\mu\text{m}$  had the highest hardness meaning and showed significant difference among the other groups ( $P<0.001$ ) and had stability among values of Vickers Hard from 100  $\mu\text{m}$ . The casts made into the investments RP, RE and CA had high Si, P and O content and RU had high content of MgO,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (spinel). The optical microscopy images showed smaller reaction layer in the G3 and great reactivity in the G2, G4 and G6. For marginal fit it didn't have differences among the groups, except for G2 ( $P<0.001$ ), , the experimental technique might improve physical and mechanical properties.

***Key words***

Titanium; dental casting investment; dental casting.

## ***1 Introdução***

Descoberto em 1795 pelo químico alemão Klaproth, o titânio é utilizado em larga escala na indústria aeroespacial, por possibilitar a construção de estruturas menos densas e resistentes. Devido à sua excelente biocompatibilidade tem sido amplamente utilizado como biomaterial para implantes, tanto em ortopedia quanto em odontologia.

Além dessa, outras características favoráveis como: alta resistência à corrosão, alta relação resistência/massa, alta ductilidade, baixa condutividade térmica, bem como adequadas propriedades mecânicas<sup>28, 37, 53, 60</sup>, favorecem sua crescente aplicação para confecção de estruturas de próteses.

Entretanto, sua baixa densidade, associada ao elevado ponto de fusão (em torno de 1720°C), exige máquinas especiais de fundição incluindo arco elétrico/vácuo/pressão de argônio<sup>67,18</sup>

Apesar do atual estágio de desenvolvimento alcançado com os métodos de fundição disponíveis, alguns defeitos ainda são frequentes e, normalmente, estão relacionados com porosidade, fusibilidade, reatividade com elementos do revestimento e contaminação com o oxigênio<sup>10, 17, 37, 59</sup>.

A destacada reatividade química do titânio a elevadas temperaturas, principalmente com revestimentos à base de sílica, produz uma camada de reação na superfície da fundição, denominada  $\alpha$ -case, que é dura e frágil<sup>49, 64</sup> e com significativa influência sobre a adaptação das peças fundidas aos respectivos preparos<sup>2,3, 40</sup>.



Por estes motivos, os fabricantes têm oferecido revestimentos especiais para fundição de titânio, à base de MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub> e CaO<sup>21,22, 36</sup>. Entre esses revestimentos específicos alguns são compostos pela combinação de MgO e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e quando aquecido forma uma fase denominada espinélio responsável pela expansão do material. Porém, apesar de menos reativos com o titânio, apresentam custo elevado e baixa expansão térmica<sup>20, 21, 31, 53, 65</sup>. Para suplantar tais deficiências, alguns fabricantes produzem revestimentos fosfatados, à base de sílica, específicos para titânio, com modificações nas características de expansão, para que ocorra a compensação da contração de fundição do titânio em baixas temperaturas do molde (inferiores a 600°C)<sup>15, 46, 54</sup>.

Em trabalho prévio de Ferreira et al.<sup>14</sup> a expansão de presa e térmica de 3 revestimentos fosfatados: Rematitan Plus (Dentaurum, Ispringen, Germany), Rema Exakt (Dentaurum) e Castorit Super C (Dentaurum), foram analisadas empregando 3 diferentes concentrações de líquido especial. A expansão do Rematitan Plus– Dentaurum- (grupo controle) na temperatura recomendada pelo fabricante (430°C) foi 0.86%; Rema Exakt (Dentaurum) alcançou esta expansão em 236°C; e o Castorit Super C (Dentaurum) em 69°C. A curva de expansão térmica indicou que os revestimentos têm diferentes conteúdos de cristobalita e quartzo. No teste de desajuste marginal<sup>43</sup>, os revestimentos fosfatados alternativos propiciaram melhor adaptação marginal de coroas fundidas. Porém, teoricamente era esperado um ajuste ainda melhor, uma vez que a expansão teórica era suficiente. Neste contexto, levantou-se a hipótese de que a camada de

reação ocorrida pela combinação dos revestimentos fosfatados à base de sílica com o titânio interferiu no assentamento das peças.

Admite-se que a formação da  $\alpha$ -case é inerente ao processo de fundição odontológica e que sua espessura sofre influência de inúmeros fatores como: temperatura <sup>25</sup>, composição do molde <sup>4</sup>, método de purificação da câmara de fusão e diferença de pressão de fundição <sup>19</sup>.

Com a finalidade de controlar a formação desta camada de reação química, alguns autores têm preconizado o uso de materiais relativamente inertes sobre os padrões de cera, como barreira entre o metal fundido e o revestimento <sup>18</sup>, <sup>31</sup>, <sup>50</sup>. Esta solução já fora apresentada por Taira et al.<sup>52</sup> em 1989, quando estudaram fundições em ligas de titânio, onde aplicavam pasta de óxido de zircônio ou dióxido de titânio sobre o padrão de cera para reduzir a reatividade entre revestimento e metal. Em 1998 Wang et al.<sup>61</sup> estudaram as reações interfaciais entre titânio e revestimentos, pela aplicação de óxidos estáveis a elevadas temperaturas, por meio de microscopia eletrônica de varredura e EDS. Neste trabalho, o uso de pastas de óxido de zircônio ou óxido de ítrio sobre os padrões de cera propiciou menor contaminação superficial. Luo et al.<sup>31</sup> realizaram estudo do uso de pasta de zirconita ( $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ ) aplicada sobre o padrão de cera. Por meio de análises em microscopia eletrônica de varredura, EDS e ensaios de dureza mostraram que o uso da zirconita produziu peças mais lisas e de fácil limpeza. Papadopoulos et al.<sup>41</sup> realizaram estudo metalúrgico sobre a eficácia da cobertura do padrão de cera com uma pasta  $\text{ZrO}_2$  previamente à inclusão em

revestimento fosfatado, observando que foi possível obter peças de titânio fundidas, livres de contaminação superficial.

Além da alta reatividade do titânio com os refratários, a fluidez e a porosidade são fatores muito preocupantes, pois podem comprometer a obtenção e a funcionalidade da estrutura fundida<sup>5</sup>. A baixa temperatura do molde é interessante com relação à diminuição da camada de reação entre o titânio fundido e o revestimento, mas a grande diferença entre a temperatura do molde e do metal fundido, causa um rápido resfriamento e solidificação do metal, dificultando o escape de gases e o preenchimento do molde<sup>5, 10, 53, 65</sup>. Considerando a maior dificuldade na fundição do titânio em relação a outras ligas metálicas, refratários porosos com alta permeabilidade ao gás são recomendados por Hero et al.<sup>19</sup> e por Syverud, Hero<sup>50</sup>, para obter um completo preenchimento do molde.

Assim, o estudo de revestimentos alternativos deve, necessariamente, incluir a análise da camada de reação, bem como da capacidade de preenchimento do molde e integridade da peça fundida.

Os revestimentos fosfatados, apesar de serem de baixo custo, apresentam grande reatividade com o titânio aumentando a espessura da  $\alpha$ -case e dureza, conseqüentemente, interferindo em algumas propriedades do titânio<sup>41</sup>. Por outro lado, os revestimentos à base de espinélio, apesar do elevado custo, têm se mostrado menos reativos com esse metal<sup>36</sup>. Assim, os materiais à base de espinélio poderiam ser utilizados como material de cobertura prévia à inclusão em revestimentos fosfatados, entretanto seu uso para esta finalidade não foi identificado em estudos anteriores.

## ***2 Revisão da Literatura***

Ida et al.<sup>22</sup> em 1982 avaliaram o titânio CP ou ligas de titânio para fundições odontológicas e testou a máquina de fundição Castimatic, que consiste de uma câmara superior de fusão com pressão de argônio e uma inferior de fundição em vácuo, ambas conectadas por um orifício central. Foram avaliados o Ti CP, 4 ligas comerciais, um revestimento fosfatado (Washi-Vest) e um a base de magnésio (M-4). A resistência a compressão antes e após a queima dos revestimentos e a expansão térmica foram realizadas com corpos-de-prova cilíndricos. A resistência à tração e alongamento foram realizados em máquina universal de testes. A dureza Vickers foi medida da superfície para o centro dos corpos-de-prova. A rugosidade da fundição foi medida em Rugosímetro Surfcom. Houve três variações para inclusão dos corpos-de-prova: 1- cobertura com revestimento M-4 e inclusão com Washi-Vest, 2- Inclusão com M-4, 3- Inclusão com Washi-vest. Em seguida os anéis foram aquecidos e fundidos na máquina Castimatic. Os resultados mostraram que a resistência do revestimento a base de magnésia é maior do que do revestimento fosfatado, o aquecimento diminuiu a resistência do revestimento Washi-Vest e aumentou do revestimento M-4. A expansão térmica do M-4 foi linear e menor do que Washi-Vest, este apresentou dois picos de expansão nas temperaturas 300°C e 600°C, devido à presença de cristobalita e quartzo, porém a 800 °C a expansão foi semelhante entre os materiais. A resistência à tração do Ti CP não foi diferente para os tipos de revestimento, enquanto que os valores de alongamento as fundições com revestimento M-4 foram superiores aos valores com revestimento Washi-Vest. A combinação da cobertura com magnésio e inclusa com fosfatado obteve valores intermediários de alongamento. A fundição em altas temperaturas no revestimento fosfatado não foi possível devido à elevada reação química do revestimento com o titânio. A dureza Vickers foi menor com o revestimento a base de magnésio e maior nas ligas do que no Ti CP. A rugosidade foi menor nas fundições obtidas com revestimento M-4, e a superfície

apresentava-se mais limpa do o outro revestimento, e o aumento da temperatura o molde deixou as fundições negras.

Miyakawa et al.<sup>33</sup> em 1989 estudaram a estrutura das camadas superficiais do titânio fundido em revestimentos fosfatados a base de alumina e sílica, através da observação metalográfica da área de interface das fundições, usando uma sonda analisadora de elétron (EPMA). Três diferentes tamanhos de corpos-de-prova em cera foram preparados e incluídos em revestimento fosfatado a base de alumina e sílica misturado com água. Os revestimentos foram aquecidos a 800°C e posteriormente a 1200°C. Alguns dos moldes foram resfriados lentamente a 800°C e outros resfriados a temperatura ambiente. O titânio foi fundido usando máquina de fundição argônio/elétrico centrífuga. Adicionalmente, para obtenção de uma fundição livre de reação revestimento/fundição, um tubo de vidro de sílica foi incluído de acordo com a técnica convencional, o molde aquecido a 800°C e resfriado a temperatura ambiente, em seguida o metal foi fundido. Depois da secção transversal, as fundições foram embutidas em resina e as secções transversais abrasionadas com lixas de carvão de silício, polidas com pó de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, e atacadas com solução de HF5% - HNO<sub>3</sub>20%. A área de interface foi observada por análise metalográfica, e as medições da área de interface mapeadas através do uso do EPMA. Os resultados mostraram que a área de interface era composta de quatro camadas: a mais externa ou camada de sinterização composta principalmente de silício, fósforo, oxigênio, alumínio e magnésio, formada pela reação entre titânio fundido com o revestimento; segunda camada com alto conteúdo de O e Al (estabilizadores de  $\alpha$ -case); a terceira camada na qual, Si, P, O, e C, foram concentrados de maneira não homogênea; e a quarta camada que consistiu de cristais aciculares (em forma de agulha) ou em lâmina. Foi observado que quanto mais amplo o volume da fundição e mais alta a temperatura do revestimento, mais espessa se tornava cada camada e mais grossas as área aciculares.

A proposta de Taira et al.<sup>52</sup> em 1989 foi investigar a estrutura metalográfica, propriedades mecânicas e resistência à corrosão do Ti e de ligas de Ti15V, Ti20Cu e Ti30Pd. Hastes com 1/2 polegada de Ti puro e hastes com 1/4 de polegada de Ti6Al4V foram cortadas em secções com 10 mm de comprimento. Para minimizar a reação entre a superfície do revestimento e o titânio, uma camada protetora de 1 mm de espessura foi aplicada no padrão de cera antes da inclusão com revestimento fosfatado. Uma camada consistia de zirconita A (99% de óxido de zircônia monoclinica) e um aglutinante de acetato de zircônia (20% de óxido de zircônia diluído em solução de acetato com pH de 1,5). A outra camada era composta de dióxido de Ti de 99,7% de pureza e um aglutinante de mesmo gênero. Os padrões incluídos foram aquecidos em forno até 850°C, e a seguir fundidos na máquina Castimatic. Após a fundição, a camada de reação frágil foi removida durante o polimento, e a superfície polida e sem defeitos foi submetida à análise metalográfica quanto à pureza interna e a presença de camada de reação. A pureza interna foi assegurada pela escolha do revestimento e pelas camadas de proteção que foram pinceladas sobre o padrão de cera. Para a difração de raios X (XRD), foi utilizado o difratômetro APD 3720 para identificação de cada fase dessa superfície. O teste de resistência à tração, foi realizado na máquina universal de teste (Instron) com velocidade de 0,635 mm/min. A carga e o alongamento foram simultaneamente monitorados para determinar o módulo de elasticidade. A seguir os corpos-de-prova foram cortados ao meio e a secção exposta foi incluída em resina acrílica e polida para avaliação da dureza Vickers no microscópio metalúrgico M12. Para o teste de corrosão eletroquímica, a porção polida dos corpos-de-prova foi empregada, e, na superfície superior foi acoplado o ânodo e na superfície oposta o cátodo. Duas soluções salinas foram borrifadas sobre os corpos-de-prova para a realização do teste, uma com pH 3 e a outra com pH 7. Os resultados mostraram que as fotomicrografias e XRD das superfícies das fundições revelaram apenas fase alfa nas peças de Ti puro, no Ti6Al4V houve fase alfa e pouca fase beta, no Ti15V houve somente fase beta e no Ti20Cu e Ti30Pd apresentaram compostos intermetálicos (Fase alfa +Ti<sub>2</sub>Cu; e Ti<sub>2</sub>Pd +TiPd<sub>2</sub> + Ti<sub>2</sub>Pd<sub>3</sub> + fase alfa respectivamente). Não houve muita diferença no módulo de

elasticidade entre os materiais. O menor foi no Ti puro com 96 GPa e o maior foi na liga Ti6Al4V com 137 GPa. Quanto ao alongamento, foi maior no Ti puro com 7,9% e menor para Ti15V com 1,5%. O teste de dureza mostrou que a superfície externa do Ti e da liga de Ti aumentou e na superfície interna, diminuiu. Quanto à resistência à corrosão os resultados mostraram que as soluções salinas de pH 3 e pH 7 não interferiram e os materiais apresentaram forte tendência à passividade com ambas as soluções.

Takahashi et al.<sup>54</sup> em 1990 avaliaram propriedades físicas (expansão de presa, térmica, resistência à compressão e análise de difração de raios-x de revestimentos fosfatados (Rema Exackt, Ceramigold, Complete, Tai Vest, Full Vest), também grau de adaptação, fluidez e micro dureza Knoop's de fundições de titânio obtidas com esses refratários. Os revestimentos foram manipulados de acordo com as proporções recomendadas por cada fabricante e a expansão de presa foi medida depois de duas horas no anel de fundição. Para a expansão térmica os corpos-de-prova foram removidos do anel e os dados acompanhados durante um ciclo de aquecimento de até 900°C seguido de resfriamento a 200°C. A resistência à compressão foi feita com corpos-de-prova após aquecimento por 10 minutos em 900°C e resfriamento em 10 corpos-de-prova de 20 mm de diâmetro e 30 mm de altura para cada material. As medidas de difração de raios-x foram realizadas em um difratômetro (Rigaku-Japão) com grafite monocromotizado CuK $\alpha$  com radiação de 35 kV e 23 mA. O titânio puro foi fundido em máquina de pressão e fusão por arco agônico. Para a avaliação da fluidez empregaram-se corpos-de-prova em forma de tela quadrada. Foi feita a inclusão em anel de fundição, e levado ao forno para aquecimento em 900°C e resfriamento a 350°C. O grau de adaptação foi medido através de padrões de cera em forma de inlays MOD, e estes fundidos à temperatura de 350°C. Para comparação com titânio, ligas à base de Co-Cr e NiCr foram fundidas com Rema Exackt a 900°C de maneira semelhante ao titânio. Depois da obtenção das médias de adaptação, as coroas foram seccionadas longitudinalmente, embutidas em resina acrílica e polidas com lixa para a realização do teste de dureza Knoop's. Os corpos de prova passaram por

ataque químico com solução de ácido nítrico, fluorídrico e água. Os resultados mostraram que o Tai-Vest e Full Vest apresentaram menor e maior expansão de presa respectivamente, enquanto o Ceramigold e Full Vest a maior e menor expansão térmica. Quanto à resistência à compressão, Rema Exackt e Tai-Vest apresentaram os maiores valores e semelhantes entre si. A análise por difração de raios-X mostrou que os materiais eram compostos de quartzo, cristobalita,  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  e MgO. A fluidez com Rema Exackt foi menor que Complete Tai-Vest e Full-Vest. O grau de adaptação das fundições Ni-Cr e Co-Cr realizadas com Rema Exackt foi significativamente menor do que para o titânio puro. A dureza Knoop's das fundições de titânio com Ceramigold e Complete foram significativamente maiores do que com os outros revestimentos. A microestrutura nas superfícies das fundições sugeriu que o titânio reage com revestimentos e defeitos e fendas foram observadas nas fundições feitas com Ceramigold e Complete.

Em 1991, Blackman et al.<sup>7</sup> mediram alterações dimensionais em fundições odontológicas grandes usando o equipamento, materiais e técnica da companhia Ohara. 20 modelos em gesso foram duplicados e pontos de referência foram demarcados nas superfícies oclusais dos molares, pré-molares e incisivos centrais, as peças foram enceradas e fundidas em titânio CP. Em seguida foram jateadas com óxido e alumínio (25 $\mu\text{m}$ ). Uma estrutura foi eliminada por apresentar defeitos, as demais peças tiveram as distâncias (entre os pontos de referência marcados previamente) medidas nos planos vertical e horizontal em microscópio (50X). Pôde-se concluir que as fundições de PPR em titânio mostraram alterações dimensionais nos planos: vertical e horizontal, com máximo de contração de 2,6% (horizontal) e 1,8 de expansão (vertical).

Em 1993, Hero et al.<sup>19</sup> analisaram os efeitos da pressão de argônio, ventilação do molde e permeabilidade dos materiais de revestimento sobre o preenchimento de molde, porosidade e integridade das fundições em titânio. Para a fundição foi utilizada uma máquina com pressão de argônio e vácuo. Os corpos-de-prova



consistiam de 3 pânticos pré-fabricados de cera suspensos mesial e distalmente por pilares cilíndricos com uma margem afilada com ângulo de 30° , os corpos-de-prova consistiam de peças de 5 elementos. Os revestimentos utilizados, Bellavest T e Titavest CB, foram misturados e aquecidos de acordo com as recomendações de cada fabricante. Para a realização do experimento foram criados cinco grupos com três corpos-de-prova cada um. O grupo A apresentava abertura vertical para escape de gases em cada um dos cinco componentes do padrão da prótese e pressão de fundição de 50 Torr; o grupo B tinha as mesmas características do grupo A, porém com pressão de argônio de 400 Torr; o grupo C não apresentava abertura vertical no molde e pressão de 50 Torr. Todos os padrões foram cobertos com óxido de zircônio-acetato de zircônio e incluídos no Bellavest T. O grupo D apresentava abertura vertical em todos componentes e o grupo E não tinha abertura vertical foram incluídos no revestimento Titavest CB e tiveram pressão de argônio de 50 Torr. A qualidade de adaptação das fundições foi realizada por inspeção visual. A porosidade foi revelada por meio de radiografia odontológica. A densidade interna da fundição foi determinada com uso de pycnômetro onde a densidade é calculada pelo volume de água deslocada. A máquina Gf (Fisher) foi usada para medir a permeabilidade dos revestimentos, os corpos-de-prova de revestimento foram embutidos em resina epóxi, polidos e analisados no microscópio eletrônico de varredura (SEM, Philips). Os resultados mostraram que quando o sistema de ventilação é usado, todas as fundições feitas com Bellavest T foram completas, mas as feitas com pressão de argônio 400 Torr exibiram substancial porosidade e relativa baixa densidade encontrada para o grupo B. A medição da densidade e radiografias indicou que fundições mais eficientes foram produzidas sobre pressão de argônio de 50 Torr. Considerando que a falta de ventilação foi acompanhada por um aumento da densidade com fundições feitas com Bellavest T, o preenchimento de molde não foi completo. Independentemente da presença ou ausência de ventilação, o preenchimento de todos os moldes feitos com Titavest CB foi completo. Porosidade mínima e alta densidade foram principais características de moldes não ventilados. Na secção dos corpos-de-prova do grupo D não revelaram qualquer filme de  $TiO_2$  e

ocorrência apenas de fraca interação entre o titânio fundido e o revestimento Titavest CB. A análise em microscopia eletrônica mostrou que as partículas de Titavest CB pareciam ser mais porosas e consistiam principalmente de  $Al_2O_3$  e  $MgO$ , enquanto as partículas do Bellavest T se apresentavam menos porosas e consistiam de  $SiO_2$ .

Em 1993 Lautenschlager, Monaghan<sup>28</sup> realizaram uma revisão sobre o titânio e as ligas de titânio com finalidade odontológica. O titânio apresenta baixo peso molecular e densidade de aproximadamente  $4,5 \text{ g/cm}^3$  que é menor do que o ouro, liga de Co-Cr e do aço inoxidável ( $19,3$ ;  $8,5$ ;  $7,9 \text{ g/cm}^3$  respectivamente). O módulo de elasticidade da liga de Ti6Al4V é comparável ao do ouro e é metade do da liga de Co-Cr ou do aço inoxidável. A combinação de alta resistência e baixa densidade faz do titânio e suas ligas, materiais com alta relação resistência massa. As ligas de titânio à temperatura de  $883^\circ\text{C}$  sofrem uma transformação da fase  $\alpha$  (hexagonal) para a fase  $\beta$  (cúbica). Dentre as propriedades, uma das mais atrativas para a odontologia é a excelente biocompatibilidade do titânio, pois os estudos não têm relatado reação de hipersensibilidade aos tecidos moles e duros da boca, assim como nenhuma descoloração nas restaurações de Ti. A propriedade que contribuiu com a sua biocompatibilidade é que o titânio e suas ligas possuem alta resistência à corrosão. Quando o titânio é exposto na atmosfera, uma camada de óxidos começa a formar em nano segundos. Esses óxidos que são primariamente  $TiO_2$  se formam rapidamente por causa da alta reatividade do titânio ao calor, formando uma camada passiva, não apenas para produzir boa resistência à corrosão, mas permitir que fluidos fisiológicos e proteínas se depositem diretamente sobre ela. A colocação de implantes de titânio na cavidade bucal foi desenvolvida há vintes anos. Melhoras no formato do implante e nas técnicas de implantação tem resultado em aumento na proporção de sucesso para essa aplicação. A fundição do titânio foi iniciada por volta da década de 1970 e a tecnologia aplicada à odontologia tinha o foco voltado em máquinas que fossem capazes de produzir fundições pequenas e precisas, porém ainda é uma tecnologia de alto custo para laboratórios. Alguns estudos têm mostrado que fundições

odontológicas de titânio nessas máquinas são susceptíveis à contaminação superficial por oxigênio e possível interação com o revestimento causando aumento da dureza de superfície. Além disso, a baixa densidade do Ti cria dificuldades para fundição. Por isso, uma das maiores dificuldades na fundição do titânio e das ligas de titânio tem sido encontrar um revestimento apropriado e o melhor ciclo de aquecimento. O revestimento para fundição de Ti deve ter a capacidade de resistir inicialmente ao metal fundido em aproximadamente 1700°C sem reagir com a superfície fundida, e sem provocar sinterização. A cavidade do molde de revestimento deve expandir o suficiente para compensar a contração de fundição durante a transição de líquido para sólido encontrada no metal quando esse retorna à temperatura ambiente. O coeficiente de expansão térmica do titânio é relativamente baixo  $8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ , versus  $14 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  e  $12 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  que são da porcelana e do dente. Resultados razoáveis têm sido encontrados com várias combinações de quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), cristobalita ( $\text{SiO}_2$ ), e pó de MgO em revestimentos fosfatados. Outros estudos têm mostrado que colocar uma camada de MgO ou  $\text{ZrO}_2$  cobrindo o padrão de cera apresentou algum sucesso para prevenir o ataque da superfície, mas o revestimento ideal e a técnica ainda precisam ser encontrados.

Takahashi et al.<sup>53</sup> em 1993 avaliaram o efeito de diferentes composições de revestimento fosfatado na fusibilidade e dureza das fundições de titânio puro. Doze diferentes composições foram preparadas alterando as proporções dos seguintes componentes: pó de quartzo com partículas de 170  $\mu\text{m}$ , pó de quartzo com partículas de 9  $\mu\text{m}$ , pó de cristobalita com partículas de 11  $\mu\text{m}$ , fosfato de amônia monobásico e óxido de magnésia, misturados com solução de sílica coloidal a 20%. No grupo A1 foi utilizado apenas quartzo e no grupo A2 apenas cristobalita, como refratário, mantendo-se nesses dois materiais 20% de aglutinante (fosfato de amônia e magnésia), com o objetivo de verificar a influência do tipo de sílica. Nos demais grupos foram fixados a quantidade de cristobalita em 40% e variou-se a concentração de quartzo (40 a 50%), assim com

diferentes proporções de aglutinante, complementando 10 a 20% restantes. Um padrão de cera de 15 mm x 15 mm x 15 mm conectados a um canal de alimentação de 2,5 mm de diâmetro foi incluído no anel com um forro de 1 mm de espessura com as diferentes composições de revestimentos. Após a inclusão, o padrão de cera foi aquecido até 900°C, mantido nessa temperatura por 1 hora, resfriado até 600°C e, a seguir, foi realizada a fundição. A fusibilidade foi avaliada pelo volume de porosidade na fundição que foi calculada pelo volume do padrão de cera, peso da peça fundida e densidade específica do titânio. Defeitos da fundição como nódulos foram removidos antes do teste. Os corpos-de-prova também foram examinados por meio de raios X e a seguir foram cortados ao meio, montados em resina acrílica e polidos para o teste de microdureza Knoop, que foi realizado em intervalos de 75 µm sob carga de 200 g. A análise de variância (ANOVA) mostrou diferenças significantes na fusibilidade entre os refratários, com melhor desempenho dos materiais à base de quartzo sobre a cristobalita. Nos grupos onde se utilizou somente um tipo de refratário associado a 20% de aglutinante houve melhor fusibilidade nos revestimentos preparados à base de quartzo. No grupo onde variou as proporções de aglutinante foi observada melhor fluidez nos refratários com 20% de aglutinante. Foi verificada menor dureza nas peças fundidas em moldes à base de quartzo, assim como nos refratários com menor concentração de magnésia no aglutinante.

Mori et al.<sup>34</sup> em 1994 determinaram o melhor procedimento laboratorial para fundir coroas de titânio e medir a expansão térmica de três revestimentos: Rematitan (B) e Titanvest CB (C), à base de SiO<sub>2</sub>, e um refratário novo Taivest (A) baseado em Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/MgO. A temperatura do molde A foi de 350°C e do B e C foi de 200°C e 600°C, respectivamente. Os três materiais apresentaram baixa expansão de presa: A: -0,01%, B: -0,08% e C: 0%. Os materiais foram manipulados mecanicamente com água deionizada (A) ou líquido especial (B e C). Os corpos-de-prova de cada revestimento para expansão térmica apresentavam 5 mm de diâmetro e 20 mm de comprimento, e as medidas de expansão foram

conduzidas usando um analisador termo-mecânico sob uma carga de 0,05 N e velocidade de aquecimento de 10°C/min. Os corpos-de-prova foram aquecidos nas temperaturas de 900°C para A e C e 1100°C para o B e resfriados até a temperatura ambiente. Os valores médios de expansão térmica nas várias temperaturas foram determinados após três medidas de cada material. Para avaliação da adaptação da coroa, foi utilizado um troquel metálico em forma de cone com término em forma de ombro. Uma pequena conexão que suportava um espaçador removível com 2 mm de espessura permitia que o troquel medisse 6 mm de comprimento, enquanto o diâmetro oclusal era de 9,2 mm e o cervical, de 9,8 mm. Após todas as partes do molde estarem assentadas, o conjunto foi isolado e a cera fundida foi introduzida. Quando a cera perdeu o brilho, um pistão foi inserido e pressionado até tocar na conexão superior e o excesso de cera saiu pelo orifício central do pistão o que definiu o tamanho em 8 mm e um outro diâmetro de 11,4 mm e apresentava 2 mm de espessura na oclusal e 0,75 mm na cervical. O padrão foi removido e um conduto de alimentação de 2 mm de diâmetro foi conectado axialmente no centro da superfície oclusal e montado na base formadora de cadinho. Após a inclusão, seguiu-se com o aquecimento e fundição e, após, todas as coroas foram limpas com ultra-som e água por 5 minutos. A precisão de assentamento foi realizada sob uma força de 200 N e a medida de discrepância foi feita entre a margem gengival da coroa e a cervical do troquel em quatro pontos equidistantes. A precisão da expansão térmica dos revestimentos A e B foi semelhante. O revestimento C apresentou expansão térmica negativa até 700 °C e a partir de 900°C iniciou uma rápida expansão. A precisão de fundição das coroas em revestimento baseado em sílica é difícil devido à reação do Ti com o molde. A baixa temperatura do molde recomendada não proporcionava expansão suficiente para compensar a contração do metal. A formulação do refratário alternativo produziu uma pequena superfície de reação e melhor compensação da contração do metal.

Wakasa, Yamaki<sup>57</sup> em 1994 investigaram propriedades térmicas, expansão térmica de revestimento experimental, assim como a fluidez e precisão das

fundições de titânio. Dois tipos de padrões de cera com diferentes medidas foram utilizados para fundição. O revestimento a base de magnésia aglutinado por etil-silicato (revestimento MA) utilizado para a fundição do titânio puro teve sua composição modificada com adição de pó de MgO e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e pequena quantidade de zircônia. O revestimento apresentava sílica gel como aglutinante e o líquido de mistura continha a solução de sílica sol hidrolisada e solução aquosa de carbonato de amônia. Depois da mistura líquido/pó do molde, a fundição foi feita em máquina de fundição através de pressão vácuo-argônio. As corpos-de-prova foram aquecidas a 900°C e mantidas nessa temperatura por 60 minutos, em seguida resfriadas a 70°C. As fundições realizadas mostraram que o valor da fusibilidade foi 100% com completa fundição para ambas as corpos-de-prova. O revestimento com pó de NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> /MgO teve pico de reação endotérmica com perda de peso de 5%, o revestimento MA não apresentou perda de peso com um fraco pico de sílica gel. O revestimento MA mostrou uma expansão térmica de 0,6% com um pico de reação exotérmica de sílica gel hidrolisada quando traçada linearmente a 900°C. O valor da adaptação variou entre 0,01 a 0,14 mm, obtendo boa adaptação. O estudo mostrou que fundições de titânio feitas em revestimentos tipo MA (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/MgO) tem melhor fluidez e adaptação.

Chai, Stein<sup>9</sup> em 1995 avaliaram a porosidade e a adaptação marginal do titânio modificando o desenho dos condutos de alimentação e a temperatura de fundição. Os desenhos de condutos utilizados foram: 1) três condutos de 3,2 mm fixados ao padrão de cera e afunilados até o ponto de fixação com barra de 4,1 mm colocada paralela ao padrão; 2) três condutos cilíndricos de 3,2mm com constrição no terço médio, fixados ao padrão de cera, e afunilado até a fixação com a barra paralela; 3) conduto cilíndrico único fixado ao padrão de cera; 4) três condutos cilíndricos fixados diretamente ao padrão. Foi utilizado para a fundição revestimento Titavest CB a base de alumina e magnésio. As fundições foram feitas com máquina de fundição arco elétrico pressão de argônio /vácuo em três diferentes temperaturas: 910°C (A), 920 °C (B) e 930°C (C); como controle foram feitas fundições de maneira convencional com ligas ouro-paládio (D). A porosidade foi analisada por

meio de radiografias; não houve diferença significativa entre os desenhos de condutos de alimentação, sendo que do tipo 4 produziu menos porosidade. A discrepância marginal do grupo controle mostrou superioridade ao titânio: A) 39,7+-13,0 $\mu$ m; B) 43,2+-11,0 $\mu$ m; C) 51,9+- 13,0 $\mu$ m; D) 29,9+-10,8 $\mu$ m. Foi notado que temperaturas de queima inferiores de 910°C e 920°C exibiram fenda marginal significativamente menor do que as feitas em temperaturas de 930°C.

Syverud, Hero<sup>50</sup> em 1995, estudaram o preenchimento do molde relacionado à permeabilidade ao gás e as razões para diferentes permeabilidades de revestimentos comerciais. Foram utilizados padrões de cera de uma prótese de cinco elementos com duas coroas retentoras e três pânticos e foram incluídos em quatro revestimentos: 1) Bellavest I, 2) Rematitan Plus, 3) Titavest CB, 4) Titanium Vest e fundidos em máquina de fundição com pressão de argônio e arco voltaico. Três fundições foram feitas com cada revestimento. Os moldes foram aquecidos de acordo com as recomendações de cada fabricante e resfriados a temperatura ambiente antes de serem levados a máquina de fundição. A pressão de gás argônio nas duas câmaras foi registrada durante a fundição, e o preenchimento de molde foi avaliado inicialmente por inspeção visual e subsequente por estudo das margens das coroas em microscópio. A pressão de argônio na câmara de fusão e do molde obtida após as fundições em cada revestimento foi de: 1) 400 e 1 Torr; 2) 600 e 85 Torr; 3) 600 e 150 Torr e 4) 600 e 85 Torr. Isso indica diferenças substanciais na permeabilidade de gás dos moldes. O preenchimento inadequado de todos os moldes foi observado apenas para Bellavest T, com a menor permeabilidade ao gás argônio. Para os outros revestimentos, o preenchimento foi adequado, entretanto, algumas diferenças foram detectadas nas margens. O revestimento 3 apresentou uma média de índice de deficiência de 131  $\mu$ m, comparável à liga de ouro tipo IV, já para os revestimentos 2 e 4 o valor foi de 170 e 200  $\mu$ m, respectivamente, similar ao encontrado para liga de Ni-Cr. Os melhores resultados encontrados no Titavest CB foram atribuídos às partículas de MgO, que apareceram altamente aglomeradas, as quais permitiram maior permeabilidade do gás argônio.

Em 1995, Syverud et al.<sup>51</sup> compararam a fluidez, a densidade, porosidade e a camada de reação da liga de Ti6Al4V com o Ti CP. Para a fundição foi utilizada uma máquina com pressão de argônio e vácuo. Os corpos-de-prova consistiam de 3 pânticos pré-fabricados de cera suspensos mesial e distalmente por pilares cilíndricos com margem afilada e ângulo de 30°, os corpos-de-prova consistiam de peças de 5 elementos. Os padrões de cera foram incluídos no revestimento a base de MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Titavest (Morita – Japão) misturado e aquecido de acordo com as recomendações do fabricante. A fluidez foi avaliada medindo o comprimento em (µm) da margem imperfeita que não houve o preenchimento completo do molde. A densidade e porosidade foram reveladas por meio de radiografia odontológica. A densidade interna da fundição foi determinada com uso de pycnômetro. A microestrutura da liga de Ti6Al4V e TiCP foram analisadas com uso de microscópio eletrônico de varredura (SEM) e EDS. Os resultados mostraram que as margens das fundições da liga de Ti6Al4V foram mais rugosas do que do Ti CP, a densidade na liga de Ti6Al4V (3,99g/cm<sup>3</sup>) foi menor do que no Ti CP (4,47g/cm<sup>3</sup>) indicando maior porosidade na liga, na radiografia foi possível observar que o número e o tamanho dos poros eram maiores nos canais de alimentação da liga de Ti6Al4V comparado aos canais de alimentação do Ti CP. A camada de reação ( $\alpha$  – case) formada na superfície apresentou maior dureza knoop nas profundidades de 60 µm e 80 µm em ambas liga e Ti CP e a análise da composição da superfície por EDS mostrou que houve um pequeno aumento do conteúdo de Al na profundidade de 5 µm para a liga de Ti6Al4V e Ti CP, a mínima reação na camada superficial mostra que o revestimento usado é quimicamente estável.

Wakasa, Yamaki<sup>58</sup> em 1995 avaliaram a adaptação marginal de coroas fundidas em titânio empregando um revestimento experimental à base de magnésia contendo sílica gel como aglutinante e dez tipos de soluções (sol hidrolisado) para o líquido e o tempo de presa do revestimento com os diferentes tipos de solução empregado. Os padrões de cera para a medida de adaptação foram obtidos a partir



de um troquel metálico e fundidas em máquina com vácuo e pressão de argônio (Cyc-Larc – Morita, Japão). A adaptação das coroas foi determinada através da diferença de medida entre as coroas fundidas e as matrizes. O tempo de presa foi realizado empregando a agulha de Vicat. Cada solução foi acelerada por 10% de carbonato de amônio em meio aquoso. Os valores de adaptação variaram entre 1,5 e 0,02 mm na oclusal e cervical, os resultados sugeriram que valores de expansão total maiores do que 0,9% poderiam obter maior adaptação. O tempo de presa se tornava mais lento com o aumento da proporção líquido/pó. O valor da expansão total (presa + térmica) variou entre 0,5 e 0,9%, indicando que a expansão de presa era de 0,1%.

Oda et al.<sup>36</sup> em 1996, objetivaram analisar a camada da superfície de reação do titânio fundido em diferentes revestimentos e examinar a relação entre a camada de reação e a dureza. Discos de titânio comercialmente puro foram fundidos usando oito sistemas de fundição comercial e revestimentos para fundição de titânio: dois revestimentos a base de alumina (T-invest, CD-titan investment), dois revestimentos a base de espinélio (Titanmold, Titavest MZ), três revestimentos a base de zircônia (Asahivest-D, Titaniumvest EX, Tycast investment TM), e um revestimento a base de magnésia (Selevest CB). Aos a fundição de 5 corpos-de-prova de cada revestimento a superfície foi jateada com partículas de vidro e embutidos em resina epóxi e a superfície foi abrasionada com lixa de silicone carbide e polidas com partículas de 0,05µm de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. A seção transversal foi observada metalurgicamente, e um mapeamento elementar das medidas da camada de reação foi feito por EPMA. A dureza Vickers dos corpos-de-prova foram medidos na profundidade de 50, 100, 200 e 500 µm. Os resultados mostraram que a dureza variou de 312 VHN a 624 VHN e foi significativamente diferente entre os revestimentos. A espessura da camada de reação, rica em O, Si, Al, Zr, Mg, e P variaram de 10 a 60µm. Nenhuma correlação foi vista entre a espessura da camada de reação e a dureza, mas os corpos-de-prova fundidos com revestimentos a base de alumina e zircônia tiveram maior dureza que revestimentos a base de espinélio e magnésia. Apesar da energia livre de óxido

metálico na formação de alumina e zircônia ser menor que a de titânio, esses dados sugerem que sílica, alumina e zircônia foram reduzidas pelo contato com o titânio fundido. Conseqüentemente, a difusão de sílica, zircônia e alumina para o interior da fundição de titânio mudaram suas propriedades mecânicas.

Wang, Fenton<sup>60</sup> descreveram em 1996 as propriedades do titânio, suas aplicações e revisaram relatos de literatura para o uso do titânio em prótese odontológica, com propósito de avaliar o estado atual e a tendência futura do uso desse material. O Ti c.p. foi classificado em quatro graus (I a IV) com base na incorporação de pequena quantidade de oxigênio, nitrogênio, hidrogênio, ferro e carbono durante o processo de purificação, e a liga mais usada em odontologia é o Ti6Al4V por apresentar propriedades adequadas e ser reproduzível. O Ti tem densidade de 4,5g/cm<sup>3</sup> que é considerada menor do que a da liga áurea e a do NiCr ou CoCr. Na teoria, o baixo peso, a proporção resistência/peso, alta ductilidade e baixa condutividade térmica permitiram modificações na forma das restaurações de Ti, próteses removíveis e assim resultando em peças mais confortáveis e funcionais. O baixo custo do Ti e sua favorável microdureza fazem do Ti um material atraente para prótese odontológica. O sistema de fundição do Ti é por meio de uma máquina de pressão a vácuo com duas câmaras, uma de fusão e a outra de fundição. Os revestimentos convencionais causaram extensas camadas de reação nas fundições de Ti, além de baixa expansão para compensar a contração de fundição na temperatura recomendada para o molde (200°C). O titânio apresentou pouca reação com revestimentos à base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, e MgO e melhor compensação da contração de fundição. Para a fundição do Ti foram designados três diferentes sistemas de fundição: Castmatic (Dentaurum) que emprega um sistema de pressão a vácuo com as etapas de fusão e fundição separadas em câmaras; Cyclarc (Morita) um sistema de pressão a vácuo com uma câmara de fusão e fundição; Tycast (Jeneric/Penetron) um sistema de fundição centrífuga a vácuo. Análises de imagens radiográficas digitais indicaram que o método de fundição centrífuga mostrou os melhores resultados e os outros dois sistemas de fundição apresentaram fusibilidade semelhante. Fundições de titânio feitas sob pressão de

argônio de 50 mmHg são mais porosas do que fundições feitas sob pressão de 400 mmHg. A porosidade das fundições de próteses fixas de três elementos também foi investigada e os resultados revelaram que pode ser reduzida usando canal de alimentação largo. Para a fundição de coroas e próteses fixas de titânio empregase o processo da cera perdida. A adaptação marginal de coroas de titânio foi inferior a das coroas de prata-paládio, mas superior às coroas de níquel – cromo. Quando a adaptação marginal foi testada em 20 coroas de titânio em grupos com ombro de 45° e 90°, observou-se que a discrepância marginal foi maior nos preparos com término em 90°. Contrações de fundições ocorreram principalmente no eixo horizontal no ombro. Assim concluíram que “copings” de titânio podem ser fundidos apresentando adaptação aceitável de aproximadamente 50 µm. Em próteses parciais removíveis observaram que a fundição com espessura de 0,7 mm apresentou melhor fusibilidade do que 0,35 mm. Com relação às alterações dimensionais durante as fundições de próteses parciais removíveis em titânio foi observado que nos planos horizontal e vertical ocorreu contração horizontal de 2,6% e expansão vertical de 1,8%, na região antero-posterior as medidas resultaram em neutralidade; a contração na região de pré-molar foi menor do que na área de molar.

Chan et al.<sup>10</sup> em 1997 estudaram o efeito do número e posição dos “sprues” na rugosidade e porosidade de coroas fundidas em titânio. Um troquel de aço simulando uma coroa total com 6 mm de altura, 7 mm de diâmetro e término cervical em 30°, foi empregado para encerar os padrões de cera. Houve dois grupos: 1- apresentava um “sprue” centralizado na oclusal do padrão, 2- dois sprues localizados oclusalmente. A inclusão foi realizada em revestimento fosfatado (Ohara Titanium Vest), e o aquecimento seguiu as recomendações do fabricante. As fundições foram realizadas na máquina elétrica centrífuga com vácuo (Ohara). A rugosidade (Ra) das faces: oclusal, terços médio e gengival, mesial e distal foi obtida pelo rugosímetro Surtronic. A porosidade foi determinada por radiografias e fotografias e medidas em um analisador de

imagens (NIH Image 1,55). Os resultados mostraram que os valores médios de rugosidade da superfície foi 2,1 Ra, significativamente menor nos corpos-de-prova com 2 “sprues” do que nos corpos-de-prova com 1 “sprue” que foi 3,0 Ra. O tipo e a posição do “sprue” não influenciaram na porosidade.

Wang et al.<sup>61</sup> em 1998 propuseram estudar a interface de reação entre o Ti fundido e o material do molde com e sem cobertura de proteção. Foram empregadas Microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia por energia dispersiva de raios X para avaliar a efetividade da camada de proteção. As corpos-de-prova eram em forma de hastes de plástico de 6 mm de diâmetro e 50 mm de comprimento que foram fundidas em titânio c.p. Foram empregados nesse estudo um revestimento convencional (Prevest), um revestimento específico para titânio (Tycast) e uma camada de proteção experimental (Óxidos de Ítrio). O primeiro grupo consistiu de padrões plásticos incluídos em revestimento fosfatado em moldes cilíndricos. No segundo grupo, os padrões foram cobertos com uma camada de Tycast na proporção de 5: 1 em peso usando um pincel para aplicar a camada sobre os corpos-de-prova aguardou-se duas horas antes de incluir os padrões em molde cilíndricos com o revestimento Tycast. No terceiro grupo os corpos-de-prova foram pulverizados com Óxido de Ítrio em um dos lados do padrão, o outro lado não recebeu a camada de óxido, em seguida os corpos-de-prova foram incluídos com Tycast. Aguardou-se 24 horas, e os blocos a seguir foram levados ao forno e aquecidos à 250°C por 60 minutos, 600°C por 60 minutos e finalmente 1000°C por 30 minutos numa velocidade de aquecimento de 5°C/min. Uma máquina para fundição de titânio pelo sistema Tycast foi usada para fundir o Ti CP. Após a fundição, os corpos-de-prova foram cuidadosamente removidos do bloco de refratário para preservar a interface Ti-Molde. Os corpos-de-prova foram embebidas em resina epóxi, em seguida polidas com pasta diamantada e limpas com solução detergente para em seguida realizar a análise pelo MEV e EDS. Os resultados mostraram que camadas de 7 a 10 µm de espessura foram formadas durante as fundições de titânio com um revestimento

convencional, além disso, uma menor interface de reação ocorreu quando camada de ítria foi usada como barreira de difusão para prevenir a reação do titânio fundido com um revestimento tradicional. Contudo, o uso dessas camadas não evita que o oxigênio se dissolva na camada superficial do titânio. As partículas da camada de óxidos de ítrio foram atraídas para a camada superficial do titânio fundido, minimizando a camada de reação.

Em 1999, Low, Mori<sup>30</sup> propuseram determinar um modelo estatístico para relação entre os valores de expansão térmica e precisão dimensional em coroas totais de titânio, empregando dois revestimentos: Titavest CB (A) e T – invest CB (B). As medidas de expansão térmica foram realizadas em corpos-de-prova cilíndricos com 5 mm de diâmetro e 20 mm de altura em dilatômetro TMA 814 onde foram aquecidos até a temperatura de 950°C (A) e 800°C (B) numa velocidade de 5 ou 10°C/min sob uma carga de 0,5 ou 2,5 KPa e então resfriados à temperatura ambiente. Para determinar a precisão dimensional das coroas totais de titânio fundido, foi empregado um troquel metálico a partir dos quais foram obtidos 10 padrões de cera para cada revestimento. O canal de alimentação foi conectado e a distância separando a margem gengival da coroa em cera e do término do troquel metálico foi medida em quatro pontos fixos ao redor do troquel. Em seguida, o conjunto foi montado na base formadora de cadinho e então incluído em um anel plástico de fundição. Após a presa dos revestimentos o anel plástico foi removido e o molde foi mantido em uma bolsa plástica selada por uma noite. Em seguida, os moldes foram levados ao forno sob programação de aquecimento com velocidade de 10°C/min. A temperatura para fundição do material A foi de 600°C e à temperatura ambiente para o material B. A fundição foi realizada numa máquina sob pressão a vácuo e, em seguida, as peças fundidas foram limpas em água e ultra-som e decapadas em solução de 1% de HF + 13% de HNO<sub>3</sub> por 10 minutos. As irregularidades e nódulos foram removidos e cada coroa foi levada ao troquel metálico original, assentada sob uma carga de 200 N e a distância separando a margem gengival da coroa e o ombro do troquel foi medida da

mesma forma que foi feito no padrão de cera. Uma análise de regressão linear foi realizada com base em todos os dados de precisão e expansão térmica coletados e utilizou-se a equação  $Y = \beta_0 + \beta_1 X$  onde  $Y$  é a precisão da coroa em  $\mu\text{m}$  e  $X$  é a expansão térmica em % dos revestimentos. Os resultados de regressão linear mostraram uma alta correlação entre os valores de expansão térmica e precisão dimensional. Os valores de expansão térmica do material A, à temperatura do molde de  $600^\circ\text{C}$  foi  $1,59 \pm 0,09\%$ , enquanto o material B apresentou comportamento típico de revestimento fosfatado com expansão térmica de  $0,64 \pm 0,01\%$  à  $50^\circ\text{C}$ . Foi calculado o valor de  $0,97\%$  de expansão térmica necessária para discrepância zero.

Em 1999 Papadopoulos et al.<sup>41</sup> realizaram um estudo detalhado da zona de contaminação com Si, P, O nas fundições de Ti, e analisaram as fases que a formaram na superfície de fundição, por meio de microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura, assim como espectrometria por energia dispersiva. Duas séries de padrões de cera (A e B) foram preparadas para fundição de Ti c. p., o padrão era cilíndrico com 3 mm de diâmetro e 15 mm de comprimento. Os padrões da série A eram incluídos diretamente no revestimento convencional a base de  $\text{SiO}_2$  (fosfatado), e os da série B foram cobertos com uma camada de  $\text{ZrO}_2$  antes de serem incluídos com o mesmo material fosfatado. Os moldes foram aquecidos de acordo com as instruções do fabricante, resfriados a  $450^\circ\text{C}$  e transferidos para a máquina de fundição. Após a fundição, o revestimento foi removido da superfície do Ti com jateamento de óxido de alumínio e as corpos-de-prova foram preparadas para análise metalográfica que consistiu de: 1- inclusão em resina epóxi, 2- polimento em lixa de granulação de 220 a 1200, 3- polimento com pasta diamantada, 4- limpeza ultra-sônica por 5 min, 5- ataque ácido com 2 mL de HF e 98 mL de ácido oxálico. A seguir a análise foi realizada em microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura. Os resultados mostraram que a Si, P e O foram os responsáveis pela contaminação das fundições de Ti. No grupo A houve alta reatividade entre o Ti e o revestimento, o que não

ocorreu com o grupo B. A análise de espectrometria por energia dispersiva revelou a existência de várias fases nos corpos-de-prova A como resultado da reatividade entre o refratário e o metal numa profundidade de 100  $\mu\text{m}$  e não foram encontrados as mesmas fases nas corpos-de-prova B. Na microscopia óptica, observou-se que as corpos-de-prova A apresentavam superfícies rugosas, além da camada de contaminação com várias fases, numa profundidade de 100  $\mu\text{m}$ . As corpos-de-prova A apresentaram três fases: 1 – fase  $\alpha$  -Ti com alto conteúdo de O; 2 – fase  $\beta$  -Ti com notável conteúdo de Fe, Si e Cr; 3 – fase Ti-Si que consistia de uma mistura de  $\text{Ti}_5\text{Si}_3$  e  $\text{Ti}_3\text{Si}$ . Do ponto de vista clínico, a zona de contaminação é inaceitável e para eliminá-la a camada de  $\text{ZrO}_2$  atuou como uma barreira entre o revestimento e o metal líquido, e fundições limpas sem contaminações foram obtidas.

Em 1999, Wang et al.<sup>62</sup> avaliaram a fluidez do Ti CP, da liga de Ti6Al4V e da liga de CoCr variando a forma do corpo-de-prova. Dois tipos de corpos-de-prova foram confeccionados: tela quadrada de 35 mm de lado e placa quadrada de 30 mm de lado com variação na espessura dos dois tipos de amostras (0,35 e 0,45 mm) em cera, foram incluídos em revestimento (T-Invest GC), aquecidos a 200°C, 800°C e 1050°C e resfriados dentro do forno e fundidos em máquina AUTOCAST HC-III (Japan), em seguida desincluídos e limpos. A fluidez na tela foi medida pelo número de segmentos fundidos completamente e calculado a porcentagem, na placa foi calculada a área com base no padrão original 30 x 30 mm. A porosidade foi calculada na placa fundida por meio de radiografias e programa analisador de imagens, a análise de diferencial térmico foi usada para comparar os pontos de solidificação entre o metal e ligas testadas, em um analisador de diferencial térmico DTA92 (Setaram) à temperatura de 1670°C. A fluidez na tela mostrou que não houve diferença estatística entre o Ti CP e a liga Ti6Al4V, porém apresentaram maior fluidez significativa do que a liga de CoCr. O corpo-de-prova em placa mostrou que a liga Ti6Al4V tiveram menor fluidez significativa na espessura de 0,45mm comparado ao Ti CP, o CoCr apresentou

menor fluidez significante a 0,35 mm de espessura comparado a liga de Ti6Al4V e significativamente menor que o Ti CP nas duas espessuras. O Ti CP apresentou significativamente maior número de fundições porosas (5,8) do que a liga Ti6Al4V (2,2) que foi semelhante à liga de CoCr. O ponto de solidificação entre a liga de Ti6Al4V e o Ti CP foi de 1621°C e 1622,3°C.

Em 2000, Ban et al.<sup>4</sup> propuseram caracterizar a camada externa de óxidos do titânio puro, liga comercial de titânio (Ti6Al4V) e liga experimental de titânio tipo  $\beta$  (TNTZ) composta de Ti, Nb, Ta, Zr fundido com 3 revestimentos Titanvest C a base de alumina, Titavest CB a base de magnésia, e T-Invest C&B fosfatado. Os corpos-de-prova eram em forma de placas retangulares para o titânio puro e liga Ti6Al4V, e corpo-de-prova em forma de placa esférica para a liga TNTZ. Os revestimentos foram manipulados e aquecidos de acordo com as instruções dos fabricantes e resfriados a temperatura ambiente. Cada placa metálica foi colocada sobre o bloco de revestimento queimado e aquecido a 600, 900, 1150 e 1400°C a 5°C/minuto em forno elétrico sob pressão atmosférica por 5 minutos e resfriado a temperatura ambiente. A superfície do metal em contato com o revestimento foi observada por microscopia eletrônica de varredura (FE-SEM). Análises foram caracterizadas por análise de fluorescência por raios X (FXR), difratometria de raios X (XRD) e espectroscopia de transformação infravermelho de Fourier (FTIR). Titanvest C consistiu principalmente de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ , e  $\text{CaO}$ ; Titavest CB de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  e  $\text{ZrO}_2$  e foram similares entre si. T-Invest C&B foi pouco diferente e consistiu principalmente de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{TiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Estudos XRD demonstraram que  $\text{MgO}$ ,  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  e ou  $\text{Li}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$  foram formados através de reações do metal com os constituintes do revestimento a base de magnésia depois do aquecimento a 900, 1150, e 1400°C. Nestas condições,  $\text{TiO}_2$  (óxido de titânio) foi formado apenas em Ti CP. Para ligas de titânio, os outros componentes além do Ti também formaram óxidos simples e complexos como  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  em Ti6Al4V, e  $\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75}\text{Nb}_2\text{O}_7$  na liga de titânio tipo  $\beta$ . Mas nenhum óxido contendo V ou Ta foi formado. Os constituintes de ligas de titânio reagiram com os óxidos dos revestimentos e oxigênio atmosférico para formar



óxidos externos devido à energia livre de formação e a concentração de cada elemento na superfície do metal.

Shimakura et al.<sup>45</sup> em 2000, estudaram a influência do polimento sobre a rugosidade de superfície do titânio puro obtido pelo sistema CAD/CAM. Para o polimento uma máquina centrífuga (Grain- Slider) foi usada variando os tempos de polimento 0, 10, 20, 30, 40, 50 e 60 segundos numa velocidade de 30 m/seg., em seguida quatro medidas de rugosidade Ra ( $\mu\text{m}$ ) foram realizadas na superfície do corpo-de-prova em um comprimento de 8 mm com rugosímetro (Surfcom 590<sup>a</sup>/ Tokuo Seimitsu), o valor médio foi calculado e a análise estatística realizada. Os resultados mostraram que a rugosidade de superfície (Ra) do titânio puro diminuiu com o aumento do tempo de polimento, apresentando valores menores que 0,6  $\mu\text{m}$  após 50 segundos de polimento.

Em 2000, Watanabe et al.<sup>63</sup> investigaram a eficiência dos métodos de fundição usando máquina centrífuga e máquina a vácuo e pressão de argônio na fluidez, comparando o titânio CP e com uma liga de ouro tipo IV e uma liga de NiCr. As duas máquinas de fundição usadas para o titânio foram: Ticast Super R para fundição de titânio (centrífuga ultra rápida para Titânio) e uma máquina experimental “Casting Unit” (duas câmaras de diferente pressão). A liga de NiCr e a liga de ouro foram fundidas na máquina centrífuga convencional (Kerr Centrifugal Casting Machine). Para fluidez foram usados dois tipos de padrão (forma de tela e forma de disco). Foram preparados 20 corpos-de-prova de cada formato, 5 para cada condição. Os padrões de Titânio foram incluídos em revestimentos a base de magnésia, Selevest CB para a máquina Ticast Super R e o Titavest C&B para a máquina “Casting Unit” e fundidos a temperatura de 200°C, Cristobalite foi o revestimento usado para a liga de ouro fundida a 650°C e Micro-Fine para a liga de Ni-Cr fundida a 980°C. A porosidade interna foi determinada por meio de radiografia convencional. Os resultados mostraram que a fluidez do titânio para ambos os padrões foi melhor na máquina centrífuga Ticast Super R do

que na “Casting Unit” e não houve diferença significativa das ligas de NiCr e ouro. Todas as amostras na liga de Ni-Cr exibiram 100% de fluidez para ambos os padrões. As radiografias mostraram poros grandes em ambos os padrões fundidos na máquina “Casting Unit” e os discos fundidos na máquina Ticast Super R mostraram poucos e menores poros do que os discos fundidos na máquina “Casting Unit”.

Inoue et al.<sup>23</sup> em 2001 avaliaram a aplicabilidade clínica de coroas fundidas em titânio CP variando a temperatura do molde. Um troquel metálico com preparo para coroa total foi empregado para o enceramento de coroas com 1,5 mm de espessura oclusal, ombro cervical de 1 mm de largura e 3 mm de altura, os corpos-de-prova foram incluídos em revestimento fosfatado (T-Invest C&B), e aquecidos em sete temperaturas: 800, 900, 1000, 1200, 1300 e 1400°C mantidos por 1 hora e resfriados a temperatura ambiente e observou-se a expansão térmica e residual, alterações dimensionais das coroas fundidas em Ti CP, adaptação das coroas fundidas em Ti CP. A expansão térmica e residual foi medida em dilatômetro térmica (Motoyama) numa taxa de aquecimento de 5°C/minuto até atingir cada temperatura avaliada, aguardava-se 5 minutos e resfriava-se a 100°C para medir a expansão residual. A alteração dimensional da coroas fundidas em Ti CP foi medida 4 vezes no sentido horizontal da superfície oclusal do troquel para a superfície interna da coroa e no sentido vertical da margem cervical do troquel para a superfície interna da margem da coroa. A adaptação cervical das coroa fundidas em Ti CP foi medida em microscópio Topcon TUM200 com aumento de 30X. Os resultados de expansão térmica mostraram que a máxima expansão foi de 1,5% na temperatura de 600°C, e o aumento da temperatura para 1000°C não mostrou alteração da expansão, quando a temperatura alcançou 1200°C a expansão diminuiu. A expansão residual máxima foi quando resfriou de 1400°C a 100°C que foi 0,88%, e a mínima foi de 1200°C para 100°C que foi de 0,43%. As alterações dimensionais mostraram que na altura externa da superfície oclusal houve maior contração na temperatura de 1100°C e a menor a 1400°C, na altura

interna da superfície oclusal houve maior expansão a 1400°C e 1,35% e a menor a 900°C de 0,16%, a altura externa da coroa teve tendência a diminuir até 1,31% a 1100°C. A adaptação marginal das coroas fundidas em Ti CP apresentou magnitude de 0,63 mm a 800°C e 0,16 mm a 1400°C.

Em 2001 Jang et al.<sup>24</sup> compararam a precisão de fundição e a microestrutura de superfície de estruturas de próteses removíveis fundidas em Ti CP e cobalto-cromo. Um modelo mestre classe II de Kennedy subdivisão 1, foi duplicado e 10 armações em Ti CP e 10 em liga de Co-Cr foram confeccionados. Para a fundição do Ti CP foi usado o revestimento Rematitan Plus (Dentaurum), para fundição da liga de Co-Cr (Optivest/ Degussa), foi usado o revestimento Biosil (Degussa). Após a fundição a adaptação geral da peça foi observada, a microestrutura da superfície foi avaliada por meio da rugosidade realizada em microscópio de força atômica em 4 posições da placa palatina, a porosidade foi observada com radiografias. Os resultados mostraram que a adaptação da peça foi aceitável os detalhes do conector maior estavam com boa qualidade e nenhum defeito ou falha de fundição foi observada em nenhum dos materiais testados. A rugosidade de superfície não mostrou diferenças estatísticas entre o Ti CP (104,43 mm) e Co-Cr (133,91 mm). O número de poros foi limitado e sua distribuição foi equilibrada nos dois metais. Isso mostrou que o Ti CP apresenta características desejáveis para o uso em armação de prótese removível convencional.

Kikuchi et al.<sup>25</sup> em 2001 avaliaram a fluidez, porosidade, dureza e a formação da camada de reação, resistência à tração, alongamento em fundições obtidas através de moldes em temperatura ultra baixa. Para a fluidez e porosidade foram utilizados dois padrões de cera um em forma de placa de 13 X 13 X 1,4mm e uma tela de 13 X 13 X 0,7mm. Para a medida da dureza pela formação da camada de reação um padrão de cera de 4 mm de diâmetro e 15 mm de altura foi usado. Os padrões de cera para o teste de resistência a tração e o alongamento era de 1,4 mm de diâmetro e 40 mm de altura. Os padrões de cera foram incluídos em anéis com

3 tipos de revestimentos: Selevest CB, T-Invest C&B e Titavest CB manipulados e aquecidos de acordo com as instruções de cada fabricante e as fundições foram realizadas em 3 temperaturas 200°C, 600°C e temperatura ultra baixa de -196°C utilizando máquina de fundição centrífuga. As peças obtidas foram removidas do revestimento e realizada a limpeza com escova de dente e ultra-som. A avaliação da fluidez e porosidade foi feita através de inspeção visual e radiografias. A medida da dureza Vickers com carga de 0,98N em 10 locais com intervalo de 50µm da superfície próximo do revestimento ao centro da peça foi observada em microscópio com aumento de 140 X foi realizada após a fundição quando as peças foram limpas e embutidas em resina em seguida polidas e tratadas com ácido hidrófluídrico. A mensuração da resistência à tração e alongamento foram feita através de máquina universal de testes numa velocidade de 1 mm/min. Os resultados mostraram que a fluidez foi adequada, e boas fundições foram obtidas com os três tipos de revestimento em todas as temperaturas. Nenhuma porosidade foi observada em fundições feitas com Selevest CB à temperatura ultra baixa. A dureza nas superfícies das fundições para Selevest CB à baixa temperatura, a 200°C e 600°C foram respectivamente 473, 478 e 531 VHN. O revestimento T-Invest C&B apresentou valores de 558, 560 e 731 VHN, e Titavest CB: 513, 636 e 637 VHN; sugerindo que quanto mais baixa a temperatura do molde, menor o valor da dureza na superfície. Os cristais aciculares foram observados na camada superficial das fundições com os três revestimentos e a espessura dessa camada de cristais aumentou com a elevação da temperatura. Houve um refinamento da estrutura dos cristais aciculares com a diminuição da temperatura do molde com cada material de revestimento. Nenhuma diferença significativa foi encontrada na resistência a tração entre as três temperaturas, e o alongamento aumentou de acordo com a diminuição da temperatura do molde em todos os revestimentos.

Sôo et al.<sup>46</sup> em 2001 avaliaram a expansão de presa e térmica de seis revestimentos com o ciclo de aquecimento usado para a técnica de “super plastic forming” (SPF) e compararam a expansão total com o coeficiente de expansão térmica da liga Ti6Al4V para determinar a precisão de adaptação e qual dos

revestimentos testados quando usado em “SPF” poderiam propiciar uma perfeita adaptação. Para medir a expansão de presa foi empregado um dispositivo que consistia de uma canaleta em forma de U com 100 mm de comprimento e na extremidade final do qual foi conectado um relógio comparador. Cada revestimento foi manipulado, com as proporções de pó, líquido especial e água de acordo com as recomendações do fabricante. A mistura foi vertida até preencher o nível superior da canaleta e aguardou-se a presa dos revestimentos em temperatura ambiente por uma hora para o (Croform, Rema Exackt, Rematitan Plus, Fujinvest) e duas horas para o (Selevest D e DM) quando foi feita a leitura no transdutor de deslocamento. A expansão térmica nos revestimentos foi medida pelo equipamento Ceram Research. A temperatura de aquecimento foi de 5°C/min até 900°C por 30 minutos. Foi realizado nesse estudo um outro teste nos materiais Rematitan Plus, Rema Exackt, e GC Fujinvest para determinar se a expansão de presa alcançaria a uma expansão total suficiente para se igualar à expansão térmica do Ti6Al4V (0,92%), pela variação da concentração de líquido especial. Então três corpos-de-prova de Rematitan, Rema Exackt e GC Fujinvest foram manipuladas nas concentrações de 0, 25, 50, 75 e 100% de líquido especial e a expansão foi registrada. Os resultados dos testes sem diluição mostraram que o Rema Exackt apresentou maior expansão total de 1,77% enquanto o Selevest D apresentou a menor com 0,40%. No resultado do teste usando diferentes proporções, o Rematitan e GC Fujinvest na concentração de 0% não apresentaram expansão, enquanto, a do o Rema Exackt foi aproximadamente de 0,2%. A expansão foi aumentando gradativamente ao passo que aumentou a concentração do líquido especial em todos os revestimentos. O Rematitan na concentração de 100% resultou em fundições com menor discrepância de adaptação, sugerindo que apenas este material poderia resultar em fundições clinicamente aceitáveis.

Stoll et al.<sup>47</sup> em 2001 avaliaram a adaptação marginal de coroas de titânio puro e de liga de ouro variando a técnica de cimentação. 40 dentes humanos foram preparados para coroa parcial, 20 coroas foram fundidas em liga de ouro, 20

foram fundidas em titânio CP. Todas foram cimentadas com fosfato de zinco (Fixodont), 10 coroas de cada grupo receberam brunimento manual das margens durante a cimentação (cimentação ativa) e os outros 10 de cada grupo foram cimentados de forma convencional. A adaptação marginal foi analisada quantitativamente sob microscópio eletrônico de varredura (100X), sob 5 critérios: A: discrepância cervical <50 µm, B: discrepância cervical 50-100 µm, C: discrepância cervical >100 µm, D: Margem da coroa sobre estendida, E: margem com defeitos. Os resultados mostraram que nenhum dos grupos de liga de ouro nem de titânio CP apresentaram diferenças na técnica de cimentação convencional e ativa. As coroas de liga de ouro mostraram significativamente mais porções de qualidade A do que as de titânio CP, porém mostraram mais porções de qualidade B e D do que o grupo de liga de ouro.

Wu et al.<sup>66</sup> em 2001 estudaram uma simulação de preenchimento do molde e processo de solidificação durante a fundição de coroas unitárias e estruturas de três elementos com o objetivo de pré-diagnosticar e minimizar os defeitos de porosidade, aumentando o número e melhorando a distribuição de “sprues” para fundição. A anatomia das coroas foi digitalizada a laser em seguida foi lida e convertida por um software de simulação de fundição (MAGMASOFT). O preenchimento do molde e solidificação do metal foram simulados. Os dois tipos de prótese foram testados em diferentes desenhos e apenas um desenho foi selecionado para cada prótese com o intuito de obter ótimos resultados de preenchimento na simulação computadorizada. Em seguida, as próteses foram verdadeiramente fundidas com titânio CP em máquina centrífuga. O revestimento utilizado foi à base de SiO<sub>2</sub> e os padrões foram cobertos com ZrO<sub>2</sub> prévio a inclusão. Todas as fundições foram radiografadas e nenhuma porosidade foi encontrada. Os resultados indicaram que a simulação numérica é um instrumento eficiente para controlar os protocolos de fundição e porosidade.

Em 2002, Cecconi et al.<sup>8</sup> avaliaram a fluidez do titânio CP em estruturas de prótese parcial removível (PPR), por meio de análise radiográfica. Trezentos

enceramentos de PPR foram realizados semelhantes às estruturas de Co-Cr, variando 2 e 3 “sprues”. As peças foram incluídas em revestimento a base de MgO e fundidas em máquina para titânio Titec 205M (Orotig, Itália) por técnicos treinados. Radiografias das fundições foram obtidas em filme Polaroid (Polaroid, Mass.) com tempo de exposição constante. Os resultados mostraram que 250 armações fundidas estavam tecnicamente aceitáveis, 41 ficaram tecnicamente aceitáveis após modificações com solda a laser e 9 ficaram inaceitáveis. Os autores concluíram que o titânio CP pode ser usado para fundir estruturas de PPR aceitáveis.

Contreras et al.<sup>12</sup> em 2002 compararam a adaptação marginal de coroas de Ti c p e liga de Ti 6 Al 4V antes e após a eletroerosão, com coroas de PdAg (grupo controle). Quarenta e cinco dentes bovinos foram incluídos em blocos de resina e preparados com 1,5 mm de ombro marginal e ângulo de 8° de convergência axial. Os preparos foram mecanicamente padronizados e 4 pontos de referência diametralmente opostos em 90° foram feitos ao redor da margem com instrumento rotatório. Por meio de silicona de adição obteve-se moldes dos preparos pela técnica da dupla mistura, utilizados para confeccionar troqueis de gesso tipo V (Exadur V). Além dos troqueis de gesso para as coroas a base de Ti, outro troquel em cobre foi obtido pelo depósito de cobre com a superfície externa do molde com pintura metálica dourada (purpurina). As coroas foram enceradas nos seus respectivos troqueis de gesso, o canal de alimentação foi acoplado na cúspide vestibular, e 15 coroas foram obtidas para cada metal. Para as 30 coroas a base de Ti cada padrão de cera foi incluído em revestimento Rematitan Plus e os blocos foram aquecidos em ciclo lento recomendado pelo fabricante. Os padrões de cera das coroas de PdAg foram incluídos em revestimento Deguvest Impar. Após a fundição os corpos-de-prova foram desincluídos, os canais de alimentação foram cortados, as coroas foram jateadas com óxido de alumínio e as irregularidades internas foram removidas com broca de tungstênio. Para medir a adaptação marginal, cada coroa foi recolocada num “jig” de resina acrílica que alinhava a

margem da coroa e a margem do dente no mesmo plano para efetuar a leitura. Medidas iniciais das fendas entre as coroas e o dente bovino, foram medidas com microscópio comparador com aumento de 50 x. O processo de eletroerosão consistia de fixação do troquel de cobre com a coroa em posição no aparelho, um eletrodo positivo foi conectado no troquel e o negativo na coroa. Para esse processo, o fio de cobre foi colocado em contato com a purpurina e conectado a uma corrente elétrica negativa. O molde foi submerso em solução de  $H_2SO_4$ , contendo  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  e o pólo positivo foi conectado a outro fio de cobre submerso. Esse processo era finalizado quando se observava faíscas saírem da margem da coroa. Após essa etapa, as coroas foram recolocadas no dente bovino e as medidas foram realizadas como anteriormente. Os resultados mostraram que as coroas de PdAg (45,26 $\mu$ m) e de Ti6Al4V (50,80  $\mu$ m) foram melhores do que as coroas e Ti c p (83,96  $\mu$ m). Após a eletroerosão, a adaptação das coroas com a liga de Ti6Al4V (24,56  $\mu$ m), foi melhor do que das coroas de Ti c p (50,66  $\mu$ m), e do que a do grupo controle PdAg (45,26  $\mu$ m). As fundições com materiais a base de Ti apresentaram melhores resultados após a eletroerosão.

Em 2002 Luo et al.<sup>31</sup> avaliaram uma nova máquina de fundição e a técnica de inclusão que associa pasta de zirconita aplicada sobre o padrão de cera previamente à inclusão em revestimento fosfatado. Foram estudadas a fusibilidade, a microdureza e estrutura da camada de reação, enfatizando os efeitos da zirconita na composição da camada de reação examinada em EDS. Dez padrões de cera (20 X 20 X 1,5 mm) foram preparados. Cinco padrões foram revestidos com zirconita ( $Si O_2 Zr O_2$ ) e incluídos com revestimento fosfatado. Os cinco padrões remanescentes foram incluídos diretamente no revestimento fosfatado como grupo controle. Os corpos-de-prova foram aquecidos à temperatura de 850 °C por 30 minutos, e resfriados à temperatura ambiente. Para a fundição de titânio grau 2, foi utilizado uma máquina baseado no sistema de centrifugação, vácuo e pressão, regulada com corrente de 260 A e tempo de fusão de 30 segundos. Todas as fundições foram cuidadosamente removidas do



refratário e limpas com água em ultra-som. As peças fundidas foram examinadas por raios X, cortadas ao meio, embutidas em resina epóxi, polidas com lixa 600 e partículas diamantadas de 0,25  $\mu\text{m}$ . A microdureza Knoop's foi medida de uma extremidade à outra da superfície em intervalos de 25  $\mu\text{m}$  sob carga de 200 g. A análise das fundições observadas em microscópio eletrônico de varredura (SEM) e a composição da superfície determinada por EDS apresentaram significativa diferença entre os dois métodos. O resultado do ensaio de microdureza Knoop's mostrou que a espessura da camada de reação do titânio fundido foi significativamente reduzida pela técnica de inclusão com zirconita.

Em 2002, Stoll et al.<sup>48</sup> avaliaram a qualidade da margem de coroas parciais de titânio puro e ligas de ouro seguindo condições clínicas de rotina. 32 segundos-molares em 10 paciente foram preparados para coroas parciais, após a moldagem de dupla impressão, as coroas foram confeccionadas e cimentadas com fosfato de zinco (Fixodent). Uma semana após as coroas foram moldadas na boca, o material de moldagem pesado ficou na moldeira e o material leve sobre o dente dava o contorno proximal da região, este foi dividido em duas partes e reposicionado no modelo com o septo interdental sob o microscópio. A adaptação marginal foi avaliada por análise quantitativa da margem com réplicas sob microscópio eletrônico de varredura (100X). A margem da coroa foi avaliada sob 5 critérios: A: discrepância cervical <50  $\mu\text{m}$ , B: discrepância cervical 50-100  $\mu\text{m}$ , C: discrepância cervical >100  $\mu\text{m}$ , D: Margem da coroa sobre estendida, E: margem com defeitos. Os resultados mostraram que a liga de ouro teve significativamente maior proporção do critério A e D. O titânio CP teve maior proporção significativa de critérios C e D e o critério E não mostrou diferenças estatísticas entre os dois grupos.

Em 2003 Koike et al.<sup>26</sup> caracterizaram o comportamento da corrosão de fundições de titânio CP realizados por meio de um método de cobertura do padrão de cera prévio a inclusão. Corpos-de-prova em forma circular foram encerados e cobertos

com óxido de ítrio e óxido de zircônia e incluídos em revestimento a base de magnésia (Selevest CB), aquecidos de acordo com fabricante e fundidas em máquina centrífuga a 350°C. A porosidade interna foi analisada radiograficamente. As características de corrosão foram avaliadas usando um potencial de circuito aberto em 3 condições de superfície: polida com lixas, jateada com partículas de 50µm de óxido de alumínio e superfície sem tratamento. Os corpos-de-prova foram conectados ao aparelho que determinou o potencial de corrosão do metal, a superfície foi observada com microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura equipado com EDS. A análise semi-quantitativa de elementos contaminados da superfície para o centro da fundição foi realizada. Os resultados mostraram que não houve diferença no comportamento do titânio com relação as diferentes coberturas empregadas prévio à inclusão.

Bezzon et al.<sup>6</sup> em 2004 avaliaram a superfície de rugosidade de duas ligas metálicas NiCr e CoCr, submetido a diferentes técnicas de fundição e a influencia da perda de massa após o polimento e comparou com o titânio CP. 40 discos de cera foram confeccionados e incluídos em revestimentos fosfatados (Termocast para as ligas e Rematitan Plus para Ti CP). Os corpos-de-prova de CoCr e NiCr foram fundidos sob duas condições na máquina Neutrodyn com chama de acetileno-oxigênio e a vácuo em temperatura de 1370°C e 1340°C, respectivamente, e para o Ti CP foi usada à máquina Rematitan a 1700°C. Após a fundição os corpos-de-prova foram desincluídos e limpos com jateamento com partículas de óxido de alumínio a 50 µm por 15 segundos, pesados (medida inicial da massa), polidos e a rugosidade (RA) foi analisada no aparelho Prazis Rug 03, em três locais e obteve-se a média de RA (µm). A porcentagem de perda de massa foi calculada após a medida final da massa após o polimento. Os resultados mostraram que os corpos-de-prova obtidos com chama de acetileno-oxigênio foram significativamente mais rugosos do que fundidos a vácuo e esses por sua

vez não foram diferentes dos corpos-de-prova de Ti CP. A perda de massa não foi significativamente diferente para todos os grupos.

Em 2004 Hung et al.<sup>21</sup> avaliaram a expansão térmica, discrepância marginal, microdureza, reatividade entre o revestimento e o titânio assim como a ocorrência de porosidade interna pela adição de zircônia no revestimento a base de magnésia. O revestimento Selevest CB foi modificado pela adição de 4% a 6% em massa de zircônia. A expansão térmica foi medida em corpos-de-prova cilíndricos de 10 mm de diâmetro e 50 mm de altura obtidos em moldes de cobre. Após 1 hora da manipulação as corpos-de-prova foram retiradas dos moldes, e dessecados por um dia e mensuradas em máquina TEM – 1000, aquecidos a 800°C numa velocidade de 6°C/min e resfriados a 200°C na mesma proporção. O teste-t foi empregado para avaliar a diferença entre os materiais nas diferentes concentrações de zircônia. Para medir a discrepância marginal das fundições, cinco corpos-de-prova foram feitos de cada material utilizando um troquel metálico com preparo MOD com 8 mm de diâmetro, 17 mm de altura e 2 mm de espessura. Após a obtenção dos padrões de cera, à distância separando a margem da inlay em cera e o ombro do troquel foi medida em quatro pontos fixos por meio de um microscópio comparador. Cinco corpos-de-prova foram incluídos em anel de fundição com os revestimentos e levados ao forno elétrico até 850°C numa velocidade de aquecimento a 6°C/min, por uma hora (aquecimento rápido), e fundidos a 800°C no Selevest CB puro e 750°C nos grupos Selevest CB modificado. Após a fundição, as peças foram retiradas do revestimento, limpas com ultra-som e água, e separadas do conduto de alimentação com disco diamantado. Cada inlay foi assentada no troquel metálico com uma carga de 5 kg e ajustadas com o auxílio de carbono spray. A distância separando a margem da inlay fundida ao ombro do troquel metálico foi medida como descrita para o padrão de cera. Para a medida da microdureza, os canais de alimentação foram cortados a uma distância de 3 mm do ponto de conexão com a inlay, foram incluídos em resina epóxi e polidos com lixa 600. A leitura da microdureza Vicker's, foi realizada a partir de 20 µm da superfície externa e em intervalos de 40 µm em direção ao centro do corpo-de-

prova sob carga de 200 gf. Para a análise da difração de raios X, as fundições, após a limpeza com ultra-som, foram montadas perpendicularmente para identificar a camada de reação. Para a medida da porosidade interna as fundições de inlay foram radiografadas com aparelho de raios X odontológico que foi posicionado perpendicularmente a 15 cm da superfície oclusal da fundição. Os resultados mostraram que os valores de expansão térmica foram diferentes entre os materiais, no Selevest CB foi 1,12% a 800°C e do Selevest CB modificado houve um aumento da expansão térmica nas concentrações entre 5% e 6% (em massa) e alcançou um pico de 1,62% no grupo de 5% (em massa) em 759°C. A discrepância marginal das inlays fundidas em Selevest CB apresentou a maior discrepância marginal que foi 43 µm fundido a uma temperatura de 800°C e o Selevest CB com 5% massa de zircônia apresentou a menor discrepância marginal com 21µm fundido a 750°C. Os testes mostraram que a discrepância marginal foi diferente quando fundido a 800°C entre 5% e 6% (em massa) no grupo de zircônia quando comparado com Selevest CB. A dureza Vicker's identificou a extensão da camada de reação, mostrando que a fundição obtida com Selevest CB apresentou maior dureza numa profundidade de 20 µm, comparado com os corpos-de-prova fundidos nos revestimentos modificados. As análises XRD demonstraram que com o aumento do conteúdo de zircônia a intensidade relativa da  $\alpha$  – Ti aumentou e do TiO<sub>2</sub> diminuiu e isso reduziu a porosidade interna das fundições de titânio, devido à alta permeabilidade do refratário, à baixa temperatura do molde e à adição de zircônia.

O objetivo de Sartori et al.<sup>44</sup> em 2004 foi comparar “in vitro” a adaptação marginal de próteses confeccionadas com a técnica de fundição da cera perdida com titânio, antes e após a eletroerosão. A comparação foi focada na interface vertical estabelecida entre pilar e a prótese sob várias condições de aperto do parafuso de ouro. Para a obtenção dos corpos-de-prova, foi obtida uma matriz metálica, equivalente a um arco superior, que recebeu dois implantes na região correspondente a 2º Pré-molar e 2º Molar na maxila. A matriz metálica foi feita

contendo dois orifícios na mesma posição das réplicas do modelo definitivo. Dois implantes de titânio (Conexão) de 10 mm de altura e 3,75 mm de diâmetro foram colados com adesivo (Super Bonder) e um pilar cônico com 3 mm de altura (Conexão) foi adaptado sobre o implante e aparafusado com força de 20 Ncm usando um torquímetro (Nobel Biocare). As próteses foram feitas em liga de ouro (Deguvest) e titânio (Dentaurum). No grupo da liga de ouro os cilindros foram retidos com parafusos. A colagem do cilindro foi realizada com resina autopolimerizável e a prótese parcial fixa de 3 elementos suportada por dois implantes foi encerada. Uma matriz de silicone desse conjunto permitiu a construção de outras peças com as mesmas dimensões da primeira prótese em cera. Para o grupo do titânio os cilindros eram de plástico. Cinco padrões de cera foram feitos para cada grupo e um padrão foi fundido em peça única. As peças foram fundidas empregando máquina de arco elétrico/vácuo/ atmosfera de argônio. Após a fundição os corpos-de-prova foram desincluídos e submetidos ao jateamento com óxido de alumínio. Para avaliação da adaptação passiva apenas um parafuso era apertado manualmente até o ponto onde só a primeira fixação do parafuso na rosca era sentida. A fenda entre o pilar e a prótese foi medida em ambos os lados e uma segunda leitura foi feita colocando o parafuso do lado oposto. Em seguida para a terceira leitura os dois parafusos foram colocados e apertados com força de 10 N com torquímetro e as leituras foram repetidas. As leituras foram realizadas com um microscópio comparador (Nikon), nas superfícies vestibulares, linguais e proximais. Para eletroerosão foi empregada a máquina (TMT), as próteses foram imersas no fluido dielétrico e quando faíscas eram vistas ao redor da extremidade do cilindro o processo era finalizado. Em seguida as leituras foram repetidas. Os resultados mostraram que nas ligas de ouro as fendas foram menores ( $12,8 \pm 1,4 \mu\text{m}$ ) no lado do parafuso quando apenas um lado estava parafusado, com o grupo do titânio ( $29,6 \pm 4,4 \mu\text{m}$ ), e na análise do lado não parafusado a liga de ouro apresentou fenda de ( $69,2 \pm 24,9 \mu\text{m}$ ) e o titânio ( $94,2 \pm 39,6 \mu\text{m}$ ) e essa diferença não foi significativa. O procedimento de eletroerosão não reduziu as fendas para ambos os grupos. A comparação entre a liga de ouro e o titânio após a eletroerosão não mostrou diferenças significantes

quando o lado oposto ao parafuso foi avaliado, mas a liga de ouro mostrou melhor adaptação quando o lado parafusado foi analisado ( $8,3 \pm 4,2 \mu\text{m}$ ) comparativamente ao titânio ( $17,1 \pm 5,3 \mu\text{m}$ ) e quando ambos os parafusos foram apertados ( $5,4 \pm 2,4 \mu\text{m}$ ) para a liga de ouro comparado com ( $16,1 \pm 5,6 \mu\text{m}$ ) para o titânio.

Atwood et al.<sup>2</sup> em 2005 testaram um método computadorizado desenvolvido para auxiliar na determinação da forma das fundições de titânio com mínimo de defeitos e comparar os resultados com simulações computadorizadas em fundições experimentais. Os corpos-de-prova apresentavam forma de cunha e coroa unitária. Os padrões de cera foram encerados, incluídos e fundidos em um laboratório de fundição comercial. Os materiais usados foram Ti c.p., Rematitan Plus e máquina Dentaurum para fundição. Os moldes foram pré-aquecidos a  $1000^{\circ}\text{C}$ , resfriados a  $430^{\circ}\text{C}$  e a fundição realizada. Para determinar a espessura da camada de reação na interface revestimento/metal, foi usado um microscópio eletrônico de varredura. A dureza Vickers foi medida em cinco diferentes distâncias da extremidade para o centro da fundição. As características químicas da superfície foram avaliadas usando micro análise por energia dispersiva de raios X (EDX). As áreas examinadas foram: a superfície do revestimento, a superfície do revestimento em contato com a fundição de titânio, e a superfície da fundição que apresentava falha e que não estava em contato com o revestimento. Modelos de elemento finito foram usados para simular o resfriamento da fundição do molde. A forma da coroa dentária foi produzida usando *scanner* a laser tridimensional. A forma tetraédrica foi desenvolvida implementando um quadrante simétrico da fundição. A transferência de aquecimento foi realizada usando um macro modelo e o modelo de elemento finito foi acoplado ao código de simulação microestrutural e difusão. A solidificação do titânio foi simulada empregando o micro modelo adaptado ao modelo de solidificação do alumínio incluindo a difusão de hidrogênio e sílica. A impureza da sílica ocorreu devido à reação de aquecimento do Ti com o revestimento. A imagem microscópica mostrou a interface metal/revestimento que foi caracterizada por três camadas. A

primeira camada tinha uma aparência brilhante e irregularidades na superfície de contato com o molde, a segunda camada tinha estrutura globular e a terceira camada era dendrítica. A 1ª e a 2ª camada resultaram da contaminação com Si e Al enquanto a 3ª camada resultou da contaminação com oxigênio. A contaminação aumentou a dureza Vickers. Partículas pequenas e negras indicavam a presença de magnésio. As imagens do revestimento nas áreas de contato e não contato com o titânio mostrou erosão. A proporção de sílica diminuiu comparada com os outros elementos na área de contato com o metal. O modelo revelou o carregamento de impureza entre metal e refratário e a quantidade estimada da profundidade de contaminação.

Fragoso et al.<sup>15</sup> em 2005 avaliaram e compararam a influência da temperatura do molde de revestimento na adaptação marginal de coroas feitas com titânio CP. 8 dentes bovinos foram preparados para coroa total semelhantemente e foi confeccionado em cada dente 4 pontos diametralmente opostos 1 mm abaixo do término cervical para realizar as medidas de adaptação. 24 coroas foram enceradas, incluídas com revestimento Rematitan Plus, aquecidas de acordo com as instruções do fabricante e fundidas nas temperaturas de (430°C, como controle, 550°C e 670°C). A seguir o revestimento foi removido, as peças foram jateadas com óxido de alumínio (100µm) por 5 segundos, os “sprues” removidos e cada coroa foi posicionada sobre o respectivo dente preparado com uma carga de 8,82 N/m<sup>2</sup> e o desajuste foi medido em microscópio eletrônico de varredura (50X). Os resultados mostraram que os melhores resultados significantes de adaptação foram obtidos na temperatura de 550°C (95,0 µm), enquanto que nas temperaturas de 430°C (203,4 µm) e 670°C (213,8 µm) o desajuste foi maior e não houve diferença entre eles.

Em 2005, Hsu et al.<sup>20</sup> tiveram por objetivo caracterizar as propriedades do revestimento Gilvest Ti quanto à expansão de presa, expansão térmica e resistência à compressão e comparar com outros revestimentos comerciais e comparar as propriedades de resistência à tração, alongamento, dureza Vickers e

rugosidade de superfície das fundições de titânio produzidas nesses revestimentos. Os padrões de cera foram incluídos nos revestimentos Gilvest Ti (fosfatado), T-invest (a base de alumina), e Selevest D e Selevest DM (a base de magnésia), proporcionados, manipulados e aquecidos de acordo com o fabricante e o Ticp foi fundido em máquina para fundição de titânio (Ticast Super R). A expansão de presa foi medida por máquina medidora de expansão (PTFE). Para a medida da expansão térmica foi utilizado analisador termomecânico (Rigaku) aquecidos de acordo com o fabricante. A resistência à compressão foi mensurada antes e depois do aquecimento usando máquina de testes universal, assim como resistência a tração e alongamento com velocidade de 1 mm/min. A dureza Vickers foi medida da camada superficial para o centro da fundição em intervalos de 50 µm numa profundidade de 450 µm e rugosidade superficial foi analisada usando um medidor de textura de superfície em um comprimento de 13 mm com comprimento de onda de 0,1 mm. Os resultados mostraram que Gilvest T tem expansão de presa em torno de 2,1% com a concentração de 100% do líquido, 0,8% a 75% e 0,4% a 50% de concentração. Os outros revestimentos não apresentaram diferenças significantes entre si. A expansão térmica para Gilvest T foi 0,25% e 0,6% no T-invest a 200°C, o Selevest D foi 0,42% e o Selevest DM foi 0,97% a 850°C. Uma camada dura de reação se formou na superfície de todas as fundições, porém a difusão do Ti com alumina (T-invest) foram menores do que com sílica (Gilvest Ti) ou magnésia (Selevest). A menor dureza e rugosidade de superfície para o Selevest D revelou maior resistência à tração

Eliopoulos et al.<sup>13</sup> em 2005 avaliaram o efeito de diferentes tipos de revestimentos na extensão da zona de contaminação, o módulo de elasticidade, escoamento, alongamento e dureza das fundições de titânio comercialmente puro. Padrões de cera foram fabricados, e os moldes foram divididos em dois grupos de 20 corpos-de-prova cada, incluídos e fundidos em pares usando titânio comercialmente puro. O primeiro grupo (P) foi incluído em revestimento fosfatado à base de sílica (Ticoat S + L), fundido em máquina de fundição EasyTi a 250°C; e o segundo grupo (M) com material de revestimento com magnésia-alumina (Rematitan



Ultra), e fundido em máquina de fundição Dor-A-Matic a 650°C. Cada revestimento foi manipulado e aquecido de acordo com as recomendações do fabricante. Os moldes, após as fundições, foram removidos das fundições jateadas com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e estas analisadas por meio de radiografias para a avaliação da porosidade interna. Um corpo-de-prova de cada grupo foi seccionado e preparado para observação metalográfica. Materiais de revestimento foram examinados por análise de difração dos raios X (XRD). A extensão da zona de contaminação foi determinada por microscopia eletrônica de varredura, usando retro-espalhamento de elétrons e análise de energia dispersiva espectroscópica (EDS), o teste de micro dureza Vickers foi realizado nas profundidades de 10, 30, 50, 100, 150 e 200  $\mu\text{m}$ , o teste de resistência à tração foi realizado em máquina universal de testes numa velocidade de 1,5 mm/min, o módulo de elasticidade e a porcentagem de alongamento de cada corpo-de-prova foi calculado. Três corpos-de-prova fraturados de cada grupo foram examinados em microscópio eletrônico de varredura para determinar o modo da fratura. A análise XRD mostrou que sílica e magnésia +  $\text{Al}_2\text{O}_3$  foram fases dominantes de Ticoat S+L e Rematitan Ultra respectivamente. Análise EDS para o grupo P mostrou áreas escuras que consistiam de componentes do titânio com Si, P, Al, Ca e O e áreas claras com traços de Si, Al e O. Já para o grupo M foram revelados traços de Al, Ca, Si e O a 3 $\mu\text{m}$ , porém nenhum desses elementos foi encontrado a 6 $\mu\text{m}$  da superfície. A zona de contaminação foi encontrada na extensão de 50 a 80 $\mu\text{m}$  para corpos-de-prova P e 15 a 20 $\mu\text{m}$  para corpos-de-prova M. Um menor valor de micro dureza Vickers foi encontrado para o grupo M comparado ao grupo P. Nenhuma significativa diferença foi encontrada no módulo de elasticidade entre os dois grupos testados. A resistência à tração para os corpos-de-prova do grupo P foi maior do que para os do grupo M, enquanto este exibiu maior valor de porcentagem de alongamento. O modo de fratura foi comum para ambos os grupos. O uso de revestimento a base de magnésia reduziu a extensão da superfície de contaminação e produziu significativamente menos fragilidade nas fundições de titânio comercialmente puro.

Rocha<sup>43</sup> em 2005 estudou o efeito da concentração do líquido especial e da temperatura do molde nos revestimentos Rematitan Plus, Rema Exakt e Castorit Super C, no desajuste marginal de coroas fundidas em titânio CP. Um troquel de aço foi moldado e obteve-se troqueis de resina epóxi, sobre esses troqueis foram encerados os corpos-de-prova e incluídos nos três revestimentos acima mencionados com três diferentes concentrações de líquido especial (100%, 75% e 50%). As fundições foram realizadas na máquina Discovery Plasma. Para o Rematitan Plus as fundições foram realizadas nas temperaturas de 430°C (a 100% foi controle), 515°C e 600°C. Para os outros dois revestimentos as temperaturas foram determinadas de acordo com a curva de expansão total, para o Rema Exakt as fundições foram nas temperaturas (100%/ 220°C, 75%/240°C, 50%/340°C), para o Castorit Super C foram (100%/ temperatura ambiente, 75%/160°C) n=8. O desajuste marginal foi em  $\mu\text{m}$  foi medido por meio de Lupa CarlZeiss e analisador de imagens Leica. A adaptação para o revestimento Rematitan Plus 430°C foi observado 459,11  $\mu\text{m}$  a 100%, 592,86  $\mu\text{m}$  a 75% (não houve diferença estatística entre as duas concentrações) e 898,40  $\mu\text{m}$  a 50%. A 515°C mostrou os resultados de 778,58  $\mu\text{m}$  a 100% menor que 986,54  $\mu\text{m}$  a 75% menor que 1129,84  $\mu\text{m}$  a 50%. A 600°C não houve diferença significativa entre as concentrações de 100% (637,67  $\mu\text{m}$ ), 75% (694,57  $\mu\text{m}$ ). Quanto às concentrações, tanto a 100% e 75% houve diferença estatística entre as três temperaturas em 100% e 75%: 430°C (459,11  $\mu\text{m}$ , 582,96  $\mu\text{m}$ ) <600°C (637,67  $\mu\text{m}$ , 694,57  $\mu\text{m}$ ) <515°C (778,40  $\mu\text{m}$ , 986,54  $\mu\text{m}$ ). Para a concentração de 50% a temperatura de 430°C (898,40  $\mu\text{m}$ ) foi menor que 515°C (1129,84  $\mu\text{m}$ ). Os revestimentos Rema Exakt e Castorit Super C foram comparados com o Rematitan Plus (100% a 430°C). Os grupos 100%/220°C (312,46  $\mu\text{m}$ ) do Rema Exakt e 100%/temp.ambiente do Castorit Super C (459,11  $\mu\text{m}$ ) apresentaram menores desajustes do que o controle.

Leal et al.<sup>29</sup> em 2006 avaliaram a influência do tipo de revestimento e do número de condutos de alimentação na precisão das margens de coroas fundidas em titânio. Padrões em forma de coroas em resina acrílica com margens em cera

foram preparadas sobre troqueis de coroas de aço inoxidável com 7 mm de altura, 7 mm de diâmetro com linha de término em bisel em 30°. Quinze padrões foram selecionados para o grupo controle (W), e o grau de curvatura da margem em cera foi determinado. Os padrões restantes foram divididos em quatro grupos de quinze cada, e fundidos usando dois diferentes tipos de revestimento para titânio: Rematitan Plus; grupos PI e PII e Rematitan Ultra; grupos UI e UII. Cada padrão foi fundido com um (grupos PI e UI) ou dois (PII e UII) condutos de alimentação. Configurações marginais para ambos os padrões de cera e corpos-de-prova fundidos foram mensurados e feita a moldagem. Depois da polimerização, o material foi seccionado precisamente em oito localizações pela área da margem para que a secção transversal das margens pudesse ser observada. Deficiências marginais foram determinadas usando medidas microscópicas dos padrões de silicone e cálculos. Foram encontradas diferenças entre os corpos-de-prova em relação ao tipo de revestimento usado, o número de condutos de alimentação, e uma combinação desses dois fatores. O revestimento U forneceu significante melhor precisão de fundição quando comparado ao revestimento P, e a utilização de dois condutos de alimentação resultou em uma deficiência marginal menor do que para apenas um conduto. Entretanto este efeito foi mais notável para o revestimento P, uma vez que produziu resultados similares entre os grupos PII e UII.

Oliveira et al.<sup>38</sup> em 2006 tiveram como objetivo avaliar a fluidez do titânio comercialmente puro e liga de titânio (Ti-6Al-4V) em revestimento fosfatado a três temperaturas diferentes de molde. Uma matriz de nylon em malha foi usada para o teste de fusibilidade. Uma imagem de cera do padrão foi obtida através de uma câmera digital e a extensão total de filamentos foi medida, utilizando o sistema de análise de imagem Leica Qwin. O padrão foi colocado no material de revestimento Rematitan Plus, o qual foi misturado e aquecido de acordo com as instruções do fabricante. O molde foi aquecido a 150°C por 90 minutos, a 250°C por 90 minutos, e a 1000°C por uma hora para garantir a expansão térmica; foi lentamente resfriado no interior do forno para as diferentes temperaturas finais:

430°C recomendado pelo fabricante (grupo controle), 480°C ou 530°C. Dez fundições em liga de titânio e Ti CP foram feitas com cada temperatura utilizando máquina de fundição Discovery Plasma, com duas câmaras. As fundições foram removidas do revestimento e abrasionadas com óxido de alumínio. As imagens das fundições foram analisadas pelo mesmo sistema, verificou e calculou a fusibilidade. Os resultados mostraram que um melhor resultado de fusibilidade foi encontrado com a liga de titânio em comparação ao titânio comercialmente puro. Para o titânio comercialmente puro melhor fusibilidade foi obtida na temperatura de 530°C, seguida de 480 e 430°C. Para a liga Ti-6Al-4V houve significativa diferença entre as três temperaturas, onde a fusibilidade foi mais adequada em 530°C > 480°C > 430°C. O aumento da temperatura deste revestimento resultou em uma melhor fluidez.

Atwood et al.<sup>3</sup> em 2007 tiveram como objetivo desenvolver um método computadorizado para prognosticar a profundidade que as propriedades mecânicas de coroas fundidas em Ti CP são afetadas pela contaminação do molde. Os corpos-de-prova em forma de coroa unitária foram encerados, incluídos em Rematitan Plus e fundidos em Ti c.p. As amostras foram analisadas por microtomografia de raios-X, as projeções foram analisadas por um programa para identificar cavidades dentro das fundições. Cada fundição foi embutida em resina epóxi seccionada e polida, e em seguida foi limpa com solução de Keller (mistura de ácidos fluorídrico e nítrico e água). As amostras foram observadas com microscópio óptico (Carl-Zeiss) e fotografadas. Macro e micro modelos de elemento finito foram usados para simular o processo de fundição, localizar a porosidade por contração e a difusão de impurezas na superfície do titânio fundido. Os resultados mostraram que sílica diminui o resfriamento do metal, assim a superfície do metal fundido solidifica e aumenta a camada de reação com o oxigênio e a profundidade da “ $\alpha$ -case”.

O objetivo de Mansueto et al.<sup>32</sup> em 2007 foi mostrar o risco do cirurgião dentista e do técnico de laboratório de danificar as margens de coroas fundidas por meio de

microabrasão. Corpos-de-prova em formato de bolacha com 1 mm de espessura e um bisel de 18° e 3 mm de comprimento foram confeccionados em poliestireno, incluídos em revestimento PowerCAst e fundidos em 5 diferentes ligas (Diamond, Firmilay, Gênese, Legacy e Olympia). Após a fundição as amostras foram desincluídas com cuidado para não danificar o bisel e demarcadas com lâmina de bisturi para padronizar as medidas. Todos os corpos-de-prova foram medidos por um observador com um microscópio (Olympus) com aumento de 60x. A seguir as amostras foram posicionadas em um dispositivo dentro do jateador para padronizar a posição e a distância de 15 mm do corpo-de-prova da ponta do jateador. Foram feitos 4 testes: 1- Amostras posicionadas perpendicular ao aparelho e jateadas com partículas de 50 µm de óxido de alumínio, 2- Amostras posicionadas paralelo e jateadas com as mesmas partículas, 3- Amostras posicionadas perpendicular ao aparelho e jateadas com partículas de vidro de 100 µm, 4- Amostras posicionadas paralelo e jateadas com as mesmas partículas. Todas foram jateadas por 10 segundos. Após o jateamento todas as amostras foram medidas novamente. Todos os corpos-de-prova jateados com partículas de óxido de alumínio ou com partículas de vidro foram danificadas. A liga Firmilay (210 µm, 140 µm, 450 µm e 400 µm) registraram a maior perda da margem do bisel nos testes 1, 2, 3 e 4.

Oliveira et al.<sup>39</sup> em 2007 avaliaram a influência da temperatura final de aquecimento dos revestimentos na resistência à tração e micro dureza das fundições em titânio comercialmente puro e liga de titânio (Ti-6Al-4V). Para a realização do teste de resistência à tração, foram preparados corpos-de-prova sob a forma de halteres. Os padrões de cera foram incluídos em anel de plástico, como o revestimento Rematitan Plus (Dentaurum), proporcionado e aquecido de acordo com o fabricante. As temperaturas finais de fundição foram: 430°C (T1) - recomendada pelo fabricante do revestimento, sendo considerado o grupo controle; 480°C (T2) e 530°C (T3). A fundição foi realizada sob pressão entre duas câmaras na máquina Discovery Plasma (EDG). Após a fundição, os corpos-de-prova foram removidos do molde e limpos sob água corrente. Os condutos de

alimentação foram cortados e exame radiográfico foi empregado para detectar defeitos internos. Os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de resistência à tração na máquina universal de testes modelo MT 810, até a ruptura. O teste de dureza Vickers foi realizado após o teste de resistência, nos mesmos corpos-de-prova, que foram embutidos em resina acrílica, regularizados e tiveram a superfície polida. Os resultados revelaram diferença significativa na resistência à tração entre os materiais, com valores médios de 495,30 MPa e 975,13 MPa para o Ti CP e Ti-6Al-4V liga, respectivamente. As temperaturas de injeção do metal no revestimento não interferiram na resistência do titânio comercialmente puro e na liga de Ti-6Al-4V. As médias de dureza obtidas foram de 199,49 VHN para a Ti c.p e 343,14 VHN para a liga Ti-6Al-4V; não ocorreu diferença estatística para o fator temperatura. Foi verificado que a liga de Ti-6Al-4V apresentou melhores propriedades mecânicas, e o aumento de 50 ou 100°C acima da temperatura recomendada pelo fabricante não interferiu na resistência a tração e dureza Vickers.

Guilin et al.<sup>16</sup> em 2007 investigaram a microestrutura, a composição da camada de reação, e a micro dureza superficial em fundições de titânio feitas com três tipos de revestimento, a base de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e MgO. Padrões de cera em forma de coluna foram divididos em três grupos. Os revestimentos foram manipulados, os padrões incluídos, e os moldes aquecidos de acordo com as instruções de cada fabricante, à temperatura de 850°C por uma hora e resfriados a 200°C. As fundições foram feitas em titânio puro através da máquina de fundição Vulcan-T, sob atmosfera de argônio. Todos os corpos-de-prova foram seccionados e preparados para observação metalográfica e análise da dureza. Esses corpos-de-prova foram embutidos em resina epóxi e a superfície foi polida e atacada com a solução de Keller. A microestrutura e composição, e distribuição dos elementos da camada de reação das fundições de titânio foram investigadas através do microscópio MEV e EPMA. A superfície de micro dureza para todos os corpos-de-prova foi mensurada usando a máquina de teste de dureza em intervalos de 40 µm da superfície externa para o centro, e um valor médio foi calculado para cada

grupo. A camada  $\alpha$ -case nas fundições de titânio incluídas com  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{MgO}$ , consistem em três camadas denominadas: camada de óxidos, camada de liga, e camada dura. As duas primeiras foram denominadas camada de reação. A espessura da camada de reação nas fundições de titânio usando revestimentos a base de  $\text{SiO}_2$ , foi de aproximadamente 80  $\mu\text{m}$ , a camada mais externa (30  $\mu\text{m}$ ) incluía  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  e seus complexos, e a camada mais interna (50  $\mu\text{m}$ ) consistia de Ti e pequena quantidade de Si. Para os revestimentos a base de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , a espessura total da camada de reação era próxima de 50  $\mu\text{m}$ ; a camada mais externa (10  $\mu\text{m}$ ) era composta de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  e  $\text{Ti}_x\text{O}_y$ , enquanto a mais interna (40  $\mu\text{m}$ ) apresentava Ti, Al e  $\text{Ti}_3\text{Al}$ . Em revestimentos a base de  $\text{MgO}$  foi aproximadamente 14  $\mu\text{m}$ , a camada mais externa (4  $\mu\text{m}$ ) era composta de  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , e  $\text{Ti}_x\text{O}_y$  e a camada mais interna (10  $\mu\text{m}$ ) consistiu de Ti, Al, mas Mg não foi encontrado. A superfície de micro dureza das fundições de titânio feitas com revestimento a base de  $\text{SiO}_2$  foram as mais altas (604,3 VHN) e as feitas com revestimento a base de  $\text{MgO}$  se mostraram mais baixas (486,6 VHN). Os autores concluíram que o tipo de revestimento afeta a  $\alpha$ -case e a superfície de dureza do titânio.

Ferreira et al.<sup>14</sup> em 2007, avaliaram a contração de fundição do titânio comercialmente puro e determinaram a expansão de presa e térmica dos revestimentos fosfatados Rema Exackt e Castorit Super C, preparados com três concentrações diferentes de líquido especial, com o objetivo de determinar em que concentração de líquido e em que temperatura a somatória da expansão de presa e térmica seriam suficientes para compensar a contração estimada. O revestimento especial para titânio Rematitan Plus com concentração de líquido especial em 100% serviu como grupo controle. Uma matriz de silicone foi fixada a uma placa de vidro usando um adesivo. A mistura dos revestimentos foi feita de acordo com as recomendações do fabricante e auxílio de espatulador a vácuo. As seguintes concentrações de líquido foram utilizadas: 100%; 75% e 50%. Para a mensuração da expansão de presa, uma placa de vidro foi colocada sobre os corpos-de-prova já com revestimento e um transdutor eletrônico de deslocamento linear com

sensibilidade de 1µm realizou as medições. A distância entre as extremidades foi obtida por meio de um projetor de perfil. A expansão térmica foi mensurada utilizando corpos de prova cilíndricos e um dilatômetro, registrando o percentual de expansão em cada concentração. Com base nas expansões de presa e térmica, a contração de fundição do titânio foi estimada em 1,55%. Os resultados mostraram que houve diminuição da expansão de presa com a diluição do líquido especial e essa diluição afetou diferentemente a expansão térmica dos materiais. Rematitan Plus foi o único material que não sofreu influência da diluição do líquido na expansão térmica, além disso, não foi capaz de alcançar a expansão projetada em nenhuma das condições. Rema Exackt somente atingiu a expansão projetada na concentração de 100% à temperatura de 594°C, e o Castorit Super C apresentou expansão suficiente para compensar a contração do Ti c.p. em todas as concentrações. O percentual de expansão total obtida para o grupo controle foi de 0,86%, o que foi equivalente aos outros grupos em temperaturas mais baixas.

Torres et al.<sup>56</sup> 2007 mediram e compararam a adaptação vertical passiva de uma armação fundida sobre múltiplos pilares de implantes utilizando diferentes materiais. Foi empregado um modelo mestre representando a curva mandibular com 5 implantes de 3.75mm x 13mm (Titamax – Neodent), mini pilares cônicos foram parafusados a 20N/cm usando um torquímetro (Neodent). Mini pilares cônicos de transferência (neodent) foram adaptados sobre os implantes e unidos à resina acrílica (Pattern Resin Ls, USA). Uma moldeira de estoque e poliéter (Impregum, 3M) foram usados para moldagem, em seguida os análogos (Neodent) foram adaptados sobre o transferentes. O molde foi vazado em gesso tipo V (Durone V – Dentsply). 5 peças semelhantes foram feitas com 10mm de cantilevers. Os “copings” foram encerados empregando mini-pilar cônico totalmente calcinável (Neodent). Um teste de adaptação passiva das peças foi realizado manualmente até o assentamento final adaptação dos “copings”. Houve 3 grupos com diferentes materiais Ticp (Tritan – Dentaurum) com revestimento Remtatitan Plus, Co-Cr (Remanium 2000 – Dentaurum) e Ni-Cr-Ti (Tilite Premium-Talladium) com revestimento Castorit Super C (Dentaurum) e fundidos



na máquina Discovery Plasma (EDG), em seguida as peças foram desincluídas e jateadas com óxido de alumínio (100µm). A adaptação passiva foi observada após aperto manual do parafuso sobre o pilar no modelo mestre, a adaptação vertical foi medida com todos os parafusos apertados com torque de 10N/cm no microscópio óptico com aumento de 15X (Nikon-Japan), um dispositivo acrílico foi usado para padronizar a posição do modelo mestre sob o microscópio, 3 medidas foram feitas em cada face vestibular e lingual com um parafuso fixado (adaptação passiva) e com todos os parafusos fixados (adaptação vertical), os resultados foram analisados usando o teste de Kruskal Wallis e o teste de Man-Whitney e mostrou que a adaptação passiva e a adaptação vertical foi melhor no grupo Ti CP (88µm e 22µm), seguido do Ni-Cr-Ti (200µm e 32µm) e Co-Cr (229µm e 66µm), na comparação entre os grupos foi observado que na adaptação passiva o Ticp foi estatisticamente diferente das duas ligas avaliadas com valor de P menor do que 0,005 e na adaptação vertical o Ticp foi semelhante à liga Ni-Cr-Ti com valor de P=0,162.

Al Wazzan, Al Nazzawi<sup>1</sup> (2007) estudaram “in vitro” a adaptação marginal e interna de fundição de coroas totais e próteses fixas de 3 elementos com titânio puro e liga de Ti6AlV. Um molde com três peças de alumínio (base, bloco 1 e bloco 2), onde a base acomodava 3 troqueis de aço inoxidável, o primeiro troquel representava o preparo de um primeiro molar para uma coroa unitária, os outros dois representavam pilares para uma prótese fixa de 3 elementos. A superfície oclusal de cada troquel apresentava uma ranhura para servir como um index anti-rotacional, um pino guia em cada extremidade da base para prender o bloco 1 sobre a base e o bloco 2 sobre o bloco 1, esse dispositivo foi empregado para confeccionar os enceramentos de forma padronizada, 6 corpos de prova de coroa unitária 6 corpos-de-prova de PPF de titânio puro e de liga de Ti6Al4V foram fundidos após a inclusão com o revestimento Rematitan Ultra na máquina Castimatic (Dentaurum). Após a fundição os nódulos metálicos foram detectados com carbono líquido e removidos com brocas próprias para titânio sob microscópio óptico. Um microscópio com micro calibração foi usado para medir

as discrepâncias marginais e internas, para a medida da adaptação marginal cada coroa ou pilar retentor foi medido em 4 locais com distâncias iguais entre os locais selecionados (no centro de cada face vestibular, lingual, distal e mesial), as medidas foram repetidas 3 vezes, para a medida da adaptação interna cada corpo-de-prova foi embebido em resina acrílica e seccionado longitudinalmente usando uma serra de precisão, metade do corpo-de-prova seccionado foi assentado no troquel para medir as fendas internas nas faces vestibular, lingual e ocluso-gengival com microscópio em três locais. Foram empregados teste estatístico ANOVA 2 fatores, Teste-T pareado e Correlação de Pearson. Os resultados mostraram que a menor discrepância marginal foi observada nas coroas unitárias fundidas na liga de Ti6Al4V (36,87  $\mu\text{m}$ ) e no Ticp (42,05  $\mu\text{m}$ ) e a maior foi no grupo de PPF fundido em Ticp com 83,36  $\mu\text{m}$ , a maior fenda de adaptação interna foi registrado na PPF para Ticp (119,80 $\mu\text{m}$ ) e Ti6Al4V (101,60  $\mu\text{m}$ ). Quando esses metais foram comparados à liga Ti6AlV mostrou menores fendas internas do que o Ticp para ambos os tipos de restauração.

Nogueira<sup>35</sup> em 2009 avaliou o efeito do revestimento a base de espinélio Trinell de processamento acelerado na camada de reação, porosidade interna, fluidez, rugosidade superficial e adaptação marginal de estruturas fundidas em titânio, quando comparado a dois revestimentos convencionais para fundição de titânio, Rematitan Plus (fosfatado) e Rematitan Ultra (a base de espinélio). A camada de reação foi avaliada por meio de dureza Vickers, a medida de porosidade interna por exame radiográfico, a rugosidade superficial foi medida em rugosímetro, a fluidez foi determinada pela porcentagem de filamentos fundidos em relação à extensão total de filamentos do padrão do nylon em forma de malha e a adaptação marginal de estruturas fundidas em Ti CP sobre um pilar cônico 5.0, montado sobre implante HE, foi medida por análise de imagens. Os resultados mostraram que nas duas primeiras profundidades 25  $\mu\text{m}$  e 50  $\mu\text{m}$  foram encontrados os maiores valores de dureza, enquanto de 100  $\mu\text{m}$  até 350  $\mu\text{m}$ , os valores foram menores e estatisticamente iguais entre si. Nas amostras fundidas com Rematitan Plus, foi encontrada a maior dureza (199,71VHN) do que para aqueles fundidos

com Rematitan Ultra (174,87 VHN) e Trinell (175,52 VHN), não havendo diferença significativa entre os revestimentos à base de espinélio. A partir de 100  $\mu\text{m}$  os corpos-de-prova fundidos com os três revestimentos mostraram igualdade na interação material X profundidade. A porosidade foi mais evidente nos corpos-de-prova de Rematitan Ultra, seguido de Trinell e os melhores resultados no grupo de Rematitan Plus. O grupo Rematitan Plus apresentou os maiores valores de rugosidade, e os demais grupos apresentaram igualdade entre eles. A adaptação marginal foi melhor no grupo de Trinell (7,67  $\mu\text{m}$ ) e Rematitan Ultra (8,35  $\mu\text{m}$ ) e o maior desajuste foi observado no grupo Rematitan Plus (20,82  $\mu\text{m}$ ). Concluiu-se o revestimento a base de espinélio Trinell, com processamento acelerado mostrou resultados de camada de reação, preenchimento do molde, rugosidade superficial e adaptação marginal semelhantes aos obtidos com o Rematitan Ultra de processamento convencional e de composição similar.

### ***3 Proposição***

O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito da técnica de inclusão de três revestimentos fosfatados: um específico para titânio e dois alternativos e um a base de MgO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, para fundição de titânio CP. Para tanto foram avaliados a fluidez, rugosidade, camada de reação e desajuste marginal de prótese sobre implante. Adicionalmente foi analisada a composição química dos revestimentos.

## 4 Material e Método

### 4.1 Material

Nas Tabelas 1 e 2 estão relacionados o metal e os revestimento estudados.

Tabela 1- Metal, composição (%) e fabricante

<i>Metal</i>	<i>Composição</i>						<i>Fabricante</i>	
	N	C	H	Fe	O	Ti	RMI Company,	
Ti CP							Ohio, EUA	
Grau 2	0,02	0,08	0,007	0,18	0,15	Balanço		

Informações do fabricante

Tabela 2- Revestimentos, composição básica e fabricante

<i>Materiais</i>	<i>Composição básica</i>	<i>Fabricante</i>
Rematitan Ultra	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 10-20%, ZrO <sub>2</sub> - 3-8%, MgO - 60-80%, Solução de sal de Magnésio 10-20%	Dentaurum, Ispringen, Alemanha
Rematitan Plus	MgO-10-30%; NH <sub>4</sub> h <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> -5-10%; SiO <sub>2</sub> -55-75%; Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 10 - 25%	Dentaurum, Ispringen, Alemanha
Castorit Super-C	MgO - 6-19%; NH <sub>4</sub> h <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> -10-20%; SiO <sub>2</sub> - 60 - 80%	Dentaurum, Ispringen, Alemanha
Rema Exakt	MgO-10-30%; NH <sub>4</sub> h <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> -10 - 30%; SiO <sub>2</sub> - 60 - 100%; FeO <sub>2</sub> - 0 - 1%	Dentaurum, Ispringen, Alemanha

\* Informações do fabricante

## ***4.2 Método***

### ***4.2.1 Técnica de inclusão, fundição, desinclusão e limpeza***

Para a inclusão, dois padrões de fundição foram adaptados à base formadora de cadinho por meio de fio de cera redondo (Dentaurum J. P. Winkelstroeter KG, Ispringen, Alemanha) com 5 mm de diâmetro, como conduto de alimentação. Foi aplicado líquido umectante – anti-bolhas (Kota Ind. e Comércio LTDA, São Paulo, São Paulo) em toda a estrutura e posto a secar.

Em seguida, para cada corpo-de-prova a ser incluído foi empregado uma das técnicas de inclusão descritas abaixo:

- a) Técnica experimental de inclusão, em que os padrões de fundição foram pincelados com o revestimento à base de espinélio - Rematitan Ultra e após a presa inicial foi feita a inclusão em revestimentos fosfatados.
- b) Técnica convencional de inclusão, onde os padrões de fundição foram pincelados com o próprio material de inclusão e em seguida incluídos.

Um anel metálico, com 50 mm de altura X 42 mm de diâmetro interno, foi revestido com forro cerâmico KeraVlies (Dentaurum J. P. Winkelstroeter KG, Ispringen, Alemanha) e adaptado à base formadora de cadinho.

Para os quatro revestimentos foram utilizadas as proporções pó/líquido determinadas pelo fabricante, com concentração de 100% de líquido especial.

Após o proporcionamento, a espatulação foi feita à vácuo por 30 segundos no espatulador elétrico Turbo Mix (E.D.G. Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos, SP), e o revestimento vertido sob vibração.

Após 2 horas, foi realizado o ciclo de aquecimento dos revestimentos para a eliminação da cera e expansão térmica, utilizando o forno EDGCON 5P (E.D.G. Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos, SP), seguindo as orientações do fabricante (Tabela 3). A temperatura final dos revestimentos Rematitan Plus e Rematitan Ultra (específicos para titânio) foi de 430°C, conforme as instruções do fabricante, enquanto para os revestimentos Rema Exakt e Castorit Super C, as temperaturas de 236°C e 69°C, respectivamente, foram estabelecidas com base em estudo prévio<sup>14</sup> que determinou nas curvas de expansão desses revestimentos expansão similar a do Rematitan Plus.

Tabela 3- Programa de aquecimento dos revestimentos

<i>Material</i>	<i>Programa</i>	<i>Etapa 1</i>	<i>Etapa 2</i>	<i>Etapa 3</i>	<i>Etapa 4</i>	<i>Fundição</i>
Rematitan Plus	Temperatura	150°C	250°C	1000°C	430°C	430°C
(RP)	Tempo	90min	90min	60min	30min	
Rematitan Ultra	Temperatura	250°C	885°C	430°C		430°C
(RU)	Tempo	90min	30min	30min		
Rema Exakt	Temperatura	250°C	1050°C	236°C		236°C
(RE)	Tempo	60min	60min	30min		
Castorit Super C	Temperatura	250°C	950°C	69°C		69°C
(CA)	Tempo	60min	30min	30min		

\*Informações fornecidas pelo fabricante

As fundições em Ti CP. foram realizadas na máquina Discovery Plasma (E. D. G. Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos, Brasil). O processo é totalmente automatizado e a fundição ocorre por arco voltaico em atmosfera de gás argônio. A máquina possui duas câmaras uma superior (câmara de fusão), onde são posicionados o cadinho de cobre e o eletrodo de tungstênio, e uma inferior, para o posicionamento do molde de revestimento.

O metal é colocado no cadinho de cobre a uma distância de 5 mm do eletrodo de tungstênio, usado para produzir o arco voltaico que funde o metal. Após a fusão do metal o cadinho de cobre será vertido para baixo, e devido à diferença de pressão entre as duas câmaras, dada pelo argônio, o metal fundido será injetado no interior do molde, localizado na câmara inferior.

Terminado o processo de fundição, o molde de revestimento foi resfriado rapidamente em água e realizada a desinclusão, com martetele pneumático (VH Equipamentos Médico-Odontológicos e Acessórios Ltda.- Araraquara-SP, Brasil). Removido do revestimento, os corpos-de-prova foram separados dos conduto de alimentação e limpos em ultra-som (Modelo T1440, Thornton, Unique Group, Brasil) para a remoção dos excessos de revestimento.

Na Tabela 4, estão apresentados os grupos empregados nos teste de fluidez, dureza, rugosidade de superfície e adaptação marginal das peças fundidas em titânio CP.

Tabela 4- Grupos avaliados nos testes de fluidez, dureza, rugosidade de superfície e adaptação marginal

<i>Grupo</i>	<i>Material</i>	<i>Técnica de inclusão</i>
G1 – (controle)	RU	convencional
G2	RP	convencional
G3	RP	experimental
G4	RE	convencional
G5	RE	experimental
G6	CA	convencional
G7	CA	experimental



#### ***4.2.2 Teste de Fluidéz do titânio fundido***

Padrões de fundição de forma quadrangular, com 15 mm de lado e 0,4 mm de espessura.. Foram obtidos de películas de acetato, foram fundidas de acordo com a descrição anterior, compondo 8 réplicas para cada grupo experimental.

Para a medida da fluidéz, os corpos-de-prova fundidos foram fotografados, juntamente com uma escala, com câmara fotográfica digital Casio, modelo: QV-5700 (Casio Computer Co LTDA, Tokyo, Japan), montada em estativa para padronização de foco e distância. As imagens capturadas foram tratadas no analisador de imagens Leica Qwin (Leica Microsystems Imaging Solutions Ltda., Cambredge, Inglaterra) para a medida da área de cada fundição em mm<sup>2</sup>. Para cada corpo-de-prova foram feitas três repetições da medida da área e calculada a média para cada uma (Figura 1 A e B).

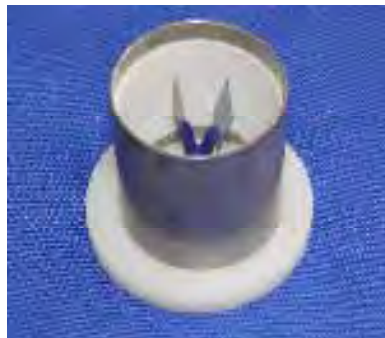


FIGURA 1A- CORPOS-DE-PROVA DE FLUIDEZ MONTADOS NA BASE



FIGURA 1B- CORPO-DE-PROVA  
(GRUPO CONTROLE) FOTOGRAFADO  
PARA ANÁLISE DA ÁREA DE FLUIDEZ

#### ***4.2.3 Teste de rugosidade superficial das fundições***

Padrões de resina acrílica para fundição foram obtidos de matriz de silicone com cavidade quadrangular de 12 mm de lado e 2 mm de espessura. A matriz foi vaselinada e assentada sobre uma folha de acetato apoiada em uma placa de vidro. Resina acrílica Pattern Resin LS (Dental Care Company) foi aplicada na matriz por meio da técnica do pincel e, após preenchimento com pequeno excesso, outra folha de acetato e placa de vidro foram assentadas sobre a matriz que recebeu carga de 1 kg.

Os padrões de resina acrílica foram incluídos (Figura 2), fundidos, desincluídos e limpos, conforme descrição anterior (Figura 3).



FIGURA 2- PADRÕES DE RESINA PATTERN  
PREPARADOS PARA INCLUSÃO



FIGURA 3- CORPOS-DE-PROVA FUNDIDOS PARA  
REALIZAÇÃO DO TESTE DE RUGOSIDADE

A leitura da rugosidade (Figura 4) foi feita em Rugosímetro Mitutoyo (Mitutoyo SJ 400 – Japão). O comprimento que a agulha do aparelho percorria era de 12 mm e a leitura foi feita em 8mm da diagonal<sup>32</sup>. Duas leituras foram realizadas em cada diagonal dos corpos-de-prova, totalizando, para cada face, quatro leituras (n=8).



FIGURA 4- LEITURA DA RUGOSIDADE  
NA SUPERFÍCIE DO CORPO-DE-PROVA.

#### ***4.2.4 Estudo da camada de reação***

Os corpos-de-prova (n=8) foram obtidos a partir dos condutos de alimentação das fundições realizadas no ensaio de fluidez, os quais não passaram por jateamento ou ataque ácido para limpeza. A camada de reação foi estudada por meio do ensaio de dureza Vickers e complementada por análise em microscopia óptica e análise semi-quantitativa por meio de micro análise por energia dispersiva de raios - X (EDX) e microscopia eletrônica.

As amostras foram incluídas, em resina acrílica ativada quimicamente (Dencor, Artigos Odontológicos Clássicos Ltda., São Paulo, Brasil), por meio de embutidora de amostras metalográficas PRE 30 Mi (Arotec, Arotec AS Indústria e Comércio, São Paulo, Brasil).

A superfície circular do corpo-de-prova foi regularizada com lixas de carbetto de silício na seguinte seqüência de granulação: 320, 400, 600 e 1200 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA), sob refrigeração à água na politriz Metaserv 2000 (Buehler Uk Ltd., Coventry, Inglaterra).

O teste de dureza Vickers foi realizado no durômetro Micromet 2100 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA), utilizando uma carga de 200 gf e tempo de aplicação de 15 segundos. Foram realizadas medidas de dureza rastreando-se a extensão do metal exposto, da periferia para o centro, guardando-se as seguintes distâncias em relação à borda externa: 25  $\mu\text{m}$ , 50  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 200  $\mu\text{m}$  e 300  $\mu\text{m}$  (Figura 5). Foram feitas duas medidas para cada distância em pontos diametralmente opostos da amostra.



FIGURA 5- MARCAS DO RASTREAMENTO  
PARA MEDIDA DE DUREZA VICKERS

Por meio do rastreamento da dureza, se avaliou o efeito das fontes de variação estudadas sobre a formação da camada de reação do titânio fundido.

Para o estudo da camada de reação em microscopia óptica, os corpos-de-prova do ensaio de dureza foram novamente polidos metalograficamente, atacados com reagente de Kroll por 20 segundos e observados em microscópio ótico Quimis, com aumentos de 200 X, acoplado ao analisador de imagem Leica Qwin.

Em complemento, foi realizada análise semi-quantitativa por meio de energia dispersiva de raios-X (EDX) em equipamento EDX LINK ANALYTICAL, modelo QX 2000, acoplado ao Microscópio Eletrônico LEO (Zeiss - Alemanha) com detector OXFORD (Oxford Instruments-NanoAnalysisHalifax Road High WycombeBucks-HP12 3SE, UK), utilizando-se um feixe de elétrons de 20 keV e uma distância de 25 mm do canhão até a amostra, o qual permitiu identificar o percentual dos elementos Ti, O, Si, Al, em três áreas da camada de reação (25  $\mu\text{m}$ , 75 $\mu\text{m}$  e 150  $\mu\text{m}$ ).

#### ***4.2.5 Teste de desajuste marginal***

Para determinação do desajuste de componentes protéticos calcináveis fundidos em Ti CP, um implante HE, com pilar cônico 5.0 HE (Neodent Implantes Osseointegráveis - Curitiba-PR) foi montado em uma base metálica, de formato hexagonal, com os lados numerados para a padronização da leitura do desajuste.

Os respectivos componentes protéticos calcináveis com dispositivo anti-rotacional (Neodent Implantes Osseointegráveis - Curitiba-PR), receberam uma adaptação com cera fundida, para aumentar a espessura, e simular o enceramento de um “coping”, em seguida foi moldado com silicona, a fim de obter uma matriz. Cada componente, montado em um análogo do implante, foi posicionado na matriz de silicone e encerado. Cera verde para incrustações

metálicas (Dentaurum J. P. Winkelstroeter KG, Ispringen, Alemanha), foi liquefeita em equipamento, que aquece a cera de maneira controlada (Dippy pro, Yeti Dental, Alemanha), e utilizando conta-gotas de pescoço longo, inserida na cavidade da matriz. Após a solidificação da cera, o conjunto era removido da matriz, os excessos eliminados, e a face vestibular do padrão de cera era correspondente à face 1 da base metálica conforme a Figura 6.



FIGURA 6- PADRÃO DE CERA ESCULPIDO E PARAFUSADO  
SOBRE MINIPILAR E IMPLANTE MONTADOS EM  
BASE METÁLICA HEXAGONAL.

Como conduto de alimentação, foi utilizado fio de cera redondo (Dentaurum J. P. Winkelstoreter KG, Ispringen, Alemanha) com 4 mm de diâmetro. Posicionado em 45° com o ângulo áxio-oclusal do padrão de cera, sendo o conjunto unido ao vértice do cone da base formadora de cadinho (Figura 7).



FIGURA 7- CORPOS-DE-PROVA MONTADOS  
NA BASE FORMADORA DE CADINHO.

Em seguida, foram realizados os mesmos processos de inclusão (Figuras 8 e 9), fundição, desinclusão e limpeza das peças conforme descrito anteriormente.



FIGURA 8- CORPOS-DE-PROVA PARA MEDIDA  
DE ADAPTAÇÃO MONTADOS NA BASE E PINCELADOS  
COM TÉCNICA EXPERIMENTAL E CONVENCIONAL.



FIGURA 9- CORPOS-DE PROVA MONTADOS EM  
BASE FORMADORA DE CADINHO COM ANEL  
METÁLICO PREPARADO PARA INCLUSÃO.

Constatada a integridade da peça fundida, foi realizado a limpeza com ultra-som, (Figura 10), cada “coping” foi separado do conduto de alimentação com disco de carborundum montado em micro-motor e peça de mão (Kavo). Para obtenção do ajuste do componente protético sobre o pilar cônico, foi utilizado o carbono líquido Super Filme Kota (Kota Indústria Comércio LTDA, São Paulo, Brasil), para a detecção de eventuais irregularidades na superfície interna da peça. Após a inspeção visual, nódulos foram removidos, utilizando fresas específicas (Maxi Plus e Midi, Dentaurem J. P. Winkelstoreter KG, Ispringen, Alemanha).



FIGURA 10- CORPOS-DE-PROVA PARA MEDIDA  
DE ADAPTAÇÃO APÓS FUNDIÇÃO E DESINCLUSÃO.



Para a adaptação (Figuras 11, 12 e 13), as peças fundidas em Ti CP. foram posicionadas no implante montado na base metálica, de formato hexagonal, aparafusada com parafuso de titânio, com torque de 10 Ncm<sup>44</sup>, empregando-se o torquímetro digital Instrutherm TQ-680 (Instrutherm Instrumentos de Medição Ltda - São Paulo-SP).



FIGURA 11- APERTO DO PARAFUSO DE TITÂNIO NO CORPO-DE-PROVA  
DE ADAPTAÇÃO COM TORQUÍMETRO DIGITAL



FIGURA 12- CORPO-DE-PROVA PARAFUSADO SOBRE MINIPILAR E IMPLATE  
FIXADOS EM BASE METÁLICA HEXAGONAL



FIGURA 13- DESAJUSTE MARGINAL DO CORPO-DE-PROVA  
FUNDIDO PARA MEDIDA DE ADAPTAÇÃO.

O conjunto foi levado ao Projetor de Perfil (Profile Nikon 6C, Nipon Kogaku K.K, Tokyo, Japan) para a medida em micrometros nas 6 faces previamente definidos na base metálica, de formato hexagonal. Para cada face foram realizadas 3 medidas, perfazendo um total de 18 medidas para cada peça. A partir destes valores foi obtida a média de desajuste de cada componente fundido (n=8).

#### ***4.2.6 Análise química dos revestimentos***

Corpos-de-prova foram confeccionados nos revestimentos Rematitan Plus (específico para titânio), Rema Exakt, Castorit Super C (Dentaurum J. P. Winkelstoreter KG, Ispringen, Alemanha), e um a base de espinélio Rematitan Ultra (Dentaurum J. P. Winkelstoreter KG, Ispringen, Alemanha)), como grupo controle. Os revestimentos foram proporcionados, espatulados mecanicamente à vácuo por 30 segundos no espatulador elétrico Turbo Mix (E.D.G. Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos, SP), e o revestimento vertido sob vibração em molde de sílica de 20 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade. Após a presa, as amostras foram aquecidas de acordo com as recomendações do fabricante e submetidas a análise por difração de raios-X (XRD).

Foi empregado o difratômetro SIEMENS D5000 (40 kV e 30 mA) com radiação de cobre monocromatizada por grafite cristalino e os dados coletados em intervalos de  $2\theta$  para 14 em  $72^\circ$ , em um tempo de 2s para  $0.01^\circ$ . A análise quantitativa das fases presentes nos corpos-de-prova, foi obtida por meio de método de refinamento de Rietveld<sup>42</sup> usando o programa GSAS (Larson, Dreele)<sup>27</sup>.

#### ***4.3 Análise Estatística***

Para os valores de fluidez, rugosidade, dureza Vickers, e adaptação, aplicou-se a análise de variância a um fator, e para identificar a diferença entre os pares foi empregado o teste de Tukey para comparação múltipla ao nível de 5% de significância ( $\alpha = 0,05$ ).

## 5 Resultado

### 5.1 Fluidez

Foi aplicada a análise de variância a um fator (Tabela 5) que mostrou que houve significância.

Tabela 5- Análise de Variância a um fator para fluidez

Fonte de Variação	Soma de quadrados	gl	Quadrado médio	F	P
Between groups	55522,168	6	9253,695	202,583	<0,001
Within gorups	2877,743	63	45,678		
Total	58399,911	69			

O teste de Tukey, empregado para o contraste entre as medias (Figura 14) revelou que G1 (controle) apresentou a maior média de fluidez, enquanto que G2 e G6 tiveram médias significativamente mais baixas seguidos de G4, G7 e G3. O grupo G5 mostrou media intermediária entre RU e os outros revestimentos.

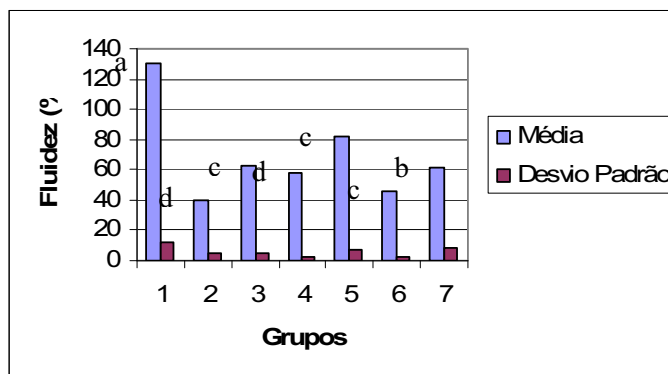


FIGURA 14- MÉDIA E DESVIO PADRÃO DE FLUIDEZ.

A análise mostra também que técnica de inclusão experimental, com a aplicação de cobertura do padrão de cera com RU resultou em aumento das médias de fluidez para cada revestimento (G2 X G3, G4 X G5 e G6 X G7).

## 5.2 Rugosidade superficial

Os resultados da análise de variância a um fator (Tabela 6) mostra que houve significância.

Tabela 6- Análise de variância a dois fatores para rugosidade superficial

<i>Fonte de Variação</i>	<i>Soma dos quadrados</i>	<i>gl</i>	<i>Quadrado Médio</i>	<i>F</i>	<i>P</i>
Between groups	424,378	6	70,730	57,413	<0,001
within groups	144,74	1	1,232		
Total	501,990	69			

O teste de Tukey (Figura 15) indicou que G1 teve média de rugosidade similar a dos grupos G3 e G7 e inferior a dos demais grupos, enquanto a maior média de rugosidade foi verificada para o grupo G2. A técnica de inclusão experimental propiciou menor rugosidade superficial na comparação dos grupos compostos pelo revestimento RP (G2 X G3) e pelo revestimento RE (G4 X G5). Porém, para o revestimento CA (G3 X G7) não houve diferença estatisticamente significativa entre as técnicas de inclusão convencional e experimental.

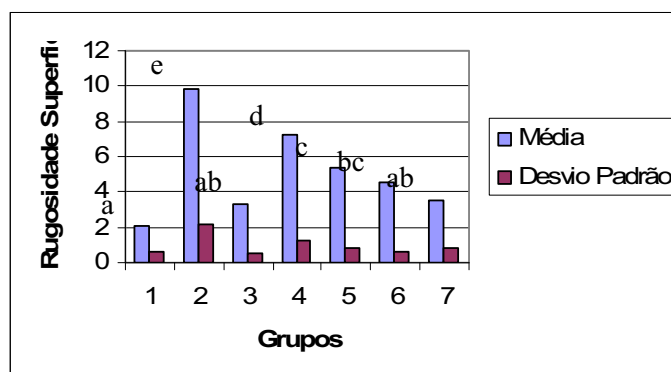


FIGURA 15- MÉDIAS E DESVIO-PADRÃO PARA RUGOSIDADE SUPERFICIAL.

### 5.3 Camada de Reação

#### 5.3.1 Dureza Vickers

Aos dados de dureza Vickers foi aplicada a análise de variância a dois fatores (Tabela 7) que mostrou haver significância para os fatores revestimento/técnica de inclusão e profundidade.

Tabela 7- Análise de Variância a dois fatores para dureza Vickers

Fonte de Variação	Soma dos quadrados	gl	Quadrado Médio	F	P
Revestimento/ Técnica	448723,69	6	74787,283	72,941	<0,001
Profundidade	3581937,97	5	716387,594	698,701	<0,001
Interação entre fatores	646763,82	30	21558,794	21,027	<0,001
Total	26444197,3	336			

O teste de Tukey para revestimentos/técnicas de inclusão (Tabela 8) mostra que a menor media de dureza foi obtida em G3 seguida de G7 e G5, mostrando que os grupos de revestimentos fosfatados onde se empregou a técnica de inclusão experimental, propiciaram menor reatividade com o titânio. Por outro

lado, os grupos G2, G4 e G6 compostos pelos revestimentos fosfatados com técnica de inclusão convencional as médias de dureza foram as mais elevadas. O grupo controle (G1) apresentou média de dureza intermediária entre os grupos onde se utilizou a técnica de inclusão experimental e os grupos em que se empregou a técnica de inclusão convencional, sendo encontrada igualdade estatística apenas com o grupo G2.

Tabela 8- Médias de dureza Vickers (VHN) e contraste para o fator revestimento/técnica de inclusão

<i>Grupo</i>	<b>Média (VHN)</b>
G3	183.68 a
G7	228.21 b
G5	236.30 b
G1	262.51 c
G2	275.57 c d
G4	284.99 d
G6	298.02 d e

O Teste de Tukey para o fator profundidade (Tabela 9) mostra que a 25  $\mu\text{m}$  foi obtida a maior média de dureza com diferença significativa sobre as outras profundidades ( $P < 0.001$ ), seguida da profundidade de 50  $\mu\text{m}$ . As demais profundidades apresentaram médias estatisticamente iguais entre si ( $P > 0.05$ ), sugerindo que a camada de contaminação do titânio teve espessura inferior a 100  $\mu\text{m}$ .

Tabela 9- Médias de dureza Vickers (VHN) e contraste para o fator profundidade

<i>Profundidade</i> ( $\mu\text{m}$ )	<b>Média (VHN)</b>	
25	472.2991	a
50	272.0446	b
100	194.9429	c
300	192.6243	c
150	191.3550	c
200	191.2920	c

Na interação entre fatores (Tabela 10) foi possível verificar que no grupo G3 a profundidade de 50  $\mu\text{m}$  apresentou igualdade estatística com as demais profundidades. No grupo G7 a profundidade de 50  $\mu\text{m}$  apresentou menor dureza que a 25  $\mu\text{m}$ , porém estatisticamente igual às camadas mais profundas, sugerindo que para esses grupos a contaminação é menos profunda. Quando se compara os materiais em cada profundidade observa-se que nas primeiras distâncias (25 e 50  $\mu\text{m}$ ) os materiais apresentam diferentes médias de dureza, porém a partir da profundidade de 100  $\mu\text{m}$  as médias tendem a se aproximarem, havendo igualdade estatística entre os materiais nas distâncias de 200  $\mu\text{m}$  e 300  $\mu\text{m}$ .

Os valores médios e desvio padrão de dureza do titânio estão apresentados na Tabela 10.



Tabela 10- Médias e Desvio Padrão de Dureza Vickers (VHN) do titânio fundido

	Profundidade					
	25 $\mu\text{m}$	50 $\mu\text{m}$	100 $\mu\text{m}$	150 $\mu\text{m}$	200 $\mu\text{m}$	300 $\mu\text{m}$
G1	513.35 B a (58.04)	282.77 BC b (26.77)	194.93 A c (16.45)	195.18 A c (18.60)	192.80 AB c (18.12)	195,80 AB c (17.30)
G2	570.27 AB a (62.84)	284.91 BCb (52.75)	198.66 A c (15,36)	195.91 A c (13.59)	201.08 A c (14.18)	202.58 A c (15.66)
G3	238.14 D a (44.54)	201.33 CD ab (37.30)	168.08 B b (24.30)	165.16 B b (21.50)	165.65 AB b (24.94)	163,69 AB b (26.88)
G4	599.41 AB a (63.12)	312.87 AB b (33.27)	200.41 AB c (14.49)	200.03 Ac (18.14)	197.48 A c (14.91)	199.72 A c (21.35)
G5	395.25 C a (65.48)	243.53 CD b (19.79)	194.95 AB c (24.39)	192.33 ABc (22.30)	194.05 ABc (27.00)	195.68 AB c (25.51)
G6	613.31 A a (66.82)	359.08 A b (58.07)	214.76 A c (17.01)	201.88 A c (13.95)	200.35 A c (18.77)	198.71 A c (14.34)
G7	390.15 C a (31.83)	219.79 CD bc (19.62)	192.80 AB c (13.23)	188.74 AB c (13.41)	187.60 AB c (10.81)	190.16 AB c (12.09)

Letras minúsculas se referem a comparação nas linhas

Letras maiúsculas se referem a comparação em colunas

### 5.3.2 Microscopia Óptica

As imagens obtidas pela microscopia óptica, apresentadas nas Figuras a seguir, demonstram que os diferentes revestimentos e técnicas de inclusão propiciam variadas características microestruturais.

Na Figura 16, relativa aos corpos-de-prova fundidos em revestimento RU (G1), a imagem apresenta estrutura periférica acicular, representativa da área de liga metálica, onde se pode observar que a estrutura é mais refinada na porção mais interna, típica da estrutura do Ti CP.

A análise da Figura 17 (G2), observa-se a zona escura, indicativa da camada de oxidação, enquanto em Figura 18 (G3) estrutura muito refinada, com mínima zona acicular e grãos pequenos (Figura 16).

As estruturas formadas na Figura 19 (G4), parece desorganizada e com a formação de zona escura mais profunda, enquanto a Figura 20 (G5) se verifica o refinamento da estrutura.

Na Figura 21 (G6), pode-se verificar que a camada de reação apresenta-se mais explícita, com larga zona de oxidação e estrutura granular grosseira, enquanto a Figura 22 (G7) ocorreu a formação de camada acicular fina, porém de maior extensão comparado com os grupos G3 e G5, mas sem a evidência da camada de oxidação.

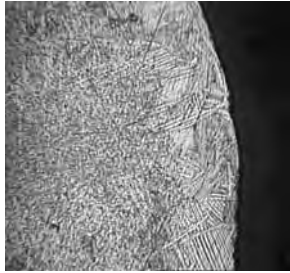


FIGURA 16- MICROSCOPIA ÓPTICA GRUPO 1 (200X).

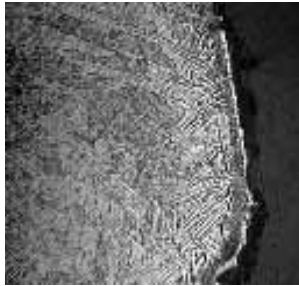


FIGURA 17- MICROSCOPIA ÓPTICA  
GRUPO 2 (200X)

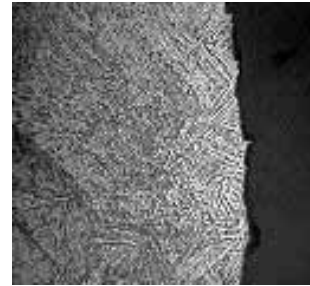


FIGURA 18- MICROSCOPIA ÓPTICA  
GRUPO 3 (200X)

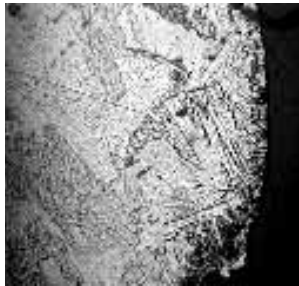


FIGURA 19- MICROSCOPIA ÓPTICA  
GRUPO 4 (200X)

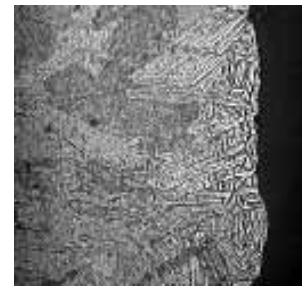


FIGURA 20 – MICROSCOPIA ÓPTICA  
GRUPO 5 (200X)

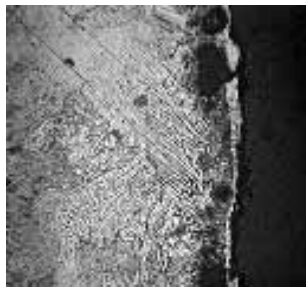


FIGURA 21- MICROSCOPIA ÓPTICA  
GRUPO 6 (200X).

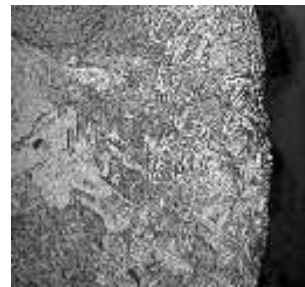


FIGURA 22- MICROSCOPIA ÓPTICA  
GRUPO 7 (200X)

### 5.3.3 Análise Semi-quantitativa de elementos no titânio fundido

A Tabela 11 mostra a composição do titânio obtido por fundição nos diferentes revestimentos e técnicas de inclusão.

Tabela 11- Concentração dos elementos oxigênio, alumínio, silício e titânio nas amostras fundidas empregando-se os diferentes revestimentos e técnicas de inclusão

	<i>Profundidade</i>	<i>O (%)</i>	<i>Al (%)</i>	<i>Si (%)</i>	<i>Ti (%)</i>
G1	25 µm	12,80	0,25	0,36	86,39
	75 µm	13,39	0,15	0,15	86,09
	150 µm	13,45	0,09	0,33	85,98
G2	25 µm	7,24	0,39	1,04	90,89
	75 µm	6,10	0,44	1,10	91,77
	150 µm	5,46	0,31	1,25	92,59
G3	25 µm	7,09	0,17	0,17	92,59
	75 µm	6,14	0,00	0,11	93,71
	150 µm	5,23	0,02	0,14	94,44
G4	25 µm	11,23	0,03	1,74	85,42
	75 µm	10,39	0,06	1,66	86,64
	150 µm	10,32	0,03	1,79	86,38
G5	25 µm	6,90	0,69	0,26	91,73
	75 µm	6,19	2,09	0,40	90,08
	150 µm	9,46	1,74	0,29	87,71
G6	25 µm	12,82	0,13	1,72	84,95
	75 µm	10,74	0,14	1,80	86,74
	150 µm	10,00	0,14	2,24	86,93
G7	25 µm	18,96	0,15	0,22	80,64
	75 µm	13,88	0,15	0,21	85,94
	150 µm	16,96	0,26	0,22	82,44

A análise da composição química mostra que os principais elementos das amostras são o titânio e o oxigênio, porém pode-se observar que há um aumento significativo na concentração de silício nos grupos de revestimento fosfatado sem cobertura (G2, G4 e G6), se comparados aos grupos (G1, G3, G5 e G7) que empregam espinélio (RU). Por outro lado, se for considerada a concentração de alumínio, pode-se verificar que houve maior conteúdo nos grupos: G1, G2 e G5.

#### ***5.4 Desajuste marginal dos componentes protéticos***

A análise de variância a um fator foi significativa (Tabela 12).

Tabela 12- Análise de variância a dois fatores para desajuste marginal

<i>Fonte de variação</i>	<i>Soma dos quadrados</i>	<i>gl</i>	<i>Quadrado médio</i>	<i>F</i>	<i>P</i>
Between groups	59212,279	6	9868,713	3,955	<0,03
within groups	122264,2	49	2495,187		
Total	181476,5	55			

O teste de Tukey (Figura 23) mostrou diferença estatisticamente significativa apenas entre o grupo G2, com maior desajuste cervical que os grupos G1 e G3. Houve igualdade estatística entre os demais grupos. Assim o único revestimento em que a técnica de inclusão experimental melhorou a adaptação cervical foi o RP.

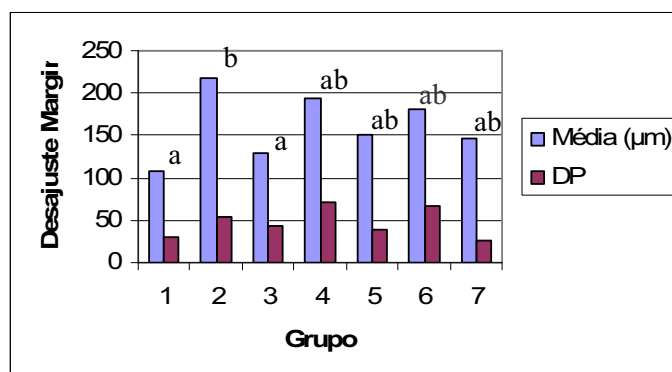


FIGURA 23- MÉDIA E DESVIO PADRÃO DO DESAJUSTE MARGINAL DOS COPINGS DE TITÂNIO.

### 5.6 Composição química dos revestimentos obtidas pelo método de refinamento de Rietveld

A Tabela 13 mostra a composição química (%) de cada revestimento empregado nesse estudo, obtida a partir da análise química dos materiais refratários por difração de raios – X e método de refinamento de Rietveld<sup>42</sup>.

Tabela 13- Composição química dos revestimentos (%)

	RP (%)	RE (%)	CA (%)	RU (%)
Quartzo	49,313	55,658	18,016	-----
Cristobalita	10,139	23,541	62,237	-----
Mg <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	15,595	12,470	19,747	-----
MgO	5,481	7,446	-----	58,501
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	19,472	-----	-----	3,937
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-----	0,885	-----	-----
Al <sub>2</sub> MgO <sub>4</sub>	-----	-----	-----	26,473
ZrO <sub>2</sub>	-----	-----	-----	3,682
Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	-----	-----	-----	5,544
SiO <sub>2</sub> Stishovite	-----	-----	-----	1,863

## ***6 Discussão***

O titânio é um metal com excelentes características como: biocompatibilidade, baixa densidade, elevada resistência, baixo módulo de elasticidade e baixo custo<sup>28</sup>, além disso, apresenta uma superfície estável de óxidos com alta integridade, tenacidade e aderência que lhe confere resistência a corrosão<sup>60</sup>, por isso, o grande interesse em introduzi-lo na odontologia para fundições de estruturas de próteses.

Entretanto, uma das maiores dificuldades com o uso do titânio está no processo de fundição propriamente dito, haja vista, que esse metal apresenta um elevado ponto de fusão, próximo a 1670°C<sup>12, 21, 23, 25</sup> e baixo peso específico dificultando assim adaptar um refratário apropriado para fundi-lo sem interferir nas características favoráveis que apresenta. Na literatura muitos autores<sup>2, 4, 12, 13, 16, 25, 28, 38, 39, 41, 53, 60, 61</sup> relatam que o titânio no estado líquido pode sofrer uma reação com substâncias presentes no revestimento em virtude da elevada temperatura de fundição do metal e da própria composição do material refratário.

A reação é caracterizada por um processo de oxidação na qual uma camada de óxidos é formada no metal, em função da dissolução de oxigênio na superfície do titânio<sup>4</sup>, além deste, outros elementos podem ser encontrados nessa camada conhecida de “ $\alpha$ -case”<sup>33, 54</sup>. A formação da camada de reação ocorre no momento em que o titânio fundido no estado líquido a aproximadamente 1700°C entra em contato com o molde de revestimento numa temperatura entre 500°C a 1800°C no processo de solidificação do metal.<sup>61</sup>

De acordo com Luo et al.<sup>31</sup> e Miyakawa et al.<sup>33</sup> a zona de contaminação é caracterizada por quatro camadas: a primeira camada que estava em contato com o molde de revestimento normalmente apresentava uma superfície irregular<sup>2</sup> contendo O, N, H, além de outros elementos presentes no material refratário<sup>21</sup> e pequena quantidade de titânio<sup>31</sup>. A segunda camada apresentava estrutura globular<sup>2</sup>, composta principalmente de oxigênio estabilizado e grande quantidade de Ti, conhecida como camada estabilizadora da “ $\alpha$ -case”<sup>21</sup>,

<sup>31</sup>; a terceira camada apresentava-se com aparência dendrítica<sup>3</sup> ou colunar<sup>33</sup>, com grande concentração de Si, O, C e P distribuídos de forma desordenada, e a quarta camada, estrutura de cristais aciculares devido ao conteúdo de oxigênio distribuído não homogêneo<sup>21, 31, 35</sup>, relacionado à taxa de resfriamento do metal fundido<sup>33</sup>.

Por outro lado, Guilin et al.<sup>16</sup> acreditam que a “ $\alpha$ -case” é composta de três camadas: camada de óxidos, camada de liga e camada dura. Os autores consideram que a camada de reação é o resultado não apenas do contato entre o titânio e o revestimento<sup>33</sup>, mas do rápido resfriamento do metal fundido, o que altera a microestrutura do titânio elevando a dureza da sua superfície<sup>16, 33</sup>. Segundo Miyakawa et al.<sup>33</sup> o magnésio dos revestimentos, quando aquecido passa a existir como pirofosfato ou ortofosfato em temperatura próxima a 1360°C quando o titânio entra em contato com a parede do molde. Os íons de fósforo, sílica, alumínio e oxigênio são reduzidos e se dissolvem no titânio como elementos da segunda e terceira camada.

A grande importância da camada de reação está relacionada com as propriedades mecânicas e físicas do titânio<sup>13, 20, 38</sup>. A “ $\alpha$ -case” aumenta a dureza<sup>2, 16, 20, 28</sup>, conseqüentemente diminui a ductilidade, a resistência ao alongamento e a resistência a fadiga<sup>13</sup>. A corrosão<sup>3, 13</sup> também sofre alteração, dificultando o polimento<sup>31</sup> e aumentando a rugosidade<sup>20</sup>, incluindo significativa influência sobre a adaptação de coroas fundidas<sup>12, 23, 43</sup>, além disso, pode interferir na biocompatibilidade e na adesão da porcelana<sup>3, 26</sup>.

O processo de fundição é complexo devido à extensa reatividade química do titânio com o oxigênio a altas temperaturas<sup>7, 15, 25, 36, 50, 61</sup>, tornando-se tecnicamente uma etapa muito sensível<sup>29, 60, 61</sup> necessitando de equipamentos<sup>7, 8, 12</sup> e revestimentos apropriados para minimizar essa contaminação durante a obtenção de uma estrutura fundida em titânio<sup>6, 41, 44, 46, 52, 57</sup>.

Revestimentos fosfatados a base de sílica tem sido comumente usados na odontologia para fundição de ligas com elevado ponto de fusão<sup>30</sup>. Apesar desses materiais apresentarem expansão suficiente para compensar a contração de fundição do titânio (em torno de 1,5%<sup>14</sup>), possuem óxidos de Si, P,



Fe, Al que são liberados<sup>21, 33, 41, 54</sup> e reagem mais intensamente com a superfície do titânio<sup>60</sup>, entretanto são materiais de baixo custo e de fácil manipulação<sup>41</sup>.

Em vista disso, além das máquinas dotadas de arco elétrico, vácuo e pressão controlada de argônio indicadas para fundição do titânio<sup>5, 9, 10, 22, 19, 50, 51, 57, 58, 64</sup>, revestimentos compostos por óxidos mais estáveis do que a SiO<sub>2</sub>, como MgO, ZrO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e CaO<sup>16, 22, 30, 31, 34, 41, 54</sup>, com menor tendência de induzir a formação de camada de reação<sup>33</sup>, tem sido empregados na fundição de titânio obtendo melhores resultados na porosidade<sup>21, 50</sup> fluidez<sup>25, 57</sup>, dureza<sup>16, 36</sup>, rugosidade<sup>20</sup> e adaptação marginal<sup>16, 34, 57, 58</sup>.

Os revestimentos a base de espinélio (MgO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) tem sido considerados mais estáveis quimicamente<sup>4, 9, 13, 35, 36, 51, 57</sup> apresentando menor contaminação de superfície conseqüentemente menor dureza<sup>4, 36, 13</sup> e expansão total adequada<sup>56, 57</sup> para compensar a contração de fundição do titânio<sup>34</sup>, com adaptação marginal satisfatória<sup>9</sup>. Já o revestimento a base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tem mostrado intensa camada de reação com o titânio constituída de TiO<sub>2</sub> e Ti<sub>3</sub>Al<sup>3</sup>. Guilin et al.<sup>16</sup> concordam que os revestimentos à base de SiO<sub>2</sub> (80 µm) e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (50 µm) podem apresentar maior espessura da “α-case” que os revestimentos a base de MgO (14 µm). Oda et al.<sup>36</sup> confirmam que peças fundidas com revestimento a base de alumina e zircônia apresentaram maior dureza do que aquelas fundidas com revestimento a base de magnésia e espinélio.

Vários autores<sup>21, 26, 31, 41, 52, 61</sup> têm estudado o uso de uma camada protetora de revestimento estável antes da inclusão do padrão de cera com revestimento fosfatado na tentativa de formar uma barreira protetora para prevenir as reações ente o revestimento e o titânio líquido durante a fundição e evitar que ocorra a difusão de elementos como Si, O, P, entre outros, que formam a camada de reação. Para controlar a extensa interface de reação, óxidos estáveis como ZrO<sub>2</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO e zirconita, que não são facilmente reduzidos pelo titânio, tem sido indicados para constituir a barreira de difusão<sup>61</sup>.

Papadopoulos et al.<sup>41</sup> estudaram a cobertura com ZrO<sub>2</sub> para eliminar a zona de contaminação e obtiveram fundições limpas, claras e sem sinal de contaminação. Hero, Waarli.<sup>19</sup> estudaram o preenchimento de molde e porosidade

do titânio e observaram que quando os padrões de fundição eram cobertos com óxido de zircônio e incluídos em Titavest CB (Morita, Osaka, Japan), à base de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{MgO}$ , as fundições apresentaram mínima porosidade.

A zona de contaminação aumenta a micro-dureza de superfície do titânio fundido, clinicamente causa redução do limite de fadiga e alongamento, aumenta a rugosidade de superfície resultando em adaptação marginal inadequada<sup>41</sup>. A camada de reação interfere nas propriedades físicas e mecânicas de metais e ligas fundidas<sup>14, 20</sup>, além de causar poros e trincas na superfície sugerindo a reatividade com o tipo de revestimento empregado<sup>54</sup>.

No presente estudo pode se observar que os grupos de revestimentos fosfatados onde se empregou a técnica de inclusão experimental (G3, G5 e G7), a medida de dureza foi menor, enquanto que os grupos compostos pelos revestimentos fosfatados com técnica de inclusão convencional (G2, G4 e G6) as médias de dureza foram as mais elevadas (Tabela 8).

Isso sugere que o uso de uma camada de revestimento a base de espinélio sobre o padrão de fundição prévio a inclusão em revestimento fosfatado serviu como barreira para contaminação de óxidos. Em concordância com esse estudo, Luo et al.<sup>31</sup> observaram que a dureza foi menor quando se empregou a zirconita em contato com o padrão antes da inclusão com revestimento fosfatado do que quando a inclusão foi realizada apenas com revestimento fosfatado. Hung et al.<sup>21</sup> notou que a modificação de um revestimento a base de  $\text{MgO}$  adicionando zircônia na composição diminuiu a camada de reação e a dureza e melhorou a fluidez e a porosidade.

O grupo controle G1 (Tabela 8), que consistiu da inclusão no revestimento a base de espinélio, mostrou valores intermediários de dureza. A explicação para esse resultado pode estar relacionada à composição dos revestimentos (Tabela 13). A análise de XRD revelou que G1 (RU) apresenta  $\text{Al}_2\text{O}_3$  livre, além de pequenas quantidades de  $\text{SiO}_2$ , presente na forma de  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$  e de Stishovite ( $\text{SiO}_6$ ). Como discutido anteriormente, a alumina e a sílica são óxidos que podem ser reduzidos pelo titânio. Ban et al.<sup>4</sup> observou que à

temperatura de 900°C, o óxido de titânio apresenta energia livre de formação de -709 kJ/mol, enquanto a energia livre de formação dos óxidos de CaO é de -1032 kJ/mol, MgO é de -956 kJ/mol, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> é de -856 kJ/mol e SiO<sub>2</sub> é de -699 kJ/mol. Observa-se que o valor que mais se aproxima do TiO<sub>2</sub> é o de SiO<sub>2</sub>, comprovando que o óxido de silício reagem mais facilmente com o titânio e promove maior dureza de superfície e espessura da camada de reação, seguido do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO e CaO, respectivamente.

Foi observado também na Tabela 13 que os revestimentos fosfatados apresentaram quantidades consideráveis de quartzo e cristobalita, o CA é o material que apresentou menor conteúdo de quartzo e maior de cristobalita, assim como o Mg<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> está mais abundante no CA. A alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), foi encontrada em grande quantidade apenas no revestimento RP, que por sua vez, obteve os melhores resultados quando empregado na técnica experimental, assim pode-se supor que 19,47% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> livre possa ter reagido com parte dos 58,50% de MgO presente no revestimento RU, que foi o material empregado como cobertura do padrão prévio a inclusão (Tabela 13). Assim, pode ter formado fase de espinélio (Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>), reduzindo o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> que poderia reagir com o titânio fundido<sup>2, 16, 36</sup>. O MgO restante no material avaliado, por sua vez, não reage com o titânio líquido por apresentar energia livre de formação mais negativa<sup>4, 16</sup>. Entretanto, esta suposição necessita ser comprovada por uma análise de amostras que simulem a combinação de camadas de revestimentos fosfatado com o revestimento à base de espinélio, empregado como cobertura, nos grupos de inclusão experimental.

O grupo G6 (298,0188 VHN) apresentou dureza maior quando comparado ao G4 (284,99 VHN) provavelmente devido à composição do Castorit Super C (Tabela 13). Este dado pode ser confirmado por Takahashi et al.<sup>53</sup> que observaram maior dureza nas fundições de titânio obtida com materiais que continham mais cristobalita.

Em relação à profundidade da camada de reação, os resultados desse trabalho mostraram que as camadas mais periféricas, próximas área de contato com o molde de revestimento, apresentaram maiores médias de dureza em todos os grupos (Tabela 9), confirmando os resultados de outros trabalhos relatados na

literatura<sup>21, 35, 50</sup>. Com o rastreamento da camada de reação por meio das leituras de dureza em várias faixas de espessura, pôde-se observar que houve diferenças estatísticas nas médias de dureza nas primeiras distâncias (25 e 50  $\mu\text{m}$ ), porém a partir da profundidade de 100  $\mu\text{m}$  as médias se aproximaram, havendo igualdade estatística entre os materiais nas distâncias de 200  $\mu\text{m}$  e 300  $\mu\text{m}$  para todos os grupos exceto para G3 que apresentou igualdade estatística a partir de 75  $\mu\text{m}$ . Assim, acredita-se que a espessura da camada de reação para o G3 foi aproximadamente 50  $\mu\text{m}$  e 75  $\mu\text{m}$  para os demais grupos (Tabela 10).

Luo et al.<sup>31</sup>, em concordância com os resultados desse estudo observaram no microscópio eletrônico de varredura que a camada de reação sobre a superfície do titânio foi menor que 35  $\mu\text{m}$  quando a cobertura com zirconita foi usada do que sem a cobertura de zirconita. Papadopoulos et al.<sup>41</sup>, mostraram em seus estudos que a cobertura de  $\text{ZrO}_2$  prévio a inclusão em revestimento fosfatado obtiveram fundições livres de contaminação quando comparado com o grupo que não foi usado  $\text{ZrO}_2$  e apresentou espessura de 100  $\mu\text{m}$  de camada de reação. Oda et al.<sup>36</sup> esclareceram que a espessura da camada de reação rica em O, Si, Al, Zr, Mg e P está em torno de 10 a 60  $\mu\text{m}$  e as fundições obtidas em revestimento a base de magnésio e espinélio mostraram-se menos contaminadas que as obtidas de materiais a base de alumina e zircônia.

Na comparação de um revestimento fosfatado com um a base de espinélio, Eliopoulos et al.<sup>13</sup> mostrou que a espessura da camada de peças fundidas a 250°C em revestimento fosfatado foi próximo a 80  $\mu\text{m}$  e as medidas de dureza estabilizaram em 90  $\mu\text{m}$ , enquanto no revestimento a base de espinélio superfície contaminada estendeu-se apenas até 20  $\mu\text{m}$ , mostrando que a contaminação obtida com os revestimentos fosfatados foi quatro vezes maior do que com os à base de espinélio.

Nesse estudo, as imagens obtidas pela microscopia óptica, apresentadas nas Figuras 16, 17, 18, 19, 20, 21 e 22 mostraram características micro-estruturais variadas, o grupo G3 mostrou estrutura muito refinada, com mínima zona acicular e grãos pequenos, com melhor aspecto até se comparado com o grupo controle G1. Os grupos G5 e G7 (técnica de inclusão experimental)

apesar de apresentarem zona de oxidação a estrutura era mais refinada quando comparados aos grupos G4 e G6 (técnica de inclusão convencional) que mostraram estruturas desorganizadas e com a formação de zona escura mais profunda, com evidência de oxidação. Acredita-se que ocorreu uma reação química entre o revestimento RU usado como cobertura e o revestimento fosfatado na técnica de inclusão experimental, principalmente no RP, devido a sua composição.

Guilin et al.<sup>16</sup> estudaram diferentes tipos de revestimentos que afetam a camada de reação das fundições de titânio e encontraram nas fundições realizadas com revestimento a base de  $\text{SiO}_2$  que a espessura da camada de reação foi aproximadamente 80  $\mu\text{m}$  (604,3 VHN) e estava dividida em 2 sub-camadas: a mais externa de 30  $\mu\text{m}$  consistia de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{TiO}_2$  e a mais interna de 50  $\mu\text{m}$  constituída de Ti e pequena quantidade de Si. No revestimento a base de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a dureza foi 486,6 VHN e 50  $\mu\text{m}$  de espessura, a primeira camada de 10  $\mu\text{m}$  apresentava  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , MgO,  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{TiO}_2$ ) e  $\text{Ti}_x\text{O}_y$ , a segunda camada de 40  $\mu\text{m}$  com Ti, Al e  $\text{Ti}_3\text{Al}$ . No refratário a base de MgO (411,8 VHN) a espessura foi de 14  $\mu\text{m}$ , a camada mais externa de 4  $\mu\text{m}$  (MgO,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Ti}_x\text{O}_y$ ) e a mais interna de 10  $\mu\text{m}$  (Ti, Al e Mg).

Na análise microscópica realizada por Koike et al.<sup>26</sup> para avaliar o comportamento da corrosão do Ti CP obtido com método de cobertura com  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{Y}_2\text{O}_3$  antes da inclusão com revestimento a base de MgO observaram que a microestrutura em contato com  $\text{Y}_2\text{O}_3$  nenhuma camada de reação foi identificada, por outro lado, na estrutura em contato com  $\text{ZrO}_2$  houve presença de camada de reação com 50  $\mu\text{m}$  de espessura e na análise de EDS elevada concentração de Zr (16% em massa) foi notada em 5  $\mu\text{m}$ , que foi diminuindo gradualmente até 40  $\mu\text{m}$ , além disso, na superfície que ficou em contato com MgO (sem cobertura) uma camada com 100  $\mu\text{m}$  foi formada com três subdivisões: 1- camada superficial laminar de 5  $\mu\text{m}$  com 5% em massa de Al e Zr que foi reduzindo até 30  $\mu\text{m}$ , 2- grãos com nódulos coagulados e 3- camada com hastes alongadas.

A análise da composição química da camada de reação mostra que, além de titânio e oxigênio, há significativa concentração de silício nas amostras

fundidas com revestimentos fosfatados sem cobertura (G4 e G6), exceto Rematitan Plus. Enquanto que nos grupo G1, G2 e G5 ocorreu maior concentração de alumínio (Tabela 11).

No estudo em que Atwood et al.<sup>2</sup> avaliaram a contaminação superficial do titânio pelo revestimento, foi observado que o Al e Si aparecem em solução sólida no titânio fundido. A redução do SiO<sub>2</sub> (quartzo ou cristobalita) e do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pode promover a dissolução do Si e do Al no metal e prover fonte de contaminação pelo oxigênio.

De acordo com Miyakawa et al.<sup>33</sup> apesar de considerar que a alumina não é reduzida pelo titânio, acreditam que este processo termodinamicamente é possível, através da formação do TiO. Como o revestimento Rematitan Ultra é composto por espinélio (MgO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), empregado como cobertura, explica-se a alta concentração de Al na camada de reação. Já para o Rematitan Plus (à base de fosfato), a explicação pode ser encontrada na própria composição química do material (Tabela 13). Como se trata de um revestimento fosfatado específico para titânio, é possível que o fabricante tenha incluído a alumina em sua composição para limitar a contaminação pela sílica.

Em 1999, Papadopoulos et al.<sup>41</sup> mostraram que a alta afinidade química do titânio é capaz de reduzir muitos óxidos, formando a zona de reação que é constituída de três fases: fase  $\alpha$ -Ti com alto conteúdo de O (22 at %), fase  $\beta$ -Ti com notável conteúdo de Fe (6,7 at %), Si (2,4 at %) e Cr (1,0 at %) e fase Ti-Si com mistura de Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> e Ti<sub>3</sub>Si que do ponto de vista clínico essa contaminação é inaceitável.

A rugosidade de superfície de uma prótese é de grande importância para prevenir a retenção de microrganismos, a maior consequência da adesão de hospedeiros patogênicos para a superfície de estruturas metálicas é se alojar entre os dentes e a estrutura metálica na forma de placa subgengival e placa supragengival sendo responsável pelo aumento de doenças bucais como periodontite e cárie, além de acelerar o processo da biocorrosão<sup>6</sup>.

No presente trabalho foi possível observar que a menor rugosidade foi obtida com o revestimento Rematitan Ultra, específico para titânio, à base de

espinélio (Figura 15). Para os revestimentos Rema Exakt e Rematitan Plus o efeito da associação com a cobertura de espinélio propiciou redução significativa da rugosidade, particularmente para o RP houve a mais expressiva redução na rugosidade. Já para o Castorit Super C não foi observada diferença na rugosidade superficial proporcionada por ambas as técnicas.

Hsu et al.<sup>20</sup> avaliaram três tipos de revestimentos e obtiveram rugosidade média de titânio fundido em revestimento fosfatado de 2,29  $\mu\text{m}$ , à base de alumina (3,43 $\mu\text{m}$ ) e à base de magnésia (1,34  $\mu\text{m}$ ), confirmando que o MgO é menos reativo para induzir a camada de reação.

Jang et al.<sup>24</sup> compararam a precisão de fundição de estruturas de prótese removível e a rugosidade do titânio CP fundido em Rematitan Plus e de liga de cobalto-cromo, os resultados não mostraram diferenças estatísticas entre a rugosidade do Ti CP (104,43 nm) e CoCr (133,91 nm) que foram inferiores a 200 nm, média sugerida para prevenir a adesão de placa.

Os resultados relativos ao G1 (grupo controle) podem ser respaldados pelos achados de Nogueira<sup>35</sup> que verificou maior rugosidade em amostras fundidas em Rematitan Plus (revestimento fosfatado) comparadas com as do Rematitan Ultra e Trínell (revestimentos a base de espinélio), que foram semelhantes entre eles.

Alguns autores<sup>31, 41</sup> observaram que as fundições obtidas a partir de padrões cobertos com uma camada de zirconita apresentaram-se mais lisas e sem presença de fendas na superfície, provavelmente devido a não formação de “ $\alpha$ -case”.

Bezzon et al.<sup>6</sup> estudaram a rugosidade superficial e perda de massa após o polimento de ligas à base de NiCr, CoCr fundidas sob duas condições: 1 - chama de acetileno/oxigênio e 2 - fundição à vácuo; o Ti CP foi fundido em máquina com arco elétrico, vácuo e pressão de argônio onde obtiveram rugosidade média de 2,83 e 2,23  $\mu\text{m}$  para ligas de CoCr, 2,99, 2,43  $\mu\text{m}$  para liga de NiCr (respectivo as condições 1 e 2 de fundição) e 2,49  $\mu\text{m}$  para o titânio,

esses resultados mostraram que o tipo de fundição interfere na rugosidade de superfície.

Da mesma forma, o trabalho de Chan et al.<sup>10</sup>, em estudo que avaliaram o efeito da posição do conduto de alimentação, encontraram valores de rugosidade que variaram entre 2,1 a 3,0  $\mu\text{m}$ , em fundições empregando revestimento fosfatado. Em comum na metodologia destes artigos empregou-se jateamento com partículas de óxido de alumínio (50  $\mu\text{m}$ ), o que pode ter promovido algum grau de alisamento superficial, enquanto no presente trabalho foi feita limpeza apenas com ultra-som. O polimento realizado em máquinas centrífugas diminuiu a rugosidade do titânio para valores menores que 0,6  $\mu\text{m}$  após 50 segundos no estudo de Shimakura et al.<sup>45</sup>, mas segundo Mansueto et al.<sup>32</sup> o jateamento pode causar danos à estrutura.

Fluidez se refere à capacidade de produzir uma fundição completa sob determinadas condições. Deve ser enfatizado que é influenciada por muitos fatores como: temperatura de fundição, permeabilidade do molde, condutividade do molde e à máquina de fundição<sup>63</sup>.

Há grande dificuldade em realizar o teste de fluidez, pois existem estudos que relatam várias formas de padrão de fundição: tela de poliéster<sup>38, 62</sup>, placa<sup>22, 62</sup>, pires<sup>63</sup> e margem de coroas<sup>5, 50</sup>, além disso, a temperatura do molde é um dos fatores que mais influenciam a fluidez do metal<sup>21</sup>.

Em 1999, Wang et al.<sup>62</sup> avaliaram a fluidez do Ti CP, da liga de Ti6Al4V e da liga de Co-Cr variando a forma do corpo-de-prova (placa quadrada e tela) fundidos em revestimento a base de alumina (T-Invest GC). A fluidez na tela mostrou que não houve diferença estatística entre o Ti CP e a liga Ti6Al4V, porém apresentaram maior fluidez do que a liga de Co-Cr. O corpo-de-prova em placa mostrou que o Co-Cr apresentou menor fluidez significativa que o Ti CP nas duas espessuras estudadas.

Alguns requisitos são importantes para obter bons resultados de preenchimento do molde como: baixa temperatura de fundição para evitar a formação da camada de reação, pressão adequada para reproduzir mínimos



detalhes, e permeabilidade do revestimento<sup>66</sup>, além de máquina apropriada<sup>22</sup>. Bons resultados de fluidez foram obtidos com máquina de fundição centrífuga, seguido de máquina de pressão<sup>53, 63</sup>. Além disso, o revestimento deve propiciar o escape de gases formados durante a injeção da liga, devido a grande diferença de temperatura entre o metal fundido e o molde, pois o calor é transferido e o tempo de solidificação diminui<sup>41, 63</sup>. A retenção de gases no interior do molde aumenta a possibilidade de ocorrer inadequada fluidez, principalmente em áreas mais finas. Além disso, a reatividade do titânio com os revestimentos a base de fosfato pode favorecer a produção de gases<sup>66</sup>.

Apesar de muitos autores relatarem que elevadas temperaturas aumentam a reatividade do revestimento com o Ti líquido<sup>21</sup>, e que a estabilidade química do revestimento com o titânio tem influência sobre a fluidez<sup>5, 38</sup>. Oliveira et al.<sup>38</sup> contradiz, pois em seus estudos o Ti CP mostrou melhor fluidez quando o molde estava a 530°C (23,96%) do que a 480°C (14,66%) e a 430°C (12,54%).

Como destacado anteriormente, quando o titânio fundido entra em contato com a superfície do molde, os óxidos do revestimento são reduzidos e liberam elementos como Si, O, P, e Fe, para formar vários compostos com Ti ou permanecer como solução sólida após a solidificação<sup>33, 41, 61</sup>. Revestimentos fosfatados possuem quartzo cristalino e cristobalita na composição, e o SiO<sub>2</sub> e P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> são mais facilmente reduzidos pelo Ti do que MgO e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>61</sup>.

Nesse estudo a comparação entre cada revestimento fosfatado mostrou o aumento da fluidez com a técnica de inclusão experimental (Figura 14

Especula-se que a diferença entre a composição dos revestimentos fosfatados possa interferir na fluidez. Conforme a Tabela 13, o Castorit Super C tem mais cristobalita do que Rema Exakt e Rematitan Plus. Takahashi et al.<sup>53</sup> avaliou o efeito de diferentes composições de revestimentos fosfatados a base de cristobalita ou quartzo sobre a fluidez e dureza de fundições de Ti CP. Os revestimentos a base de cristobalita tiveram menor fluidez e maior dureza do que os moldes com quartzo. O que confirma os resultados encontrados nesse estudo no ensaio de dureza e microscopia óptica.

Alguns trabalhos<sup>21, 57, 58</sup> mostraram que a fluidez do Ti CP com revestimento a base de MgO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> é melhor do que com revestimento fosfatado. Nogueira<sup>35</sup> em 2009 avaliou a fluidez do Ti CP em um revestimento fosfatado (Rematitan Plus), e dois a base de espinélio (Rematitan Ultra e Trinel) que confirmaram os resultados desse estudo, pois os dois revestimentos a base de MgO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> não mostraram diferenças significativas entre si e obtiveram os melhores resultados do que com revestimento a base de fosfato.

Syverud, Hero<sup>50</sup> em 1995, observaram em seus estudos que a presença partículas de MgO aglomeradas formaram pequenos poros que aumentaram a permeabilidade do molde após testar quatro revestimentos: Bellavest, Rematitan Plus, Titavest CB e Titanium Vest, tendo obtido os melhores resultados com o revestimento Titavest CB, justificando o resultado devido a presença de MgO em sua composição. Wakasa et al.<sup>57</sup> obtiveram resultados similares no preenchimento do molde das fundições de coroas com revestimento a base de MgO e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> quando comparados a revestimento fosfatado.

Hero, Waarli.<sup>19</sup> (1991) analisaram os efeitos da pressão de argônio, ventilação do molde e permeabilidade dos materiais de revestimento sobre o preenchimento de molde, em corpos-de-prova com 3 pânticos pré-fabricados que foram cobertos com óxido de zircônio e acetato de zircônio e incluídos no Bellavest T e Titavest CB. Os resultados mostraram que a fluidez com Bellavest T não foi 100%, ao contrário do material Titavest CB que apresentou fluidez completa. A análise em microscopia eletrônica mostrou que as partículas de Titavest CB pareciam ser mais porosas e consistiam principalmente de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e MgO, enquanto as partículas do Bellavest T se apresentavam menos porosas e consistiam de SiO<sub>2</sub>.

A precisão marginal é a característica da fundição odontológica mais dependente da fluidez da liga metálica e pode ser analisada pela medida do desajuste marginal<sup>29</sup>. Acredita-se que a adaptação marginal é um dos achados clínicos mais relevantes, já que pode influenciar na espessura do cimento, no

periodonto de proteção, bem como no risco de cárie secundária em dentes e saúde peri-implantar nas próteses sobre implantes que é um fator decisivo no sucesso clínico em longo prazo.

A somatória das expansões de presa e térmica do revestimento para compensar a contração de fundição do titânio e a fluidez são dois fatores importantes para se obter boa adaptação marginal. A adaptação marginal é indispensável para o sucesso clínico de uma peça fundida<sup>55</sup>. No presente estudo, apenas o G2 não obteve média estatisticamente igual a do revestimento à base de espinelio (Rematitan Ultra) e do G3. Esses resultados estão em concordância com Leal et al.<sup>29</sup> (2006) que estudaram a influência do Rematitan Plus e Rematitan Ultra na precisão de coroas fundidas e, Ti CP a 430°C e o Rematitan Ultra apresentou melhores resultados de adaptação do que o Rematitan Plus.

O titânio é considerado um metal alternativo e de baixo custo comparado às restaurações indiretas de ouro, porém a técnica de fundição precisa ser aprimorada. A técnica de inclusão experimental foi significativamente melhor do que a técnica de inclusão convencional (Figura 23). Ainda assim, os valores médios obtidos no desajuste marginal dos componentes fundidos mostraram que, do ponto de vista clínico, são inaceitáveis. Recursos como abrasão interna, rotineiramente empregados nos laboratórios são procedimentos empíricos de difícil controle. A técnica da eletroerosão mostrou resultados satisfatórios nos estudos de Contreras et al.<sup>12</sup> e Sartori et al.<sup>44</sup>, entretanto, é um procedimento laboratorial complexo e pouco acessível comercialmente.

Outros pesquisadores alcançaram variados resultados em fundições de titânio comparado a outras ligas. Cecconi et al.<sup>8</sup> em estudo radiográfico, verificaram que 97% das 300 estruturas de próteses parciais removíveis fundidas em titânio e incluídas em revestimento a base de MgO apresentavam-se com desajuste, porém consideradas em condições aceitáveis de adaptação pelos autores. A precisão das coroas de titânio fundidas em revestimento a base de magnésia aglutinado por etil-silicato (revestimento MA) com adição de pó de MgO e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e pequena quantidade de zircônia na composição apresentou valores de adaptação variando entre 0,01 a 0,14 mm, obtendo boa fluidez e adaptação<sup>57</sup>.

Nogueira<sup>35</sup> (2009) avaliou o efeito do revestimento a base de espínélio (Rematitan Ultra e Trínél) na adaptação marginal de estruturas fundidas em titânio, quando comparado com revestimento fosfatado (Rematitan Plus), o grupo de TR (7,67  $\mu\text{m}$ ) foi melhor que o RU (8,35  $\mu\text{m}$ ) e o maior desajuste foi observado no grupo RP (20,82  $\mu\text{m}$ ).

Por outro lado, Chai, Stein<sup>9</sup> (1995) avaliaram o desajuste marginal em coroas de Ti CP fundidas a 910°C e compararam com fundições convencionais com ligas ouro-paládio, tendo verificado que a discrepância marginal do titânio (39,7+-13,0 $\mu\text{m}$ ) foi superior a das ligas (29,9+-10,8 $\mu\text{m}$ ). Al- Wazzan et al.<sup>1</sup> realizaram estudo “in vitro” da adaptação marginal e interna de fundição de coroas de titânio puro e liga de Ti6AlV fundidos em Rematitan Ultra e a menor discrepância marginal foi observada nas coroas unitárias fundidas na liga de Ti6AlV (36,87 $\mu\text{m}$ ) comparadas com as de TiCP (42,05 $\mu\text{m}$ ). Estudos realizados “in vitro” em 2001<sup>48</sup> e “in vivo” em 2002<sup>47</sup> mostraram que coroas parciais de titânio apresentaram níveis de adaptação, comparáveis às coroas de metal precioso.

As limitações dos revestimentos fosfatados quanto ao desajuste marginal são confirmadas pelo estudo de Mori et al.<sup>34</sup> que mediram o desajuste de coroas fundidas em titânio empregando dois revestimentos fosfatados Rematitan Plus e Tai-Invest e um á base de MgO (Titavest CB). Verificaram que o desajuste dos revestimentos à base de fosfato foi extremamente elevado, sendo 1.558  $\mu\text{m}$  para o Rematitan Plus, 1.277  $\mu\text{m}$  para o Tai-Vest, contra 600  $\mu\text{m}$  e 151  $\mu\text{m}$  para o Titavest CB, aquecido até 900 ou 950°C, respectivamente. Low, Mori<sup>30</sup>, em outro estudo confirmaram o melhor desempenho do revestimento Titavest CB (à base de magnésio) que o revestimento fosfatado Tai- Invest (fosfatado).

Alguns autores<sup>1, 41</sup> acreditam que um revestimento com menor reatividade química pode melhorar a adaptação marginal Papadopoulos et al.<sup>41</sup> sugerem que a camada contaminada aumenta a rugosidade de superfície interferindo na adaptação. Outros pesquisadores<sup>21, 31, 41, 52</sup> mostraram bons resultados quando a cobertura com ZrO<sub>2</sub> foi aplicada antes da inclusão com revestimentos fosfatados em virtude da formação de uma barreira protetora, mas

nenhum estudo empregando a técnica de inclusão que se usa uma cobertura de espinélio verificou a adaptação da fundição de copings de titânio sobre implantes.

Há ainda muito a ser estudado no vasto campo da fundição do titânio, que ao mesmo tempo em que é um material extremamente rico em suas propriedades é também limitado, dado às dificuldades técnicas à obtenção de estruturas protéticas de qualidade. Além disso, é possível que, apesar de encontrarmos resultados favoráveis quando se empregou a técnica de inclusão experimental para os revestimentos fosfatados em vários aspectos, a expansão dos revestimentos pode ter sido insuficiente, o que pode ter interferido nos resultados da medida da adaptação marginal dos componentes protéticos.

## ***7 Conclusão***

Considerando as limitações desse estudo pode-se concluir que:

- A fluidez e a rugosidade apresentaram melhores valores no grupo controle, G1 (Rematitan Ultra), e o fator técnica de inclusão mostrou que a aplicação de cobertura do padrão de cera com a técnica experimental resultou melhor fluidez nos três revestimentos fosfatados (RP, RE e CA), porém para a rugosidade o grupo 7 (CA + RU) da técnica experimental não apresentou melhoras se comparado ao grupo 6 (CA) da técnica convencional
- A dureza Vickers mostrou os menores valores de dureza no grupo G3, enquanto a maior média foi obtida no grupo G6, enquanto o grupo controle (G1) apresentou valores intermediários. A técnica de inclusão experimental melhorou o aspecto dureza das amostras. A camada mais superficial (25 µm) apresentou maiores valores de dureza Vickers. A partir de 100 µm houve estabilidade dos valores de dureza.
- A microscopia óptica mostrou que na técnica de inclusão convencional os revestimentos fosfatados apresentaram zona escura, indicativa da camada de oxidação, enquanto que nos grupos da técnica experimental observou-se microestrutura mais refinada.
- A análise da composição química mostrou que os principais elementos das amostras são o titânio e o oxigênio, porém pode-se observar que há um aumento significativo na concentração de silício nos grupos obtidos pela técnica de inclusão convencional se comparado à inclusão experimental.
- A adaptação marginal mostrou que não houve diferença entre o grupo G1 e os demais grupos, exceto o grupo G2 (RP pela técnica de inclusão convencional).

- Na análise da composição química dos revestimentos fosfatados notou-se que os materiais RP, RE e CA apresentam quartzo, cristobalita e em diferentes concentrações e o RP é o único entre eles que contém alumínio na composição, enquanto o RU é composto basicamente por magnésia e alumina.

## ***8 Referências***

1. Al Wazzan K A, Al-Nazzawi A A. Marginal and internal adaptation of commercially pure titanium and TiAl4V alloy cast restorations. *J Contemp Dent Pract.* 2007; 8: 19-26.
2. Atwood R C, Lee P D, Curtis R V. Modeling the surface contamination of dental titanium investment castings. *Dent Mat.* 2005; 21: 178-869.
3. Atwood R C, Lee P D, Curtis R V, Maijer D N. Modeling the investment casting of a titanium crown. *Dent Mater.* 2007; 23: 60-70.
4. Ban S, Watanabe T, Mizutani N, Fukui H, Hasegawa J, Nakamura H. Interfacial oxidations of pure titanium and titanium alloys with investments. *Dent Mater J.* 2000; 19: 352-62.
5. Bessing C, Bergman M. The castability of unalloyed titanium in three different casting machines. *Swed Dent J.* 1992; 16: 109-13.
6. Bezzon O L, Pedrazzi H, Zanquinelli O, Cambuy T B. Effect of casting technique on surface roughness and consequent mass loss after polishing of NiCr and CoCr base metal alloys: a comparative study with titanium. *J Prosthet Dent.* 2004; 92: 274-7.
7. Blackman R, Barghi N, Tran C. Dimensional changes in casting titanium removable partial denture frameworks. *J Prosthet Dent.* 1991; 65: 309-15.
8. Cecconi B T, Koeppen R G, Phoenix R D, Cecconi M L. Casting titanium partial denture frameworks: a radiographic evaluation. *J Prosthet Dent.* 2002; 87: 277-80.
9. Chai T, Stein R S. Porosity and accuracy of multiple-unit titanium casting. *J Prosthet Dent.* 1995; 73: 534-41.
10. Chan D, Guillory V, Blackman R. The effect of sprue design on the roughness and porosity of titanium castings. *J Prosthet Dent.* 1997; 78: 400-4.

---

\*De acordo com o estilo Vancouver. Disponível no site: [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)



11. Chan D C N, Blackman R, Kaiser D A, Chung K. The effect of sprue design on the marginal accuracy of titanium castings. *J Oral Rehabil.* 1998; 25: 424-29.
12. Contreras E F R, Henriques G E P, Giolo S R, Nóbilo M A A. Fit of cast commercially pure titanium and Ti-6Al-4V alloy crowns before and after marginal refinement by electrical discharge machining. *J Prosthet Dent.* 2002; 88: 467-72.
13. Eliopoulos D, Zinelis S, Papadopoulos T. The effect of investment material type on the contamination zone and mechanical properties of commercially pure titanium castings. *J Prosthet Dent.* 2005; 94: 539-48.
14. Ferreira AR, Adabo GL, Peitl Filho O, Fonseca R G. Evaluation of the thermal shrinkage of titanium and the setting and thermal expansion of phosphate-bonded investments. *J Prosthet Dent.* 2007; 98: 24-9.
15. Fragoso W S, Henriques G E P, Contreras E F R, Mesquita MF. The influence of mold temperature on the fit of cast crowns with commercially pure titanium. *Braz Oral Res.* 2005; 19: 139-43.
16. Guilin Y, Nan L, Yousheng L, Yning W. The effects of different types of investment on the alpha-case layer of titanium castings. *J Prosthet Dent.* 2007; 97: 157-64.
17. Hero H, Waarli M. Effect of vacuum and supertemperature and mold filling during casting. *Scand J Dent Res.* 1991; 99: 55-9
18. Hero H, Syverud M, Waarli M. Mold filling and porosity in casting of titanium. *Dent Mat.* 1993; 9: 15-8.
19. Hero H, Syverud M, Waarli M. Porosity and mould filing of titanium castings. *J Mater Sci Mater Med.* 1993; 4: 296-9.
20. Hsu H C, Kikuchi H, Yen M, Nishiyama M. Evaluation of different bonded investments for dental titanium casting. *J Mater Sci Mater Med.* 2005; 16: 821-5.

21. Hung C-C, Hou G-L, Tsai C-C, Huang C-C. Pure titanium casting into zirconia – modified magnesia – based investment molds. *Dent Mater.* 2004; 20: 846-51.
22. Ida K, Togaya T, Tsutsumi S, Takeuchi M. Effect of magnesia investment in the dental casting of pure titanium or titanium alloys. *Dent Mater.* 1982; 1: 8-21.
23. Inoue T, Inoue A, Asai M. Fit and dimensional changes of cast CP titanium crowns fabricated using sintered molds. *Dent Mater J.* 2001; 20: 195-205.
24. Jang K-S, Youn S-J, Kim Y-S. Comparison of castability and surface roughness of commercially pure titanium and cobalt-chromium denture frameworks. *J Prosthet Dent.* 2001; 86: 93-8.
25. Kikuchi H, Onouchi M, Hsu H-C, Kurotani T, Nishiyama M. Titanium casting: the surface reaction layer of castings obtained using ultra-low temperature molds. *J Oral Sci.* 2001; 43: 27-33.
26. Koike M, Cai Z, Fujii H, Brezner M, Okabe T. Corrosion behavior of cast titanium with reduced surface reaction layer made by a face-coating method. *Biomaterials*, 2003; 24: 4541-49.
27. Larson A C, Von Dreele R B. GSAS: General structure analysis system. [Acesso em 2009 mai.24]. Disponível em: <http://www.ccp14.ac.uk/ccp/ccp14/ftp-mirror/gsas/public/gsas/...>
28. Lautenschlager E, Monaghan P. Titanium and titanium alloys as dental materials. *Int Dent J.* 1993; 43: 245-53.
29. Leal M B, Paulino S M, Pagnano V O, Bezzon O L. Influence of investment type and sprue number on the casting accuracy of titanium crown margins. *J Prosthet Dent.* 2006; 95: 42-9.
30. Low D, Mori T. Titanium full crown casting: thermal expansion of investments and crown accuracy. *Dent Mater.* 1999; 15: 185-90.
31. Luo X-P, Guo T W, Ou Y-G, Liu Q. Titanium casting into phosphate bonded investment with zirconite. *Dent Mater.* 2002; 18: 512-5.

32. Mansueto M A, Varret R G, Phoenix R D. Microabrasion of cast metal margins - a warning. *J Prostodont.* 2007; 16:136-40.
33. Miyakawa O, Watanabe K, Okawa S, Nakano S, Kobayashi M, Shiokawa N. Layered structure of cast titanium surface. *Dent Mater J.* 1989; 8: 175-85.
34. Mori T, Jean-Louis M, Yabugami M, Togaya T. The effect of investment type on the fit of cast titanium crowns. *Aust Dent J.* 1994; 39: 348-52.
35. Nogueira F. Efeito de um revestimento com processamento rápido para fundição de titânio na camada de reação, porosidade interna, fluidez, rugosidade superficial e adaptação marginal de copings [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2009.
36. Oda Y, Kudoh Y, Kawada M Y, Hasegawa K. Surface reaction between titanium castings and investments. *Bull Tokyo Dent Coll.* 1996; 37: 129-36.
37. Ohkubo C, Hosoi T, Ford J P, Watanabe, I. Effect of surface reaction layer on grindability of cast titanium alloys. *Dent Mater.* 2006; 22: 268-74.
38. Oliveira P C G, Adabo G L, Ribeiro R F, Rocha S S. The effect of mold temperature on castability of CP Ti and Ti-6Al-4V castings into phosphate bonded investment materials. *Dent Mater* 2006; 22:1098-1102.
39. Oliveira P C G, Adabo G L, Ribeiro R F, Rocha S S, Ávila F A, Valle A L. Influence of the final temperature of investment heating on the tensile strength and vickers hardness of CP Ti and Ti6Al4V alloy. *J Appl Oral Sci.* 2007;15:44-8.
40. Oyagüe R C, Turrión A S, Toledano M, Monticelli F, Osorio R. In vitro vertical misfit evaluation of cast frameworks for cement-retained implant-supported partial prostheses. *J Dent.* 2009; 37: 52-8.
41. Papadopoulos T, Zinelis S, Vardavoulis M. A metallurgical study of the contamination zone at the surface of dental Ti castings, due to the phosphate-bonded investment material: the protection efficacy of a ceramic coating. *J Mater Sci.* 1999; 34: 3639-46.
42. Ritveld H M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *J Appl Crystallogr.* 1969; 65: 71.

43. Rocha S S. Efeito da concentração de líquido especial da temperatura do molde de revestimentos na desadaptação marginal de coroas fundidas em titânio [tese doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2005.
44. Sartori I A M, Ribeiro R F, Francisconi C E, Mattos M G C. In vitro comparative analysis of the fit of gold alloy or commercially pure titanium implant-supported prostheses before and after electroerosion. *J Prosthet Dent.* 2004; 92: 132-8.
45. Shimakura M, Yamamoto M, Nakajima K, Yoshida N. Application of a centrifugal shooting type polishing system to polish pure titanium. *Dent Mater J.* 2000; 19: 405-12.
46. Soo S, Palmer R, Curtis R V. Measurement of the setting and thermal expansion of dental investments used for the superplastic forming of dental implant superstructures. *Dent Mater.* 2001; 17: 247-52.
47. Stoll R, Makris P, Stachniss V. Marginal adaptation of cast partial crowns made of pure titanium and gold alloy under influence of manual burnishing technique. *J Oral Rehabil.* 2001; 28: 401-6.
48. Stoll R, Fischer C, Springer M, Stachniss V. Marginal adaptation of partial crowns cast in pure titanium and in a gold alloy – an “in vitro” study *J Oral Rehabil.* 2002; 29:1-6.
49. Sunnerkrantz P A, Syverud K, Hero H. Effect of casting atmosphere on the quality of Ti-crowns. *Scand. J Dent Res.* 1990; 98: 268-72.
50. Syverud M, Hero H. Mold filling of Ti casting using investments with different gas permeability. *Dent Mater.* 1995; 11: 14-8.
51. Syverud M, Okabe T, Hero H. Casting of Ti-6Al-4V alloy compared with pure Ti in an Ar-arc casting machine. *Eur J Oral Sci.* 1995; 103: 327-30.
52. Taira M, Moser JB, Greener E H. Studies of Ti alloys for dental castings. *Dent Mater.* 1989; 5: 45-50.
53. Takahashi J, Zhang J Z, Okazaki M. Castability and surface hardness of titanium cast plates obtained from experimental phosphate-bonded silica investment molds. *Dent Mater J.* 1993; 12: 238-44.

54. Takahashi J, Kimura H, Lautenschlager E P, Chern Lin J H, Moser JB, Greener E H. Casting pure titanium into commercial phosphate-bonded SiO<sub>2</sub> investment molds. *J Dent Res.* 1990; 69: 1800-5.
55. Tiozzi R, Rodrigues R C S, Mattos M G C, Ribeiro R F. Comparative analysis of the fit of 3-unit implant supported frameworks cast in nickel-chromium and cobalt-chromium alloys and commercially pure titanium after casting, laser welding, and simulated porcelain firings. *Int J Prosthodont.* 2008; 21:121-3.
56. Torres E M, Rodrigues R C S, Mattos M G C, Ribeiro R F. The effect of commercially pure titanium and alternative dental alloys on the marginal fit of one-piece cast implant frameworks. *J Dent.* 2007; 35: 800-5.
57. Wakasa K, Yamaki M. Dental magnesia-based investment for casting titanium. *J Mater Sci Letters.* 1994; 13: 416-8.
58. Wakasa K, Yamaki M. Dental magnesia-based investment for cast titanium crown: setting and fitness. *J Mater Sci.* 1995; 6:479-82.
59. Wang R R, Boyle A M. A simple method for inspection of porosity in titanium castings. *J Prosthet Dent.* 1993; 70: 275-6.
60. Wang R R, Fenton A. Titanium for prosthodontic applications: a review of the literature. *Quintessence Int.* 1996; 27: 401-8.
61. Wang RR, Welsch GE, Castro-Cedeno M. Interfacial reactions of cast titanium with mold materials. *Int J Prosthodont.* 1998; 11: 33-43.
62. Wang T J, Kobayashi E, Doi H, Yoneyama T. Castability of Ti6Al7Nb alloy for dental casting. *J Med Dent Sci.* 1999; 46: 13-9.
63. Watanabe I, Woldu M, Watanabe K, Okabe T. Effect of casting method on castability of titanium and dental alloys. *J Mater Sci.* 2000; 11: 547-53.
64. Watanabe I, Watkins J H, Nakajima H, Atsuta M, Okabe T. Effect of pressure difference on the quality of titanium casting. *J Dent Res.* 1997; 76: 773-9.
65. Wu M, SchadlicStubenrauch J, Augthun M, Sahm P R, Spiekermann H. Computer aided prediction and control of shrinkage porosity in titanium dental castings. *Dent Mat.* 1998; 14: 321-8.

66. Wu M, Augthun M, Wagner I, Sahm PR. Numerical simulation of the casting process of titanium tooth crowns and bridges. *J Mater Sci Mater Med.* 2001; 12: 485-90.
67. Zinelis S. Effect of pressure of helium, argon, krypton, and xenon on the porosity, microstructure, and mechanical properties of commercially pure titanium castings. *J Prosthet Dent.* 2000; 84: 575-82.

Autorizo a reprodução deste trabalho  
(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 24 de junho de 2009

ANELISE RODOLFO FERREIRA PIERALINI