

VANESSA ZULEMA CCAHUANA VÁSQUEZ

RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO ENTRE LIGAS
METÁLICAS E CERÂMICAS SUBMETIDA À CICLAGEM
TÉRMICA E MECÂNICA, E ANÁLISE DA INTERFACE POR
MEV E EDS

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Prótese Dentária.

Livros Grátis

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

VANESSA ZULEMA CCAHUANA VÁSQUEZ

RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO ENTRE LIGAS
METÁLICAS E CERÂMICAS SUBMETIDA À CICLAGEM
TÉRMICA E MECÂNICA, E ANÁLISE DA INTERFACE POR
MEV E EDS

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Prótese Dentária.

Orientador Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara.

São José dos Campos
2005

Apresentação gráfica e normalização de Acordo com:

BELLINI, A.B.; SILVA, E.A. **Manual para elaboração de monografias**: estrutura do trabalho científico. São José dos Campos: FOSJC/UNESP, 2002. 82p.

VÁSQUEZ, V. Z. C. **Resistência ao cisalhamento entre ligas metálicas e cerâmicas submetida à ciclagem térmica e mecânica, e análise da interface por MEV e EDS**. 2005. 128f. Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora, Especialidade em Prótese Dentária) Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista. São José dos Campos.

DEDICATÓRIA:

A **Deus** por me iluminar e dar força para vencer os desafios durante minha existência.

Aos meus pais, **Alberto e Carmen**, que com sacrifício deixaram de lado seus sonhos para realizarem os meus, e com amor e compreensão me ensinaram a amar.

A meus irmãos **Renzo e Aldo**, que sempre me deram a maior força de perto e de longe para ter a certeza que estava no caminho certo e não desistir.

dedico este trabalho.

"O homem é peregrino por toda sua vida, peregrino do Absoluto, que viaja em direção a uma meta, procurando o rosto de Deus"

João Paulo II.

Ao **Professor Adjunto Estevão Tomomitsu Kimpara**, meu mais profundo reconhecimento pela orientação, paciência, amizade e estímulo contínuos, tão importantes desde minha chegada.

muito obrigada

Ao **Professor Adjunto Marco Antonio Bottino**, minha admiração e agradecimento pela oportunidade que me proporcionou no curso de Pós-graduação, confiando, incentivando e auxiliando sempre, de maneira incansável.

muito obrigada

A **Rander Pereira Avelar** pelo carinho, apoio e exemplo, nenhum caminho é longo demais quando um amigo nos acompanha.

muito obrigada

"Tive a grande sorte de encontrar mestres de verdade, amigos autênticos, que me ensinaram sem reservas tudo quanto quis saber; não precisei de artimanhas para lhes roubar a sua ciência, porque me indicaram o caminho mais fácil, embora a eles lhes tenha custado duro trabalho e sofrimentos descobri-lo..."

São Josémaría Escrivá

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de São José dos Campos- Universidade Estadual Paulista Julio de Mesquita Filho –UNESP, pela realização do meu curso de Doutorado.

Ao Diretor e Professor Adjunto Paulo Villela Santos Júnior e ao Vice-Diretor, Professor Doutor José Roberto Rodrigues.

Ao Professor Adjunto Clóvis Pagani, Coordenador do Curso de Pós-graduação.

Ao Professor Ivan Balducci, pelo incentivo, orientação e auxílio na análise estatística.

Ao Professor Doutor Renato Sussumu Nishioka, pela amizade e incentivo constante.

À Diretora técnica da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos - UNESP, Ângela de Britto Bellini, pela orientação e revisão da apresentação gráfica, normalização da redação e referências bibliográficas.

Aos docentes e funcionários do Departamento de Prótese e Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos - UNESP, pela contribuição e incentivo no aprendizado desta área da Odontologia.

Às secretárias da seção de Pós-graduação Erena Michie Hasegawa, Rosmery de Fátima Salgado Pereira e Maria Aparecida C. de Souza pelas informações durante o curso de Doutorado.

Aos meus queridos amigos Edson Hilgert, Fabiola Pessoa Pereira Leite, Alberto Noriyuki Kojima, Alfredo Mesquita, Gilberto Duarte, Diego Klee Vasconcellos, que enriqueceram minha vida mais do que eu poderia expressar. A vida é uma seqüência de episódios, acredito que algumas pessoas são enviadas no nosso encontro, quando mais precisamos, jamais os esquecerei muito obrigada.

Aos colegas do doutorado Leonardo Buso, Elza Maria Valadares da Costa, Denisse Kanashiro Oyafuso, Luis Felipe Valandro, Daniel Andreatta e Renato Jóias, pelo convívio, exemplo e amizade, meu maior respeito e gratidão.

Aos colegas do mestrado Graziela Galhano, Guilherme Saavedra, Alexandre Alonso, Karine Landim, Renata Melo, Fernanda Camargo, Renata Faria, entre outros, pela oportunidade de reafirmar que a chegada de um novo dia é também a bem vinda de novos aprendizados.

Aos colegas do Doutorado da especialidade em Dentística Fabio Matuda, Alexandre Borges, Cláudio Kubo pela amizade que se estabeleceu durante o curso.

Aos meus queridos amigos Carolina Pohl, José Choy, Abel Castro e Zulema Velásquez, pelo incentivo e apoio que me deram quando decidi começar uma nova etapa aqui em Brasil, minha maior gratidão.

A Marcelo Silva, pelo carinho, compreensão e apoio durante esta etapa tão importante na minha vida. Ainda algum dia conheça todos os mistérios e toda a ciência; ainda que eu tenha tamanha fé, a ponto de transportar montanhas, se não tiver amor não serei.

Às minhas queridas amigas Karla, Sarina e Márcia a saudade de estar distante de casa se faz menos forte quando encontramos no nosso caminho irmãs de coração.

À família Castilho Almeida: Fátima, Juarez e Anderson, pelo apoio, carinho e acolhida desde que cheguei ao Brasil.

À técnica Maria Lúcia Brisson, do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), pela disposição na obtenção das imagens no MEV.

Ao Professor Doutor Durval Rodrigues Jr, do Departamento de Engenharia de Materiais, Faculdade de Engenharia Química de Lorena-FAENQUIL.

À fundação para o Desenvolvimento da UNESP (FUNDUNESP), pela verba de bolsa de estudo concedida.

A todos aqueles que, direta ou indiretamente, contribuíam para a realização deste trabalho.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	9
LISTA DE QUADROS.....	15
LISTA DE TABELAS.....	17
LISTA DE ABREVIATURAS E SIMBOLOS.....	18
RESUMO.....	20
1 INTRODUÇÃO.....	21
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	25
2.1 Titânio.....	25
2.2 Ensaio mecânicos.....	28
2.3 União metal/cerâmica.....	32
2.4 Ciclagem térmica e mecânica.....	47
3 PROPOSIÇÃO.....	52
4 MATERIAL E MÉTODO.....	53
4.1 Obtenção dos corpos-de-prova.....	54
4.1.1 Fundição dos padrões de cera em liga de Ouro.....	56
4.1.2 Fundição dos padrões de cera em liga de Titânio comercialmente puro (Ti cp).....	58
4.1.3 Tratamento superficial das estruturas metálicas.....	61
4.1.4 Aplicação da porcelana.....	61
4.2 Ciclagem térmica e mecânica.....	67
4.3 Teste de cisalhamento.....	68
4.4 Análise do tipo de fratura.....	70
4.5 Análise topográfica com microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	70
4.6 Análise química via MEV+EDS.....	71
4.7 Análise estatística dos dados.....	73

5 RESULTADOS.....	75
5.1 Ensaio de cisalhamento.....	75
5.1.1 Efeito da ciclagem térmica e mecânica.....	77
5.1.2 Efeito sistema (grupos metal/cerâmicos).....	78
5.1.3 Efeito das condições experimentais sobre a resistência adesiva.....	78
5.2 Análise do tipo de fratura.....	80
5.3 Análise topográfica com MEV.....	84
5.4 Análise química da interface metal/cerâmica via MEV+EDS.....	89
6 DISCUSSÃO.....	94
7 CONCLUSÃO.....	105
8 REFERÊNCIAS.....	106
9 APÊNDICES.....	115
10 <i>ABSTRACT</i>	128

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 -	Classificação das falhas de adesão porcelana X metal (adaptada de O'Brien, 1989).....	34
FIGURA 2 -	Desenho esquemático da estrutura metálica do corpo-de-prova.....	54
FIGURA 3 -	Desenho do dispositivo utilizado para a confecção do enceramento padrão: a) anel cilíndrico utilizado como matriz para verter a cera; b) dispositivo para remoção do enceramento.....	55
FIGURA 4 -	Dispositivo metálico: a) separado; b) em posição para remoção do enceramento; c) padrão de cera no dispositivo; d) padrão de cera final.....	55
FIGURA 5 -	Padrão de cera: a) corpo-de-prova em cera; b) padrões de cera fixado a canal de alimentação.....	57
FIGURA 6 -	Corpos-de-prova fundidos: a) antes do retiro total do revestimento; b) estrutura metálica final.....	58
FIGURA 7 -	Equipamento utilizado para fundição: a) máquina de fundição (Rematitan® Autocast); b) vista interna da máquina de fundição.....	60
FIGURA 8 -	Processo de Fundição: a) circulação do gás protetor; b) evacuação; c) fluxo do argônio; d) fundição da liga, e) colado; f) circulação do ar.....	60
FIGURA 9 -	Dispositivo para aplicação da cerâmica a) vista frontal da matriz em teflon e alumínio; b) vista de perfil da matriz.....	62

FIGURA 10 -	Aplicação da cerâmica: a) estruturas metálicas com a camada de opaco; b) corpo-de-prova posicionado na matriz.....	64
FIGURA 11-	Corpo-de-prova: a) esquema com as respectivas dimensões; b) corpo-de-prova finalizado.....	64
FIGURA 12 -	Dispositivo para realização da ciclagem mecânica: a) dispositivo metálico com duas partes para posicionar o corpo-de-prova; b) aplicação da carga sobre o corpo-de-prova posicionado no dispositivo.	67
FIGURA 13 -	Dispositivo para o ensaio mecânico: a) peça externa; b) peça interna; c) corpo-de-prova posicionado no dispositivo.....	69
FIGURA 14 -	Dispositivo para o ensaio mecânico em corte longitudinal: a) peça externa; b) peça interna; c) corpo-de-prova.....	70
FIGURA 15 -	Amostras embutidas em resina epóxi, para a leitura do MEV e EDS.....	72
FIGURA 16 -	Gráfico das médias (\pm desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (valores em MPa) para os quatro grupos metal/cerâmicos, com e sem ciclagem térmica e mecânica.....	76
FIGURA 17 -	Gráfico de médias, referente às oito condições experimentais, para os dados de resistência adesiva estabelecidas pelas variáveis: sistema e ciclagem.....	79
FIGURA 18 -	Fotografia (X25) das amostras fraturadas do G1. Sem ciclagem: a) estrutura metálica; b) estrutura cerâmica. Com ciclagem: c) estrutura metálica; d) estrutura cerâmica.....	81

FIGURA 19 - Fotografia (X25) das amostras fraturadas do G2. Sem ciclagem: a) estrutura metálica; b) estrutura cerâmica. Com ciclagem: c) estrutura metálica; d) estrutura cerâmica.....	82
FIGURA 20 - Fotografia (X25) das amostras fraturadas do G3. Sem ciclagem: a) estrutura metálica; b) estrutura cerâmica. Com ciclagem: c) estrutura metálica; d) estrutura cerâmica.....	83
FIGURA 21 - Fotografia (X25) das amostras fraturadas do G4. Sem ciclagem: a) estrutura metálica; b) estrutura cerâmica. Com ciclagem: c) estrutura metálica; d) estrutura cerâmica.....	83
FIGURA 22a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G1 sem ciclagem (X15).....	84
FIGURA 22b - Aspecto da superfície metálica do G1 (X500): A – metal e B – cerâmica aderida.....	84
FIGURA 23a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G1 com ciclagem (X15).....	85
FIGURA 23b - Aspecto da superfície metálica do G1 (X500): A – metal e B – cerâmica aderida.....	85
FIGURA 24a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G2 sem ciclagem (X15).....	86
FIGURA 24b - Aspecto da superfície metálica do G2 (X500): A – metal, B – agente adesivo e C - cerâmica aderida	86
FIGURA 25a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G2 com ciclagem (X15).....	86
FIGURA 25b - Aspecto da superfície metálica do G2 (X75): A – metal, B – agente adesivo e C - cerâmica aderida	86
FIGURA 26a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G3 sem ciclagem (X15).....	87

FIGURA 26b - Aspecto da superfície metálica do G3 (X500): A – metal, B - cerâmica aderida.....	87
FIGURA 27a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G3 com ciclagem (X15).....	87
FIGURA 27b - Aspecto da superfície metálica do G3 (X500): A – metal, B - cerâmica aderida.....	87
FIGURA 28a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G4 sem ciclagem (X15).....	88
FIGURA 28b - Aspecto da superfície metálica do G4 (X500): A – metal, B – agente adesivo e C - cerâmica aderida	88
FIGURA 29a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G4 com ciclagem (X15).....	88
FIGURA 29b - Aspecto da superfície metálica do G4 (X500): A – metal, B – agente adesivo e C - cerâmica aderida	88
FIGURA 30 - MEV da interface Au/Omega 900 após seção longitudinal: A- metal; B– zona de interação; C– cerâmica (X1000). A microanálise com EDS foi realizada nos 11 pontos de marcação registrado a traves da interface.....	89
FIGURA 31 - Gráfico comparativo do peso (%) dos elementos químicos presentes na interface Au/Omega 900 obtidos a partir dos 11 pontos de marcação.....	90
FIGURA 32 - MEV da interface Ti cp/Triceram após seção longitudinal: A–Metal; B– zona de interação; C– cerâmica (X800). A microanálise com EDS foi realizada nos 11 pontos de marcação registrado a traves da interface.....	91
FIGURA 33 - Gráfico comparativo do peso (%) dos elementos químicos presentes na interface Ti cp/Triceram obtidos a partir dos 11 pontos de marcação	91

FIGURA 34 -	MEV da interface Ti cp/Super Porcelain TI22 após seção longitudinal: A–metal; B– zona de interação; C– cerâmica (X500). A microanálise com EDS foi realizada nos 11 pontos de marcação registrado a traves da interface.....	92
FIGURA 35 -	Gráfico comparativo do peso (%) dos elementos químicos presentes na interface Ti cp/Super Porcelain TI22 obtidos a partir dos 11 pontos de marcação.....	92
FIGURA 36 -	MEV da interface Ti cp/Titankeramik após seção longitudinal: A–metal; B– zona de interação; C– cerâmica (X500). A microanálise com EDS foi realizada nos 11 pontos de marcação registrado a traves da interface.....	93
FIGURA 37 -	Gráfico comparativo do peso (%) dos elementos químicos presentes na interface Ti cp/Titankeramik obtidos a partir dos 11 pontos de marcação.....	93
FIGURA 38 -	Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Au/Omega 900 (G1) sem ciclagem térmica e mecânica.....	119
FIGURA 39 -	Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Au/Omega 900 (G1) com ciclagem térmica e mecânica.....	120
FIGURA 40 -	Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Ti cp/Triceram (G2) sem ciclagem térmica e mecânica.....	121
FIGURA 41 -	Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Ti cp/Triceram (G2) com ciclagem térmica e mecânica.....	122

FIGURA 42 -	Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Ti cp/Super Porcelain TI22 (G3) sem ciclagem térmica e mecânica.....	123
FIGURA 43 -	Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Ti cp/Super Porcelain TI22 (G3) com ciclagem térmica e mecânica.....	124
FIGURA 43 -	Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Ti cp/Titankeramik (G4) sem ciclagem térmica e mecânica.....	125
FIGURA 42 -	Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Ti cp/Titankeramik (G4) com ciclagem térmica e mecânica.....	126

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 -	Tipo de ligas metálicas, marca comercial e fabricante.....	53
Quadro 2 -	Tipo de cerâmica, marca comercial e fabricante.....	53
Quadro 3 -	Ciclos de expansão térmica utilizados para o revestimento Ceramvest.....	57
Quadro 4 -	Ciclos de aquecimento para o revestimento Rematitan Ultra.....	59
Quadro 5 -	Tratamento prévio das estruturas metálicas.....	61
Quadro 6 -	Divisão dos grupos.....	62
Quadro 7 -	Ciclo de queima da cerâmica Vita Omega 900	63
Quadro 8 -	Ciclo de queima da cerâmica Triceram.....	65
Quadro 9 -	Ciclo de queima da cerâmica Super Porcelain TI22.....	65
Quadro 10 -	Ciclo de queima de cerâmica. Titankeramik.....	66
Quadro 11 -	Divisão dos corpos-de-prova por grupos, ciclagem mecânica e térmica, teste mecânico.	68
Quadro 12 -	Peso dos elementos químicos (em %) presentes na interface Au/Omega 900 registradas em cada ponto de marcação.....	126
Quadro 13-	Peso dos elementos químicos (em %) presentes na interface Ti CP/Triceram registradas em cada ponto de marcação.....	126

- Quadro 14- Peso dos elementos químicos (em %) presentes na interface Ti CP/Super Porcelain TI22 registradas em cada ponto de marcação..... 127
- Quadro 15- Peso dos elementos químicos (em %) presentes na interface Ti CP/Titankeramik registradas em cada ponto de marcação..... 127

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Médias (\pm desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (valores em MPa) para os quatro grupos metalo/cerâmicos, com e sem ciclagem térmica e mecânica.....	75
Tabela 2 -	ANOVA para os dados de MPa obtidos nas oito condições experimentais.....	77
Tabela 3 -	Resultado do Teste de Tukey ($p < 0,05$), para o efeito do sistema.....	78
Tabela 4 -	Formação de grupos de mesmo desempenho quanto à resistência adesiva (MPa), após a aplicação do Teste de Tukey ($\alpha = 5\%$), para as oito condições experimentais.....	80
Tabela 5 -	Grupo 1: Au/Omega 900.....	115
Tabela 6 -	Grupo 2: Ti cp/Triceram.....	116
Tabela 7 -	Grupo 3: Ti cp/Super Porcelain TI22.....	117
Tabela 8 -	Grupo 4: Ti cp/Titankeramik.....	118

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

A.S.T.M.	American Society for Testing and Materials
Ag	Prata
Al	Alumínio
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
Au	Ouro
Be	Berílio
C	Carbono
cm	Centímetro
cp	Comercialmente puro
Cr	Cromo
Cu	Cobre
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
Ed.	Edição
et al.	et alli (e outros)
Fe	Ferro
G	Grama
g/cm ²	Grama por centímetro ao quadrado
g/cm ³	Grama por centímetro cúbico
Ga	Gálio
H	Hidrogênio
Ir	Irídio
J/m ²	Joule por metro ao quadrado
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
Mg	Magnésio
±	mais ou menos
µm	micrometro
mm	Milímetro

min	Minuto
MPa	Megapascal
N /mm ²	Newton por milímetro ao quadrado
N	Nitrogênio
Nb	Nióbio
nm	Nanômetro
O	Oxigênio
°C	Grau Celsius
°F	Grau Fahrenheit
Pd	Paládio
Psi	Libra por polegada ao metro quadrado
Pt	Platina
QM	Quadrado médio
SQ	Soma de quadrados
S	Enxofre
s	segundo
Si	Silício
Sn	Estanho
Ta	Tântalo
Ti	Titânio
TiO ₂	Óxido de Titânio
V	Vanádio
α	alfa
β	beta

VÁSQUEZ, V. Z. C. **Resistência ao cisalhamento entre ligas metálicas e cerâmicas submetida à ciclagem térmica e mecânica, e análise da interface por MEV e EDS.** 2005. 128f. Tese de Doutorado (Doutorado em Odontologia Restauradora, Especialidade em Prótese Dentária) Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista. São José dos Campos.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência ao cisalhamento do titânio comercialmente puro (cp) Tritan (Dentaurum) e as cerâmicas Titankeramik (Vita), Triceram (Sprident-Dentaurum), Super Porcelain Ti 22 (Noritake), submetidas à ciclagem térmica e mecânica, e a análise da interface por MEV e EDS. O grupo controle foi confeccionado com liga aúrica (Olympia-Jelenko) e a cerâmica Omega 900 (Vita). Foram confeccionados 96 corpos-de-prova separados em quatro grupos (n=12): Grupo G1- liga aúrica + Vita Omega 900, Grupo G2-Ti cp + Triceram, Grupo G3: Ti cp + Super Porcelain Ti22, Grupo G4: Ti cp + Titankeramik. As amostras foram submetidas à ciclagem térmica (6000 ciclos, 5° /55°C±1 com banhos de 30 s) e mecânica (20000 ciclos, 50N e 1.0 Hz). Metade dos corpos-de-prova de cada grupo não foi ciclada. O ensaio mecânico foi realizado em máquina de ensaio universal (EMIC) com capacidade de 500 kgf e velocidade de 0,5 mm/min utilizando dispositivo específico. Após o ensaio de cisalhamento as superfícies fraturadas foram analisadas em MEV. Dois corpos-de-prova adicionais de cada grupo, não submetidos ao teste mecânico, foram levados ao MEV acoplado a um analisador (EDX) para a observação da interface metalo/cerâmica. Os resultados mostraram os seguintes valores (em MPa) dos grupos sem ciclagem (média±dp) G1= 61,28 (± 8,4), G2= 63,71 (± 11,5), G3= 42,91 (± 8,9) e G4= 42,74 (± 5,2); e quando submetidos a ciclagem G1= 60,68 (± 13,7), G2= 52,32(± 10,5), G3= 33,38(± 4,2) e G4= 32,11(± 4,8). O tratamento estatístico (Análise de Variância e Tukey) demonstrou que houve diferenças estatísticas apresentando valores superiores os grupos G1 e G2 sem ciclagem. As imagens do MEV dos grupos 2, 3, 4 (com ou sem ciclagem) evidenciaram falhas na zona de interação titânio e óxido de titânio cp. Considerando o ensaio mecânico aplicado e os resultados obtidos parece-nos lícito concluir que a diminuição da resistência de união esta diretamente relacionada a ciclagem mecânica e térmica para a interface Ti cp/cerâmica.

PALAVRAS-CHAVE: Resistência ao cisalhamento, ligas de ouro, titânio, cerâmica, microscopia eletrônica de varredura.

1 INTRODUÇÃO

No desenvolvimento da Odontologia, diversas substâncias e materiais foram utilizados na tentativa de promover a cura das doenças bucais, bem como substituir os elementos dentais perdidos. A busca por novos metais e ligas também tem sido norteadada, entre outros fatores, pelo grau de biocompatibilidade.

Os materiais metálicos utilizados para a confecção das próteses dentárias devem cumprir as seguintes exigências: resistência à corrosão na cavidade bucal, estabilidade às forças físicas e mecânicas (ANUSAVICE⁴, 2005).

O uso do ouro é relatado desde antes do nascimento de Cristo (1000-600 a.C.). Os etruscos modelaram dentes artificiais a partir de dentes de cadáveres e animais, utilizando fios de ouro como meio de fixação, confeccionando assim, as primeiras restaurações protéticas (ZIESCHE⁵⁹, 1988; ANUSAVICE⁴, 2005). O fato de apresentar excelentes qualidades como material puro, foram uma limitante para seu uso nas restaurações metalocerâmicas. Ligas com outros elementos metálicos nobres e não nobres foram introduzidas para melhorar as qualidades físicas e mecânicas destas restaurações (ZIESCHE⁵⁹, 1988; ANUSAVICE⁵, 2005).

O desenvolvimento das cerâmicas odontológicas e o aumento no preço do ouro nos anos 60 impulsionaram pesquisas com ligas de paládio e alternativas (WANG & FENTON⁵¹, 1996). O alto custo das ligas nobres e os efeitos adversos, como o poder alergênico, mostrados pelas ligas alternativas contendo cobre, níquel e berílio têm sido relatados, determinando assim, o emprego de ligas mais biocompatíveis (JONES et al.²⁵, 1986; MORRIS³⁴, 1987; WANG & FENTON⁵¹, 1996), como o titânio.

O titânio, chamado “metal maravilhoso” pela indústria aeroespacial no final dos anos quarenta, desenvolveu potencial e relevância na aplicação médica e odontológica. Por suas características de biocompatibilidade e excelente resistência à corrosão, é usado para marcapassos, válvulas cardíacas, implantes ósseos e dentários e, mais recentemente na confecção de coroas e prótese parciais removíveis. Desta forma, tornou-se uma alternativa para ligas de metais básicos aos quais alguns pacientes têm reportado hipersensibilidade (AKAGI et al.², 1992; WANG & FENTON⁵¹, 1996; ANUSAVICE⁴, 2005).

O titânio é um metal reativo, de difícil extração em forma pura, é considerado o quarto metal estrutural mais abundante na terra, depois do alumínio, o ferro e o magnésio (WANG & FENTON⁵¹, 1996). Tem número atômico 22, peso atômico 47,9 e ponto de fusão de aproximadamente 1670°C (LAUTENSCHLAGER & MONAGAN³⁰, 1993; BROWN⁸, 1997; ANUSAVICE⁵, 2005).

As principais vantagens do titânio são: biocompatibilidade, resistência à corrosão, baixa densidade (4,5g/cm³), baixo coeficiente de expansão térmica (8,4 x 10⁻⁶/°C), baixo módulo de elasticidade (110GPa) e baixa condutibilidade térmica (LAUTENSCHLAGER & MONAGAN³⁰, 1993; KÖNÖNEN & KIVILATHI²⁸, 1994; WANG & FENTON⁵¹, 1996; BROWN⁸, 1997; FISCHER¹⁵, 1997; YODA⁵⁷, 2001). Para aplicações odontológicas, o titânio apresenta passividade, muda de um estado ativo quimicamente para um estado menos reativo pela formação de uma camada de óxido extremamente fina na superfície, esta passividade fornece alto grau de resistência ao ataque de ácidos minerais ou cloretos (ANUSAVICE⁵, 2005).

A desvantagem que apresenta o titânio puro, comparado com as ligas convencionais para restaurações metalocerâmicas, é que o titânio é um material de difícil fundição. Quando fundido tem alta afinidade pelo oxigênio e nitrogênio. Aquecido a temperaturas superiores a 650°C, forma uma camada de TiO₂ que provoca endurecimento da

camada superficial (*alfa-case*) e pode produzir corrosão (KIMURA et al.²⁷, 1990; ADACHI et al.¹, 1990; KÖNÖNEN & KIVILAHTI²⁹, 2001; ANUSAVICE⁴, 2005).

Apesar dos avanços, valores satisfatórios de resistência de união com a cerâmica convencional não foram obtidos, devido à camada *alfa-case* que se forma no processo de fundição da liga. A formação desta camada pode ser controlada por meio de técnicas melhoradas de fundição por indução em ambiente com gás protetor (como o argônio ou hélio), em atmosfera de alto vácuo possibilitando uma fusão sem oxidação; e com o uso de revestimentos refratários com adição de óxidos como os de magnésio, zircônio e cálcio (HERØ et al.²², 1993; WEN-CHENG et al.⁵³, 1994; SYVERUD & HERØ⁴⁷, 1995; FISCHER¹⁵, 1997).

O recobrimento do titânio tornou-se possível pelo desenvolvimento de cerâmicas fundidas a baixa temperatura com coeficiente de expansão térmica compatível com o titânio (LAUNTENSCHALER & MONAGHAN³⁰, 1993; GILBERT et al.¹⁸, 1994; WANG et al.⁵¹, 1996; ESQUIVEL et al.¹⁴, 1996; GRAIG & POWERS¹¹, 2004).

O sucesso das restaurações metalocerâmicas depende da forte união entre a cerâmica e a subestrutura metálica (YILMAZ & DINÇER⁵⁶, 1999, GRAIG & POWERS¹¹, 2004; ANUSAVICE⁴, 2005). Na Odontologia atual, os esforços dos pesquisadores na busca por ligas biocompatíveis como o titânio, junto com o desenvolvimento de materiais como cerâmicas, materiais refratários, e sistemas de fundição especiais não são suficientes para o sucesso das restaurações metalocerâmicas (WANG & FENTON⁵¹, 1996). Também é essencial, o entendimento dos mecanismos de união para os quais existem vários conceitos e teorias divididos em tensões causadas por forças de cisalhamento, tração, flexão e torção (HAMMAD & TALIC²⁰, 1996).

Os testes de fadiga mecânica controlados em ambiente úmido parecem constituir-se nos métodos que melhor predizem o comportamento clínico de diferentes materiais e técnicas restauradoras (WHITE et al.⁵⁵, 1997; POLJKA-GUBERINA et al.³⁹, 1999; DIAS¹², 2002; ITINOCHE²⁴, 2002). Da mesma forma, a ciclagem térmica e mecânica da união metalocerâmica induz tensões repetidas nesta interface, resultando numa diminuição da resistência de união (PROBSTER et al.⁴¹, 1996; POLJAK-GUBERINA et al.³⁹, 1999; TRÓIA et al.⁵⁰, 2003)

O titânio tem muitas vantagens e propriedades favoráveis, mas a adesão entre a cerâmica e o titânio puro e suas ligas, tem sido motivo de vários estudos e controvérsias como relatado na literatura.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Por motivos didáticos, a revisão da literatura foi dividida em quatro partes, considerando especialmente: o titânio, os ensaios mecânicos estudados, união metal/cerâmica, e a ciclagem térmica e mecânica.

2.1 Titânio

Kasemo²⁶, em 1983, com o intuito de estudar algumas propriedades de implantes de titânio, dentre elas a composição química e cristalografia de sua superfície, relatou que quando o titânio comercialmente puro entra em contato com a atmosfera, imediatamente inicia-se a formação rápida e espontânea de uma camada de óxidos em sua superfície, sendo que em menos de um milésimo de segundo, pode atingir uma espessura maior do que 10 ângstrons, e em um minuto a espessura poderá ser da ordem de 10 a 100 ângstrons. Esta camada, denominada de passivadora, é composta por vários óxidos estáveis, tais como: TiO , TiO_2 , Ti_2O_3 , entretanto o TiO_2 é o mais comumente formado. Além disso, é responsável pela grande biocompatibilidade e alta resistência à corrosão deste metal.

A estrutura metalúrgica, as propriedades mecânicas e resistência à corrosão *in vitro* do Ti cp e de quatro ligas de titânio: Ti-4Al-4V, Ti-15V, Ti-20Cu, Ti-4V e Ti-30Pd foram estudadas por Taira et al.⁴⁸, em 1989, onde as amostras foram recobertas com um camada de óxido de zircônia, antes de verter o revestimento fosfatado, com o intuito de minimizar as reações na interface metal/revestimento. As medidas de

microdureza, determinadas na secção transversal, mostraram que o Ti cp e suas ligas apresentam maior dureza na superfície do metal, fato explicativo pela interação com o revestimento (*alfa-case*), onde os valores de dureza se tornam decrescentes, a medida que caminham para o interior. Os autores constataram que o titânio cp apresenta propriedades mecânicas semelhantes às da liga de ouro tipo IV, e concluíram que todos os grupos apresentaram alta resistência à corrosão no meio oral, ou até mesmo sob condições de alto teor de acidez.

Lautenschlager & Monaghan³⁰ (1993) relataram que o titânio comercialmente puro passa por uma transformação cristalina de uma fase alfa (estrutura compacta hexagonal) a uma fase beta (estrutura cúbica de corpo centrado) quando é aquecido a 882°C e permanece nesta forma cristalográfica abaixo de 1672°C. Outros elementos podem ser associados ao titânio para melhorar as propriedades mecânicas e físicas da liga. Os metais adicionados como: Al, Ga, Sn e elementos não metálicos como: B, C, O e N, são denominados alfa estabilizadores, porque promovem o aumento da temperatura de transformação de fase alfa a beta. Metais como: V, Nb e Ta reduzem esta temperatura e são denominados beta estabilizadores.

O titânio comercialmente puro é composto de 99,5% de Ti e 0,5% de elementos intersticiais como o C, O, N, Fe. A variação da quantidade destes elementos irá determinar quatro diferentes graus de Ti CP, com propriedades físicas e mecânicas diferentes (*A.S.T.M. Grades I to IV*). No entanto, os graus 1 e 2 são os mais utilizados na confecção de restaurações metalocerâmicas. O titânio ainda pode-se combinar com outros elementos como o vanádio, alumínio, prata, cobre, arsênico, ferro, gálio, urânio, zinco e formar ligas, sendo que a mais utilizada na confecção de prótese é a liga de titânio-alumínio-vanádio (Ti-6Al-4V), como descrito por Wang & Fenton⁵¹ em 1996, Brown⁸ em 1997.

O titânio apresenta um baixo coeficiente de expansão térmica, fato que dificulta a sua união com as cerâmicas. Adicionalmente,

as modificações na estrutura cristalina sob altas temperaturas são razões que motivaram o desenvolvimento de cerâmicas específicas (WANG & FENTON⁵¹, 1996). Essas cerâmicas, chamadas LFC (*low-fusing ceramics*), fundem-se a temperaturas menores de 800^o C, e possuem um coeficiente de expansão térmica aproximado ao do titânio. Deste modo, são geradas menores tensões na interface, o que tende a proporcionar maior resistência de união da combinação. Os ciclos de queima a temperaturas mais baixas, por sua vez, tendem a prevenir o excesso de oxidação do metal, diminuindo a ocorrência de falhas de união (ESQUIVEL et al.¹⁴, 1996).

Wang et al.⁵² (1998) descreveram o efeito do uso de óxidos de ítrio e zircônia no revestimento para reduzir as reações químicas do titânio durante a fundição. O grupo controle foi o titânio cp + revestimento fosfatado convencional (Prevest), e os grupos experimentais foram titânio cp + revestimento para titânio (Tycast) e titânio cp + revestimento experimental (óxidos de ítrio e zircônia). Observou-se, através do MEV e energia dispersiva de raios-X, a formação de camadas de 7 a 10 µm de espessura devido às reações com o revestimento. Esta reação interfacial foi reduzida quando utilizado o revestimento com óxidos de ítrio e zircônia.

Craig & Powers¹¹ em 2004, descreveram que as altas temperaturas de fusão do titânio e ligas derivadas, requerem procedimentos especiais de fundição, ciclos de resfriamento, revestimentos e equipamentos para prevenir contaminações. Em altas temperaturas, reagem com elementos gasosos tais como o N, O e H, devendo ser manipulados em ambiente controlado, sob pena da formação de uma camada espessa de óxidos, que tende a reduzir a resistência e a ductilidade da estrutura obtida. Além disso, devido ao baixo peso específico, a injeção do metal liquefeito no molde do revestimento, requer cuidados no processo de fundição, como a utilização da câmara

de vácuo, o que tornava a técnica de centrifugação convencional inadequada para o titânio comercialmente puro e suas ligas.

2.2 Ensaios mecânicos

Riley⁴² (1977) afirmou que apesar da ciência dos materiais poder indicar as propriedades físicas que uma liga ideal deve possuir, não poderia dizer objetivamente ao clínico quais das diferentes ligas deveriam ser utilizadas na confecção de restaurações metalocerâmicas, já que condições bucais como tensões funcionais e parafuncionais são difíceis de analisar previamente. A união entre a cerâmica e o metal tem sido atribuída ao embricamento mecânico, forças de Van der Waal, forças compressivas originadas pelas diferenças de coeficientes de expansão térmica de cada material. A maioria dos pesquisadores concorda que a união é o resultado de uma combinação dessas forças. Porém, a importância quanto à relevância de cada fator para o aumento na adesão tem mostrado discordância. O problema observa-se nos valores relatados pelas pesquisas que são obtidos com testes e condições diferentes, resultado da inexistência de um método universal aceito para a avaliação da resistência à união.

Em 1980, Anusavice et al.⁵ analisaram onze testes que avaliam a união metal/porcelana por distribuição de tensão interfacial ao cisalhamento usando análise de elementos finitos. Os testes foram: RPS I (cisalhamento paralelo regular – carga na interface), RPS II (cisalhamento paralelo regular – carga distribuída), CS (cisalhamento interfacial cônico), PULL (teste de compressão), PUSH (teste de tensão), TS (tensão ao cisalhamento), SF (flexão de arco semi-circular), 3BC (teste dos três pontos – porcelana sob compressão), 3BT (teste dos três pontos – porcelana sob tração), 4 BC (teste dos quatro pontos – porcelana sob compressão), e 4BT (teste dos quatro pontos – porcelana sob tração). O

efeito de concentração de estresse foi significativo em dez dos onze (exceção do RPS I). A alta probabilidade de falha de tensão dentro da porcelana ou na região interfacial foi encontrada em oito dos onze testes analisados (exceção dos grupos RPS I, 3BC e 4BC).

Malhotra & Maickel³² (1980) avaliaram a resistência ao cisalhamento da união formada pelas combinações utilizando três porcelanas e cinco ligas com diferentes porcentagens de ouro. Utilizaram o ensaio de cisalhamento para avaliar a união metal/porcelana através dos testes de compressão e tensão. Os autores concluem que não houve um sistema de porcelana mais efetivo para todas as ligas e que o ensaio de cisalhamento é um método efetivo para avaliar a união metal-cerâmica.

Chong et al.¹⁰ (1980) estudaram a resistência ao cisalhamento da interface entre ligas à base de ouro e não nobres, e materiais cerâmicos. Utilizaram uma ponta de aço em forma de cinzel para promover a ruptura entre os materiais, aplicando força com trajetória paralela ao plano formado pela interface dos materiais com velocidade de 1mm/min. Relataram ser impossível desenvolver um teste que simulasse todas as situações clínicas, e sugeriram que o teste de cisalhamento deveria apresentar os seguintes requisitos: a) avaliar somente a resistência ao cisalhamento; b) simples performance; c) amostras com desenhos simples; d) ter poucas variáveis; e) o único tipo de aderência deve ser a união das faces e f) avaliação quantitativa dos dados.

Hammad et al.²¹ (1987) avaliaram a resistência de união metal/cerâmica utilizando um teste de cisalhamento de “interface circular” desenhado para prevenir o movimento durante a aplicação e as queimas da cerâmica. Descreveram como vantagens: - o fato de considerar a resistência friccional e o módulo de elasticidade entre os materiais constituintes como não crítico; - a direção da força diretamente na interface metal/cerâmica; - a obtenção de uma camada de opaco homogênea nas amostras; - e a presença de falhas interfaciais

consistentes. No entanto, a precisão do desenho das amostras seja a exigência para a confiabilidade do teste.

Hammad & Stein¹⁹ (1990) avaliaram os efeitos de vários e repetidos ciclos de queima, tipos de ligas na resistência da união cerâmica/metal, por meio de um teste de cisalhamento especificamente na interface do opaco/metal e da junção opaco/corpo da porcelana. A liga nobre Olympia (Jelenko & CO), a liga de metal básico V&P Talladium (Talladium Inc.); e duas cerâmicas Vita VMK 68 (Vident) e Ceramco II (Ceramco Inc.) foram utilizadas. A combinação Talladium/Ceramco II mostrou uma resistência adesiva significativamente maior que a combinação Olympia/Ceramco II. Com relação à porcelana Vita não houve diferenças estatisticamente significantes para ambas as ligas. Concluíram que incrementando a temperatura de queima aumentava significativamente a resistência de adesão para ambos os sistemas, enquanto o número de queimas maior diminuía. Os autores não encontraram diferença significativa na análise da interface. Os autores salientaram que não existe um teste ideal que registre a resistência adesiva precisa na interface metal/cerâmica. O problema principal é a falta de teste padronizado para a interpretação e correlação clínica.

Stannard et al.⁴⁴ (1990) utilizaram o teste de resistência ao cisalhamento planar da união metal/cerâmica, nas combinações de duas cerâmicas e duas ligas nobres contendo aproximadamente 50% de ouro (WillCeram/W1 e Vita/Olympia). Sobre as amostras, aplicou-se o opaco segundo as especificações dos fabricantes, e a dentina foi testada após com um, três, cinco, sete, e nove diferentes ciclos de queima. As amostras tiveram o formato de discos metálicos aderidos a cilindros de cerâmica, que foram incluídos em resina acrílica antes de realizar o ensaio mecânico. O ensaio foi realizado em uma máquina universal de teste, "Instron", a uma velocidade de 0,5mm/min. Não houve redução significativa na adesão entre as camadas do opaco e dos metais. Destacaram que a confecção e geometria das amostras, assim como a

espessura do material cerâmico deve ser considerada como importante para aplicação deste teste, sendo assim, que um valor elevado de coeficiente de variação pode-ser obtido.

Hammad & Talic²⁰ (1996) ao realizar uma análise dos testes para avaliação da união metal/cerâmica, relataram a existência de uma constante discussão teórica referente aos mecanismos da união metal/cerâmica, devido à complexidade do uso dos testes. Estes são classificados pela natureza das forças submetidas aos corpos-de-prova estudados. Em muitas investigações foram utilizados os seguintes testes: cisalhamento, tração, cisalhamento com tensão, flexão e torção. Os estudos experimentais podem diminuir as variáveis que agem no último estresse residual da interface metal/cerâmica.

Itinoche²³ (1999) desenvolveu, para o teste de cisalhamento na interface metal/resina um dispositivo cilíndrico com adaptação planejada em uma das paredes, contendo no seu interior, outro cilindro de mesmo formato justaposto, contendo um orifício de 4 mm na superfície plana. A superfície plana do dispositivo externo, com 4 mm de espessura, possuía a mesma medida da porção metálica dos corpos-de-prova, com 4 mm de diâmetro, assim quando os corpos-de-prova eram introduzidos, a porção metálica situava-se no dispositivo externo e a porção do material estético, no dispositivo interno, ocorrendo a força de cisalhamento na interface metal/resina.

Elias & Lopes¹³ (2001) relataram, que além dos ensaios realizados pela indústria fornecedora de materiais e equipamento, pesquisas são executadas como o objetivo de prever o comportamento do material ou instrumento ou até mesmo avaliar os novos materiais desenvolvidos. Cada ensaio tem por objetivo quantificar uma determinada propriedade, fazendo com que os ensaios sejam complementares. Não existe ensaio capaz de determinar todas as propriedades mecânicas dos materiais, quanto maior o número de propriedades que se deseja quantificar mais diversificado devem ser os ensaios. Os corpos-de-prova

com formas e dimensões padronizadas são testados em máquinas e equipamentos em condições de temperatura e taxa de carregamento que possam prever o comportamento do material em serviço.

Segundo Anusavice⁴ (2005), a resistência é uma propriedade mecânica do material que garante que a prótese atenda às funções para as quais foi desenhada de maneira adequada, segura e por um período de tempo razoável. A resistência se refere à capacidade da prótese resistir às tensões induzidas, sem que haja fratura ou deformação permanente. Elas podem ser: tensões à tração, cisalhantes ou compressivas. É sabido que em condições experimentais, quanto mais longe de uma interface a força for aplicada nos testes de resistência ao cisalhamento, maior será a tendência de ocorrer falha por tração em vez de falha por cisalhamento, porque o potencial para tensões por flexão aumenta nessas situações.

2.3 União metal/cerâmica

As ligas com alta porcentagem de ouro tipo I foram as primeiras a serem introduzidas para restaurações metalo/cerâmicas. Elas têm entre 96% a 98% de conteúdo de metal nobre. A platina e o paládio aumentam o ponto de fusão e diminuem o coeficiente de expansão térmica, o índio e o estanho contribuem para formar uma boa adesão entre metal e cerâmica. As do tipo II possuem maior quantidade de paládio e não contém prata e as do tipo III, também possuem maior quantidade de paládio e contém prata. Ambas possuem ferro ou platina para o mecanismo de endurecimento. Também podem conter ferro, índio, gálio ou cobalto que aumentam a resistência da liga e diminuem o ponto de fusão (CRAIG & POWERS¹¹, 2004; Anusavice⁴, 2005).

Hammad et al.²¹ (1987) introduziram um novo método para avaliação da resistência ao cisalhamento na união metal/porcelana.

Duas ligas foram usadas: Olympia (J. F. Jelenko & Co.), uma liga preciosa, e Talladium (Talladium Inc.), uma liga básica. A porcelana utilizada foi a Ceramco II Paint-O-Pake (Ceramco). Cada liga foi preparada de maneira similar antes da aplicação da porcelana para obter superfícies uniformes. Um grupo adicional de amostras da liga básica foi submetido a tratamento eletrolítico e seguidamente, recebeu jateamento com óxido de alumínio. O opaco da porcelana foi aplicado seguindo as instruções do fabricante em um grupo, e no outro se utilizou uma temperatura 65°F acima da recomendada. A resistência de união foi comparada por análise estatística e após o teste, as amostras foram avaliadas visualmente através do microscópio eletrônico de varredura. Concluiu-se que a resistência ao cisalhamento de ambas as ligas foi estatisticamente significativa sendo maior pela elevação da temperatura de queima (65°F acima da temperatura recomendada pelo fabricante). A resistência ao cisalhamento das amostras de Talladium foi significativamente maior quando comparadas com as amostras de Olympia, ambas em temperatura recomendada e acima da recomendada pelo fabricante. Para a liga Olympia a separação interfacial foi principalmente coesiva dentro do opaco.

Craig & Powers¹¹ (2004), citaram a formação de ligações químicas fortes, embricamento mecânico entres os materiais, tensão residual e também formação de óxidos sobre a superfície do metal, como fatores que controlam a união metal/cerâmica. O autor mencionou que as falhas de união cerâmica/metal podem ocorrer em seis locais diferentes (Figura 1).

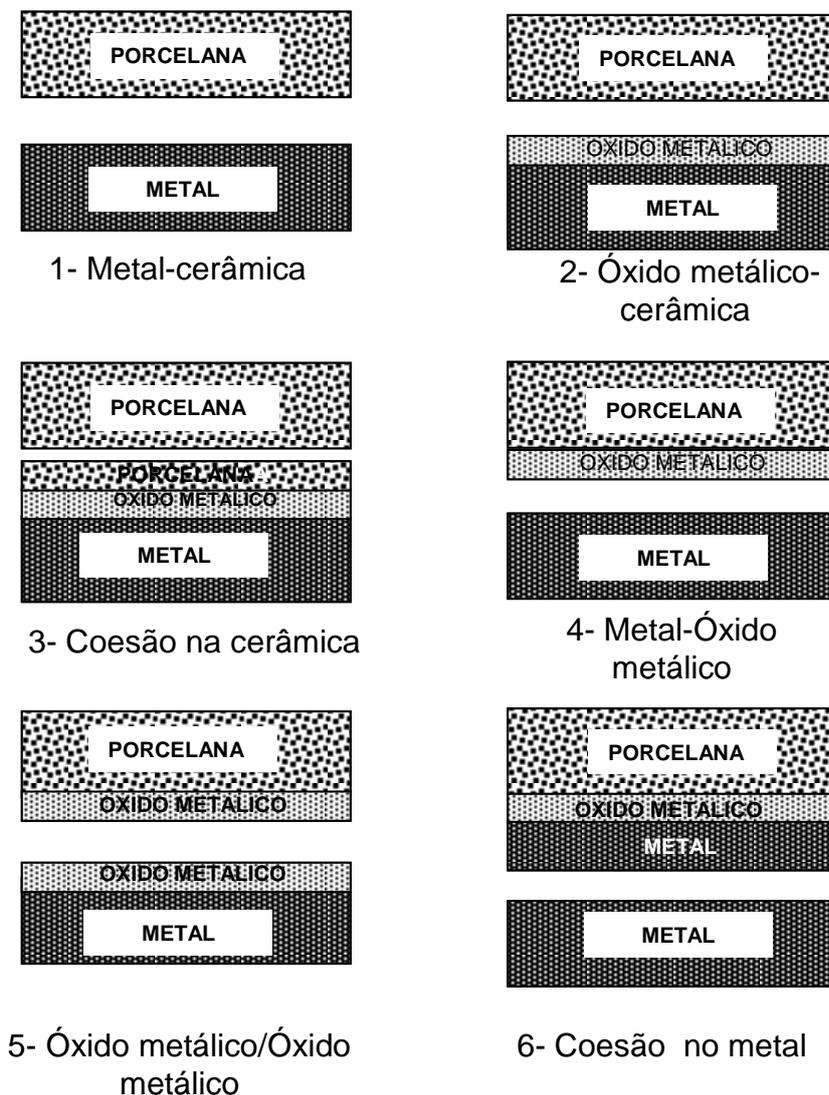


FIGURA 1 – Classificação das falhas de união porcelana X metal¹

Adachi et al.¹ (1990) estudaram a união da camada de óxidos do titânio cp e da liga Ti-6Al-4V a uma porcelana experimental de baixa fusão através da análise de espectrometria de raios X, que registrou a área que permanece coberta pela porcelana após uma deformação controlada do substrato metálico. Os valores de resistência adesiva foram medidos a 750°C (camada de óxidos entre 32 e 11 nm) e 1.000°C

¹ Adaptada de O'Brien, 1989.

(camada de óxidos de 1 μ m). O efeito da oxidação posterior, que poderia ocorrer durante a queima da porcelana, foi avaliado via simulação de queimas da porcelana sem aplicação dessa. As amostras foram submetidas ao teste de flexão de três pontos, até que a porcelana soltasse completamente do metal, deixando menos que 1% da superfície coberta com porcelana. A aderência pelos óxidos das amostras oxidadas em 750°C foi adequada, porém reduzida para a porcelana testada. A explicação destes resultados seria devido a: a) o tratamento de oxidação pela simulação da queima da porcelana faz com que a camada original de óxidos torne-se não aderente ao substrato; e, b) diferença nos coeficientes de expansão térmica entre a cerâmica e o metal, gerando tensões na interface que diminuía a força de união.

Kimura et al.²⁷ (1990) analisaram os efeitos da camada de óxidos na interface titânio/porcelana e resistência de união. O titânio e suas ligas são extremamente sensíveis pela reatividade da camada de óxidos quando aquecida acima de 600°C, o qual produz uma oxidação excessiva, e conseqüentemente uma redução na aderência das cerâmicas sobre o titânio. A porcelana foi aplicada e queimada em um forno com temperaturas de 600°C a 1.000°C à vácuo ou ao ar. A resistência ao cisalhamento do sistema titânio/porcelana foi menor depois de 900°C. A microscopia metalográfica da interface titânio/porcelana revelou uma zona como uma faixa de formação de óxidos. Concluíram que o procedimento de queima por oxidação não era recomendado para o titânio e suas ligas, e que os ciclos de queima inferiores aos 800 °C, preveniriam um excesso de camada de óxidos e uma diminuição da resistência de união metal/porcelana.

Akagi et al.² (1992) estudaram as propriedades físicas de quatro ligas experimentais de titânio com diversos conteúdos de níquel, paládio, estanho e irídio comparando com ligas metalocerâmicas comerciais, titânio puro e liga Ti-6Al-4V. A avaliação foi feita através de testes de tensão, ponto de fusão, de dureza Vickers, coeficiente de

expansão térmica e a quantidade de produção de óxido na superfície e força de união metal/cerâmica através de análise com microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de difração de raios X. Das ligas experimentais, a 10Ti-Ir apresentou boas propriedades físicas e mecânicas. Teve melhor resistência à adesão que as outras ligas testadas, porque apresentou maior compatibilidade térmica com a cerâmica utilizada (Unibond Vintage, Shofu). A fundição do titânio na presença de oxigênio permitiu a formação de maior quantidade de TiO_2 que, por sua vez, diminuiu a força de adesão com a porcelana. Segundo o autor, o aquecimento do titânio a temperaturas superiores a $800^\circ C$ produziu a formação de uma camada de óxido de titânio de aproximadamente $1\mu m$ de espessura.

Com o intuito de estudar os problemas relacionados à queima da porcelana de baixa fusão aplicada ao titânio comercialmente puro, Könönen & Kivilahti²⁸ (1994) analisaram a região interfacial entre a porcelana e o titânio, usando um microscópio acústico de varredura (C-MAS) e eletrônico de varredura (MEV). O titânio foi jateado ou eletroliticamente polido. O estresse térmico da união foi avaliado através de um modelo de elemento finito baseado na análise de tensão elástica de multicamadas. Os resultados do C-MAS e o MEV deram evidências que a integridade da união titânio/porcelana são melhores nas amostras jateadas que nas eletropolidas, onde os defeitos são maiores. Pelas camadas de óxidos serem mais contínuas nas amostras eletropolidas, as fraturas propagam-se mais facilmente durante os procedimentos de resfriamento. Concluíram que a causa da fratura na zona de reação é a camada relativamente espessa de solução sólida da Ti e oxigênio.

Gilbert et al.¹⁸ (1994) estudaram as características adesivas de: titânio usinado/cerâmica com agente adesivo, titânio usinado/cerâmica sem agente adesivo e liga com alto conteúdo de Pd/cerâmica convencional. Foram confeccionados cilindros metálicos com 6 mm de diâmetro e 13 de comprimento obtidos a partir de fundição da

liga a base de Pd (A-37) ou da usinagem do titânio cp (Procera). Divididos em quinze estruturas por grupo: a) titânio/procera; b) titânio/procera sem agente adesivo; c) A-37/Ceramco II. A resistência de adesão foi avaliada a través de testes de cisalhamento e flexão. No teste de cisalhamento, o ensaio mecânico foi realizado por uma máquina de teste universal "Instron", uma ponta com forma de cinzel foi adaptada (30°) para promover a ruptura da interface. A análise da superfície de fratura realizou-se por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersa (EDS). Concluíram que o grupo com agente adesivo teve pouca resistência adesiva (26,3 MPa), mas foi significativamente melhor que o grupo Pd/cerâmica (22,6 MPa) . Sem o agente adesivo a resistência ao cisalhamento (18,7 MPa) da cerâmica/titânio foi significativamente menor que os outros grupos.

Pang et al.³⁷ (1995) comparam a resistência à adesão entre: Pd-Cu/cerâmica VMK 68 (Grupo I), titânio grau 1 com cerâmica Duceratin (Grupo II) e titânio grau 2 usinado com cerâmica Procera (Grupo III). Foi avaliado: a) a resistência da união entre as combinações anteriormente citadas, bem como o tipo de falha de adesão ocorrida nas mesmas; b) o efeito de cinco ciclos de queima para o grupo III. Os grupos foram submetidos a o teste de flexão. Dois corpos-de-prova de cada grupo foram completamente separados, e outros dois foram cortados longitudinalmente, sendo analisados em MEV para a determinação do tipo de falha de união. A resistência à adesão do grupo I foi significativamente maior que os outros grupos. As falhas de união foram predominantemente adesivas para os grupos I e II, e coesivas para o grupo controle. Não se encontraram diferenças significativas no efeito dos ciclos de queima para o grupo III.

White et al.⁵⁴ (1996) estudaram a resistência de união da porcelana (Ti – Ceram - Nobelpharma) fundida à barras de titânio (Ti cp - Nobelpharma) , analisaram as características das fraturas e da interface porcelana/titânio. A resistência da camada de porcelana foi limitada pela

tensão coesiva ou resistência compressiva da porcelana, não pela adesão interfacial porcelana/titânio, isto é, a falha da porcelana ocorreu com carga inferior que a falha na interface porcelana/titânio. A resistência adesiva do sistema porcelana/titânio foi ao redor de 26 MPa. A microscopia eletrônica de varredura e espectrometria de energia dispersiva de raios X demonstraram que a adesão foi limitada pela delimitação de uma fina interface de óxido de titânio/titânio.

As propriedades físicas de duas cerâmicas de baixa fusão (Procera e Duceratin) produzidas para serem utilizadas com titânio foram comparadas por Esquivel et al.¹⁴ (1996). Foram realizados testes para avaliar a contração linear de queima, a resistência flexural e a solubilidade química. A contração linear de queima da porcelana Procera apresentou-se maior quando comparado com as outras cerâmicas testadas VMK 68 e Duceratin, porém para os outros ensaios as diferenças não foram significantes. Concluíram que em condições intra-buciais não ocorre dissolução destes materiais cerâmicos.

Blume et al.⁷ (1998) avaliaram a união titânio-cerâmica utilizando os sistemas cerâmicos Duceratin, TiBond e Vita-Titankeramik com o titânio grau 1. As peças foram fundidas no aparelho Biotan (Shutz-Dental, Rosbach) os resíduos da camada *alfa-case* e o revestimento refratário foram eliminados com jateamento de óxido de alumínio de 250 μ . Após este procedimento aplicaram-se as cerâmicas de duas formas: a primeira, segundo as indicações do fabricante denominada grupo ciclo base (CB), na segunda se duplicou a queima (D2), também se incorporou o uso do adesivo Vita Bonder. Após, realizado o teste de flexão de três pontos, metades dos corpos-de-prova foram utilizados para realizar desgastes transversais. Foi avaliado a microdureza do titânio e caracterização precisa das linhas de fratura identificando de elementos químicos presentes meio da análise de espectroscopia de energia dispersa. Os resultados mostraram que a resistência de união Duceratin-Titânio foi de 51 N/mm², TiBond-Titânio 41 N/mm² e Vita Titan-Titânio 29

N/mm² , também aumentou-se a união com o uso do Vita Bonder de 29 até 35 N/mm². Não houve diferença significativa de acordo com tempos de queima. A análise de EDS evidenciou a presença em quantidades elevadas de Ti na superfície de fratura do substrato cerâmico Duceratin, no entanto, o oxigênio e silício apresentaram quantidades elevadas na superfície de fratura dos substratos cerâmicos Ti Bond e Vita. Da mesma forma, o EDS mostrou quantidades elevadas de oxigênio na zona de interação para o grupo CB quando comparado às simulações de queima. A microdureza apresentou valores maiores para o grupo CB.

Taira et al.⁴⁹ (1998) avaliaram a influência da oxidação térmica, bem como um método adesivo durável e adequado para o tratamento de superfície do titânio (superfície polida com esmeril e superfície com jato de alumina após polimento). O grupo controle não sofreu tratamento superficial. Concluíram que o excesso de camada de óxido superficial pode ser uma possível causa da diminuição da durabilidade adesiva. Uma durabilidade suficiente para o uso clínico foi obtida quando o titânio foi jateado com alumina. Houve uma diminuição na resistência de união quando a temperatura do tratamento térmico foi acima de 400°C.

O sucesso das restaurações metalocerâmicas requer a utilização de metais e porcelanas química, térmica, mecânica e esteticamente compatíveis. As ligas de metais não nobres possuem propriedades mecânicas superiores, embora desvantagens como ausência de bicompatibilidade, baixa resistência à corrosão e alteração da cor na porcelana, sejam motivos de discussão na escolha de uma liga ideal. No entanto, o titânio e suas ligas têm sido reconhecidos como um material de grande interesse na odontologia. Contudo, ele possui uma grande reatividade quando aquecido a temperaturas elevadas, o que permite a formação de uma camada de óxidos. Yilmaz & Dinçer⁵⁶ (1999) analisaram a resistência de união entre a cerâmica Vita Titankeramik e o

Ti cp, através do ensaio mecânico de resistência à flexão de três pontos. Adicionalmente, foi verificada a compatibilidade dos coeficientes de expansão térmica e a aderência da camada de óxidos ao metal. Como grupo controle, utilizou-se uma liga de Ni-Cr juntamente com cerâmica Vita VMK 68. Seis amostras de cada grupo metalocerâmico foram confeccionadas para cada uma das três condições de teste. Foram observados como resultados, que no teste de flexão de três pontos, tanto o Ti cp como a liga de Ni-Cr exibiram valores acima do nível mínimo aceitável (25 MPa), com médias de 37MPa para o Ti c.p./Titankeramik e 46,6 MPa para o Ni-Cr/VMK68. Quanto à compatibilidade dos coeficientes de expansão térmica, o sistema Ni-Cr/VMK68 demonstrou melhores valores, sendo que para o Ti cp/Titankeramik, esta compatibilidade era precária. Com relação à aderência de óxidos ao substrato metálico, as duas ligas exibiram valores aceitáveis (39,1MPa para o Ni-Cr e 32,1MPa para o Ti cp). Estes resultados levaram os autores a concluir que a compatibilidade adesiva entre o titânio e porcelana foi comparável ao sistema convencional.

Suansuwan & Swain⁴⁵ (1999) avaliaram as características adesivas de sistemas de porcelana fundida ao metal pela determinação da quantidade de energia de torção liberada na fratura da interface da porcelana e metal. As porcelanas Vintage Halo (Shofu) e Vita Titankeramik (Vita) foram aplicadas em amostras de metais de três ligas ouro (KIK, Ishifugu Metal), paládio (KIK Wing, Ishifugu) e níquel-crômio (UniMetal, Shofu)] e em amostras titânio comercialmente puro (A.S.T.M. Ti Grade 2, T-Alloy M, GC). As amostras foram submetidas a um número limite de ciclos de carga em quatro pontos a uma velocidade de 0,1mm/mim. As forças foram registradas e a energia de torção liberada foi calculada. A área interfacial foi também examinada ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) após o teste. A média de energia liberada foi de 72,7 +/- 10,0 J/m², 58,5 +/- 13,5 J/m², 39,4 +/- 4,3 J/m², e 16,6 +/- 2,5 J/m² para as amostras das ligas de ouro, paládio, níquel-crômio e

titânio, respectivamente. As fotografias do MEV mostraram que a fratura ocorreu na camada de porcelana próxima da interface. As ligas de ouro e titânio comercialmente puro obtiveram a melhor e a pior adesão, respectivamente.

Yoda et al.⁵⁷ (2001) investigaram a resistência de união entre cerâmica Super Porcelain Titan (Noritake) e ligas binárias de titânio experimentais (TiCr, TiPd, TiAg, TiCu) . Tiveram como grupo controle uma liga áurica com cerâmica VMK68, e titânio cp com a cerâmica Super Porcelain Titan. Utilizaram o teste de três pontos (ISO 9663). Os resultados sugeriram que os componentes têm efeito sob o módulo de elasticidade. A força de união foi similar para todos os grupos testados (29,4-37,2 MPa) Os autores afirmaram que estas ligas podem ser utilizadas porque têm os requerimentos mínimos exigidos pela especificação ISO (25MPa). Sugerem realizar a análise da interface metal/cerâmica por microscopia eletrônica de varredura (MEV), em outros estudos semelhantes.

Cai et al.⁹ (2001) avaliaram os efeitos das modificações de superfície do titânio cp grau II na aderência com cerâmica Titankeramik (Vita). Utilizaram cinco tipos diferentes de soluções causticas para remover a camada de reação superficial da estrutura do titânio (*alfa-case*): a) 35% HNO₃- 5% HF na temperatura ambiente por 1 minuto; b) 50% NaOH –10% CuSO₄x 5 H₂O a 105°C por 10 minutos; c) a solução NaOH-CuSO₄ seguida pela solução HNO₃-HF; d) 50% NaOH-10%NaSO₄ a 105 °C por 10 minutos; e) a solução NaOH-NaSO₄ seguida pela solução HNO₃-HF; f) 50% NaOH a 105°C a 10 minutos. As superfícies que foram somente jateadas foram usadas como controle. A resistência à adesão foi avaliada com o teste de flexão biaxial, e a área de fratura foi analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura e espectrometria de energia dispersiva de raios X. A espectrometria revelou uma quantidade substancial (13-17% em peso) de Al no grupo controle, e

as amostras modificadas pelos métodos 2, 4 e 6. Uma nova fase de Ti (Cu Al)₂ foi identificada no estresse residual observado nos métodos 1, 3 e 5. Os autores concluíram que a união titânio/cerâmica melhora com o uso destas soluções aquosas causticas como tratamento da superfície do titânio .

A resistência de união ao cisalhamento da interface formada pela união de duas cerâmicas e o Ti cp fundido ou usinado foram analisadas por Oyafuso³⁶, em 2001. Vinte estruturas metálicas usinadas e outras vinte fundidas de (4mm de diâmetro x 4mm de espessura) foram obtidas e jateadas com óxido de alumínio (100µm) antes da aplicação do agente de união e do material opaco de cada porcelana. As estruturas foram divididas em quatro grupos de dez cada um, o material opaco dos sistemas Triceram (Sprident) e Super Porcelain TI22(Noritake) foram aplicados e sinterizados. Em seguida, as amostras foram posicionadas no interior de uma matriz anti-aderente que auxílio na inserção dos materiais cerâmicos referente à dentina. Após o ciclo de queima, o ensaio mecânico foi realizado utilizando uma máquina de ensaio universal Instron. Os resultados demonstraram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos Ti cp/usinado (63,12 MPa) e Ti cp/fundido (68,61 MPa), e as porcelanas Triceram (64,38 MPa) e Noritake (67,35 MPa). A análise da fratura das amostras após o ensaio mecânico, sugere falhas do tipo metal-óxido metálico, indicando ser essa interface a região de menor resistência do conjunto.

Scolaro & Valle⁴³ (2002) estudaram a resistência de união de uma liga de Pd-Ag (Pors-On 4) com três cerâmicas (Ceramco, Noritake e Vita VMK-68) utilizando forças de cisalhamento na interface metal/cerâmica, além de testar a metodologia e as características de manipulação dos materiais estudados. Uma matriz cilíndrica foi usada para a preparação dos padrões metálicos, aplicação das cerâmicas e execução dos testes de cisalhamento. Trinta padrões metálicos

receberam duas camadas de opaco e duas camadas de porcelana de corpo. Os testes de cisalhamento foram executados em uma máquina de ensaios universal a uma velocidade de 0,5 mm/min. Os valores de resistência de união foram: 28,21 MPa (Ceramco), 28,96 MPa (Noritake) e 24,11 MPa (Vita VMK68). Não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Concluíram que os três sistemas cerâmicos são satisfatórios para a utilização com a liga selecionada.

Em 2003, Olivieri³⁵ avaliou a resistência ao cisalhamento da união entre titânio cp (Tritan – Dentauro), em duas condições diferentes, e uma cerâmica (Triceram - Dentauro). O grupo controle foi confeccionado com liga à base de ouro (Degudent U - Degussa - Hüls) e cerâmica compatível (Omega 900 - Vita). Foram confeccionados 30 corpos-de-prova divididos em três grupos de dez: GC (grupo controle) - liga à base de ouro + cerâmica; Grupo G1 - titânio comercialmente puro (Ticp) usinado + cerâmica e Grupo G2 - titânio comercialmente puro (Ticp) fundido e usinado + cerâmica. O ensaio mecânico foi realizado em máquina de ensaio universal (Instron 4301) com célula de carga de 500 kg e a uma velocidade de 0,5mm/min utilizando um dispositivo específico. Os resultados foram: GC= 40,55MPa (+/- 4,8), G1= 62,71MPa (+/- 2,12) e G2= 65,67MPa (+/- 6,7). Não houve diferenças estatísticas entre os grupos G1 e G2 e os valores foram superiores aos do GC. Concluiu que, tanto o titânio (cp) usinado quanto o fundido e usinado são alternativas viáveis na confecção de restaurações metalocerâmicas.

Garbelini et al.¹⁷, 2003, testaram dois substratos metálicos (Ti cp ou grau 2 e a liga Ti-6Al-4V ou grau 5) combinados com três sistemas cerâmicos de baixa fusão (PBF) sobre a resistência de união pelo teste de flexão de três pontos e a natureza da fratura porcelana-metal através da microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados foram comparados à combinação da liga Pd-Ag com porcelana convencional (Ducera VMK 68). Foram confeccionado sessenta tiras de metal (25x3x0,5mm), sendo 30 de Ti grau 2 e 30 de Ti grau 5 sobre os

quais foram aplicadas as porcelanas: Vita Titankeramik, Triceram e Duceratin nas dimensões de 8x3x1mm. Os resultados indicaram que a resistência de união do grupo controle (48 MPa) foi estatisticamente maior que nos substratos Ti-2 (26,7MPa) e Ti 5 (25,2 MPa). Os resultados dos substratos de Ti-2 e Ti-3 com a porcelana Duceratin foram menores quando comparados ao Ti-2 com a porcelana Vitatitankeramik. A análise pela MEV indicou fraturas predominantemente do tipo adesiva para as amostras de Ti-2 e Ti-5, e coesivas para o grupo controle Pd-Ag/Duceram. O grupo controle apresentou maior resistência de união quando comparado com os grupos que empregaram as PBF. Entre as porcelanas de baixa fusão, a porcelana Duceratin registrou os menores resultados de resistência de união com ambos os substratos de Ti. A análise pela MEV confirmou os resultados do teste de flexão.

Suansuwan & Swain⁴⁶ (2003) analisaram a resistência da união titânio/cerâmica através do teste de flexão, e a avaliação da interface por meio do MEV e EDS. Confeccionaram-se corpos-de-prova a partir de quatro sistemas titânio cerâmicos (Ticp T-Alloy M/Titankeramik+*bonder* pasta; Ticp T-Alloy M/Titankeramik+gold *bonder*; Ticp T-Alloy M/Duceratin+*bonder*; Ti-Alloy Tough/ Titankeramik+*bonder* pasta), com auxílio de uma matriz forma retangular compatível para realizar o teste mecânico de flexão de quatro pontos em maquina universal. Os corpos-de-prova foram submetidos a um número limitado de carga e ciclos a uma velocidade de 0,1mm/min. A resistência Interfacial foi calculada para cada sistema. A interface foi analisada com MEV, e microanálise de raios X. Concluíram que a resistência interfacial do Ticp T-Alloy M/Titankeramik+gold *bonder* foi maior estatisticamente entre os quatro sistemas metalocerâmicos testados. A microanálise de raios X evidenciou a difusão de alguns elementos na interface, especialmente da cerâmica ao metal os quais podem favorecer a união durante a queima.

Pretti et al.⁴⁰ (2004), investigaram a resistência ao cisalhamento da união metal/cerâmica de duas ligas de Co-Cr (Wirobond

C, Bego; Remanium 2000, Dentauro) combinadas com a cerâmica Omega (Vita Zahnfabrik). Foram confeccionados 11 corpos-de-prova cilíndricos para cada liga utilizada, sendo que a porção metálica foi obtida por fundição pela técnica de cera perdida, através de enceramentos padronizados com 4mm de altura por 4mm de diâmetro. A aplicação da cerâmica foi realizada segundo recomendações do fabricante, com auxílio de uma matriz de teflon que permitia sua padronização com as mesmas dimensões da porção metálica. Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de resistência ao cisalhamento em máquina de ensaio universal (EMIC), com auxílio de dispositivo desenvolvido para tal propósito. Sob velocidade constante de 0,5 mm/min. As médias de resistência obtidas foram 48,39 MPa para a liga Wirobond C, com desvio padrão de 17,72, e 55,956 MPa para a Remanium 2000, com desvio padrão de 17,20. Após análise de variância foi possível observar que não há diferença estatisticamente significativa entre os valores de resistência ao cisalhamento das duas ligas metalocerâmicas.

Bondioli & Bottino⁶ (2004) estudaram resistência de união de dos sistemas de porcelana (Triceram/Sprident e Vita Titankeramik) ao titânio cp grau I injetado no molde a três temperaturas diferentes (430°C, 700°C e 900°C), pelo teste de cisalhamento. Confeccionaram-se sessenta amostras a partir de barras de titânio, divididas em seis grupos (n=10) com três combinações para porcelana x temperatura. As amostras foram usinadas com 4mm de diâmetro x 4mm de altura, com base de 5 mm diâmetro e 1mm de altura e, posteriormente, jateadas com óxido de alumínio antes da aplicação do correspondente agente de união de cada sistema cerâmico. As amostras receberam o material opaco, que foi queimado antes da camada de dentina, através de uma matriz de teflon especialmente concebida para este fim. O teste de cisalhamento foi efetuado numa máquina Instron, com célula de carga de 500Kg, velocidade constante de 0,5mm min até à fratura da amostra , e as interfaces registradas num MEV, com análise de EDS para determinar os

elementos presentes nas camadas de energia. Após a obtenção dos dados relativos ao aumento de ruptura (em MPa) os mesmos foram submetidos a análise do ANOVA e o teste de Tukey. Os resultados mostraram que a porcelana Triceram teve diminuição da resistência da união diretamente proporcional ao aumento de temperatura. A porcelana Vita, com melhores resultados chegou a registrar o seu valor mais alto a 700°C

Melo et al.³³ (2005) avaliaram a resistência ao cisalhamento da união entre a cerâmica (IPS d.Sign) e quatro ligas alternativas, duas de NiCr (4ALL e Wiron 99) e duas de CoCr (IPSd.Sign 20 e Argeloy NP). Confeccionaram-se 44 corpos-de-prova (n=11). O corpo-de-prova foi constituído de um cilindro cerâmico (4 mm de altura x 4mm de diâmetro) aderido a um cilindro metálico usinado com 4mm de altura e 4mm de diâmetro, com base de 5mm de diâmetro e 1mm de altura. Cada corpo-de-prova foi posicionado no interior de um dispositivo metálico composto de dois cilindros (interno e externo) concebido para realizar o teste mecânico. O teste mecânico de resistência ao cisalhamento foi realizado em máquina de ensaio universal (Instron) a uma velocidade constante de 1mm/min. A interface de um corpo-de-prova de cada grupo foi observado com microscópio eletrônico de varredura. Os resultados mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos testados.

2.4 Ciclagem térmica e mecânica

Probster et al.⁴¹, em 1996 compararam a resistência de união de três marcas comerciais de cerâmica de baixa fusão (Vita Titanium Ceramics - Vita; Ti Bond – De Trey e Duceratin – Ducera) com Ti cp, tendo como grupo controle a liga NiCr (Viron 88) com a cerâmica Vita

VMK68. Estas amostras foram submetidas a três condições: a) termociclagem de 3000 ciclos de 4°C a 55°C em água com imersão de 10s cada banho; b) armazenagem de 90 dias em solução corrosiva padrão com pH 3,2; c) sem armazenagem e sem ciclagem. Depois foram submetidas a teste de flexão de três pontos. Os sistemas cerâmicos que não utilizaram agente de união antes da aplicação da cerâmica sobre o metal foram os piores resultados (Vita Titanium Ceramics e Ti-Bond). O melhor desempenho em relação ao controle foi da cerâmica Duceratin, fato que os autores atribuíram à utilização do agente adesivo. Este agente atuaria prevenindo a formação de uma camada excessiva de oxidação durante os ciclos de queima de cerâmica, contribuindo para a melhor resistência da união.

White et al.⁵⁵ (1997) investigaram se as fadiga química estática e mecânica são independentes, ou se elas interagem para produzir uma maior ou menor resistência numa porcelana feldspática. A técnica de endentação foi utilizada para investigar a resposta das porcelanas feldspáticas às fadigas. Todas as amostras foram confeccionadas em ambiente seco, submetidos à ciclagem mecânica e testados a resistência em três ambientes: nitrogênio seco, natural e úmido. As superfícies foram analisadas por meio do MEV e não foi detectada fadiga química na exposição inicial à umidade, entretanto ocorreu uma pequena extensão da falha durante a fadiga mecânica cíclica, denominado de fenômeno estresse corrosão. Este experimento sugere que as fadigas: química e mecânica cíclica reduziram significativamente a resistência dos espécimes, contudo agem independentemente.

Gale & Darvell¹⁶ (1999) realizaram uma revisão de 130 estudos que descreveram as variações de temperatura em dentes *in vivo*, usando testes de ciclagem térmica. Concluíram que quando as restaurações foram submetidas às severas mudanças de temperatura, podem ocorrer tensões devido às diferenças nos coeficientes de

expansão térmica, resultando em fendas marginais. As variações no procedimento de testes de ciclagem térmica fazem difícil a comparação entre os estudos realizados. Embora a importância da termociclagem seja reconhecida, não existe um consenso sobre o número de ciclos e as variações de temperaturas necessárias. As propostas de ciclagem térmica utilizados em dentes com restaurações na literatura são: 35°C(28s), 15°C(2s), 35°C(28s), 45°C(2s). A frequência de ciclos *in vivo* ainda não está determinada, mas estes poderiam ocorrer entre 20 e 50 vezes por dia, ou 10 000 vezes por ano.

Leibrock et al.³¹ (1999) investigaram a resistência ao cisalhamento entre sistemas de reparo para cerâmica e o efeito da termociclagem e ciclagem mecânica nesta união em comparação com o sistema Rocatec para adesão resina-metal. Foram confeccionadas amostras em liga de Co-Cr-Mo e cerâmica Vita VMK-68. Vinte amostras cilíndricas em resina foram cimentadas à cerâmica com sistemas correntes de reparo. A resistência ao cisalhamento foi avaliada após 24h e após simulação de uso em ambiente oral artificial. Foram utilizados 2400 ciclos térmicos (5°/55°C) e 480000 ciclos mecânicos com força de 50N e frequência de 1,66Hz, simulando aproximadamente dois anos de uso. Dois dos grupos testados (Silistor e All-Bond 2) sofreram decréscimo significativo na resistência adesiva após as ciclagens térmica e mecânica.

As restaurações metalocerâmicas se encontram submetidas a mudanças de temperatura e pH nas condições bucais. Além disso, existe um estresse permanente causado pela mastigação, o qual promove o crescimento de microfendas. O comportamento da interface metalcerâmica utilizando testes estáticos e dinâmicos tem sido pouco relatados. Poljak-Guberina et al.³⁹, em 1999 determinaram a resistência a fadiga do sistema metalocerâmico Öceramduo/Duceragold e a influência da termociclagem nesta interface. Divididos em dois grupos: a) amostras submetidas ao teste de flexão modificado por Schwickerath que possuía uma ponta pulsátil, com frequência de 100 Hz, e uma força dinâmica

graditativa desde 550 até 1200 N; b) amostras com termociclagem previa de 1000 ciclos e 5 °C a 55 °C em água e teste de flexão já descrita. Os valores da força dinâmica e o número de ciclos foram registrados até a ruptura da interface. O resultado revelou uma força dinâmica maior para a ruptura da união metalocerâmica para o grupo sem ciclagem (850 N), que quando, comparado com o grupo com ciclagem (550 N). Os autores concluíram que a termociclagem reduz a resistência à fadiga de 30 até 50%.

Em 2000, Zavanelli et al.⁵⁸ discutiram sobre algumas propriedades do Ti cp, dentre elas a sua grande resistência à corrosão, estudando a fadiga do Ti cp e do Ti-6Al-4V sob a ação de meios de armazenagem, fenômeno denominado de fadiga-corrosão, haja vista que toda prótese era submetida a cargas mastigatórias cíclicas quando em função. Para cada tipo de metal, avaliaram trinta corpos-de-prova, submetidos às seguintes condições: dez corpos-de-prova sem armazenagem, dez corpos-de-prova imersos em saliva artificial e dez corpos-de-prova imersos em saliva artificial fluoretada. Para as amostras que sofreram armazenagem, carregamentos cíclicos foram aplicados durante a imersão das mesmas no meio correspondente, até que se observasse a fratura. Os resultados mostraram que a liga de Ti-6Al-4V mostrou maiores valores de resistência à fadiga, porém sem diferença estatisticamente significativa em relação ao Ti cp. A saliva artificial e a saliva artificial fluoretada demonstraram reduzir a resistência à fadiga para os dois tipos de ligas avaliadas, em comparação com as amostras testadas sem armazenagem, havendo diferença estatisticamente significativa. Finalmente, a saliva artificial fluoretada demonstrou ter um maior poder de redução na resistência à fadiga para os dois tipos de ligas, mas sem diferença estatisticamente significativa com a saliva artificial.

Itinoche²⁴ (2002) avaliou a influencia da ciclagem mecânica sobre a resistência à flexão biaxial de materiais cerâmicos (Procera AllCeram, In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e IPS

Empress2). Para isto, o autor desenvolveu um equipamento específico para a realização do teste de fadiga. Os corpos-de-prova foram fixados a uma plataforma, a carga induzida foi de 50N por 2×10^4 ciclos, com frequência de 1 Hz, os corpos-de-prova permaneceram submersos em água à 37°C durante todo o teste de fadiga. Após os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de flexão de três pontos, e os resultados apontaram que a ciclagem diminuiu significativamente a resistência de todos os materiais cerâmicos testados.

Dias¹² (2002) analisou a influência das características químicas e microestruturais nas propriedades mecânicas dos materiais de infra-estrutura (IPS Empress2 e In-Ceram Alumina) e de recobrimento estético (Empress cerâmico e Vitadur Alfa). Para a determinação dos valores parâmetros de propriedades mecânicas foram utilizados os ensaios de flexão de quatro pontos, cisalhamento (com ou sem ciclagem mecânica) e microdureza superficial Vickers. Os valores de resistência à fratura por flexão foram coerentes com os compostos presentes nas cerâmicas e os desvios padrões foram relacionados à quantidade de defeitos microestruturais. Não foi observada diferença significativa entre os valores de resistência obtida nos ensaios de cisalhamento estático, e por ciclagem mecânica para um mesmo sistema. No ensaio sem ciclagem mecânica, verificou-se uma maior resistência adesiva para o sistema para o sistema IPS Empress2/Empress cerâmico, que foi associado à formação de interface química.

Andreatta Filho et al.³ (2003) estudaram o efeito da ciclagem térmica sobre a resistência adesiva entre as superfícies cerâmica do In-ceram e o cimento resinoso Panavia. Obtiveram-se sessenta corpos-de-prova (10x1x1mm) a partir de nove blocos de cerâmica+ cimento resinoso+ resina composta. Os corpos-de-prova foram divididos em três grupos de (n=20): G1- armazenagem durante 14 dias em água destilada a 37°C; G2- 6000 ciclos térmicos (5 °C- 55°C, 30s em cada temperatura); G3- 12000 ciclos térmicos (5 °C- 55°C, 30s em cada

temperatura). Após a ciclagem térmica, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de microtração em máquina de ensaio universal (EMIC-DL-1000) com velocidade constante de 0,5mm/min. Os resultados indicaram que os valores médios de ruptura (MPa) de G1(14,97±4,68) não diferiram estatisticamente de G2 (12,27±4,72), porém houve diferença significativa entre G1 e G3 (9,89±4,16). Foi possível concluir que a termociclagem reduziu os valores de resistência adesiva significativamente quando os corpos-de-prova foram submetidos a 12 000 ciclos.

Troia et al.⁵⁰ (2003) avaliaram o efeito da termociclagem na interface e as características adesivas do titânio cp e uma liga de titânio (Ti-6Al-4V) com cerâmicas compatíveis, tendo como grupo controle uma liga de paládio-prata com uma cerâmica convencional. A metade das amostras foram submetidas à ciclagem térmica desde 4°C (+/-2 °C) a 55°C (+/-2°C). Depois, foi realizado o teste de flexão (DIN 13.927). Os resultados evidenciaram que a termociclagem não enfraqueciam as interfaces de titânio/cerâmica. Não houve diferença estatística significativa para o titânio cp (23.60 MPa com ciclagem térmica e 24.99 MPa sem ciclagem) e a liga Ti-6Al-4V (24.98 e 25.60 MPa, com e sem ciclagem térmica respectivamente). O grupo controle obteve valores maiores de resistência adesiva (47.98 e 45.30 MPa, respectivamente). Concluíram que a ciclagem térmica não teve um efeito negativo nos grupos testados.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo do presente estudo foi avaliar a resistência da união ao cisalhamento de três sistemas metalo-cerâmicos, utilizando o titânio comercialmente puro (cp), submetidas ou não à ciclagem térmica e mecânica e a análise da interface por MEV e EDS.

4 MATERIAL E MÉTODO

Para a execução deste trabalho foi utilizado o titânio comercialmente puro (cp) grau 1 Tritam com 99,5 % de pureza de Ti, no qual foram aplicados três sistemas cerâmicos Titankeramik, Triceram/Triline Ti e Super Porcelain Ti 22. O grupo controle foi confeccionado em liga áurica Olympia e cerâmica Vita Omega 900 (Quadro 1 e 2).

Quadro 1 - Tipo de ligas metálicas, marca comercial e fabricante

Ligas Metálicas	Marca comercial	Fabricante
Liga a base de ouro	Olympia®	Jelenko, N Y – Heraeus Kulzer Inc, USA
Titânio CP	Tritan	Dentaurum, Alemanha

Quadro 2 - Tipo de cerâmica, marca comercial e fabricante

Cerâmica	Marca comercial	Fabricante
Cerâmica convencional	Vita Omega 900	Vita Zahnfabrik - Alemanha
Cerâmica de ultra baixa fusão	Triceram/Triline Ti	Sprident – Dentaurum, Alemanha
Cerâmica de ultra baixa fusão	Super Porcelain Ti 22	Noritake, Japão.
Cerâmica de ultra baixa fusão	Titankeramik	Vita–Zahnfabrik, Alemanha

A composição da liga à base de ouro Olympia® segundo o fabricante é: 51,5% de Au (ouro), 38,4% de Pd (paládio), 8,5% de In (índio), 1,5% de Ga (gálio) e 0,1% de Ru (rutênio). É do tipo IV extradura, cor branca e com peso específico de 13,7 g/cm³.

A composição do titânio Ti cp segundo o fabricante é: 99,5% de Ti (titânio), 0,15% de O (oxigênio), 0,11% Fe (ferro), 0,014% de Ni (nitrogênio) e 0,013% de C (carbono). O peso específico é de 4,5 g/cm³.

4.1 Obtenção dos corpos-de-prova

Foram confeccionados corpos-de-prova metalocerâmicos, padronizados em formato cilíndrico. Para a confecção da porção metálica dos corpos-de-prova, foi utilizado um dispositivo para a padronização do enceramento com dimensões predefinidas representadas na Figura 2. Este dispositivo é composto por duas partes usinadas em metal (Figura 3 e 4), sendo a primeira um anel metálico que serviu como uma matriz onde, apoiada sobre uma base plana, foi vertida cera liquefeita (Cera oclusal, Bego-Alemanha). A segunda estrutura teve o propósito de remover o enceramento padronizado pela primeira.

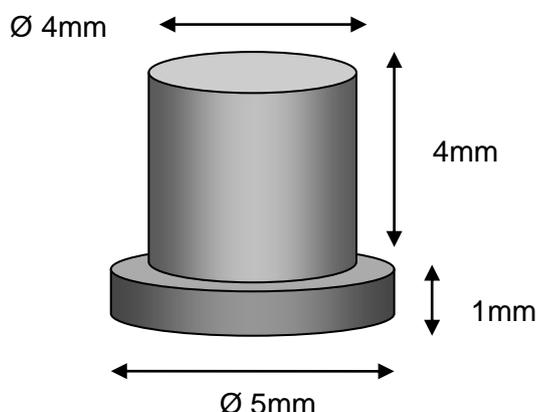


FIGURA 2 - Desenho esquemático da estrutura metálica do corpo-de-prova

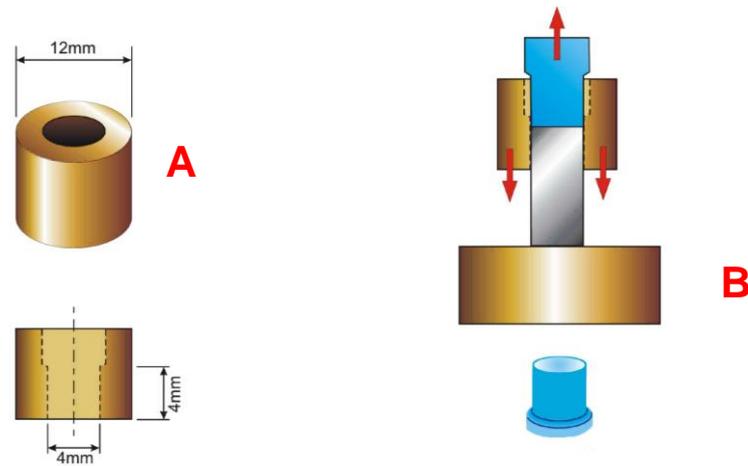


FIGURA 3 – Desenho do dispositivo utilizado para a confecção do enceramento padrão: a) anel cilíndrico utilizado como matriz para verter a cera; b) dispositivo para remoção do enceramento

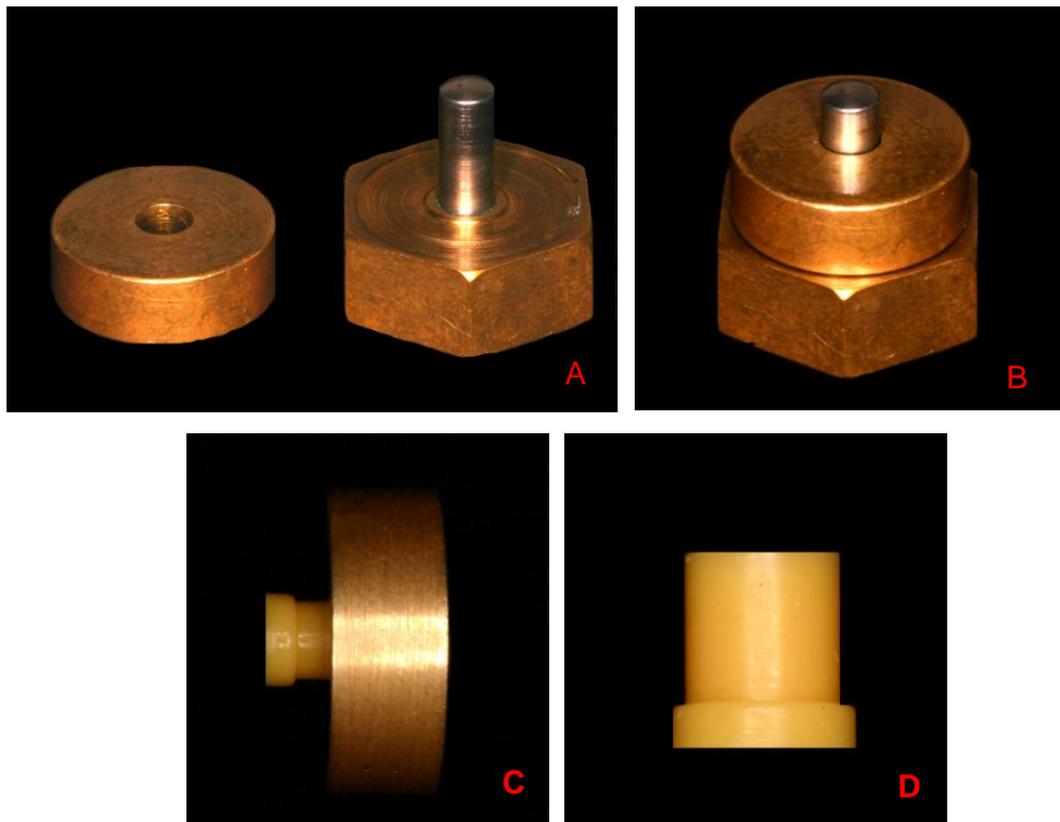


FIGURA 4 - Dispositivo metálico: a) separado; b) em posição para remoção do enceramento; c) padrão de cera no dispositivo; d) padrão de cera final

Assim, confeccionaram-se 104 padrões de cera que foram utilizados para a obtenção, da porção metálica dos corpos-de-prova.

Foram seguidas as normas recomendações dos fabricantes para ambas as fundições e acabamento das ligas de ouro e titânio, a saber:

4.1.1 Fundição dos padrões de cera em liga de Ouro

Os padrões foram fixados a canais de alimentação (Figura 5) com diâmetro de 5mm (*Wax Wire for casting Sprues*- Dentaurum- Alemanha) e incluídas em revestimento na técnica de expansão livre, em um anel flexível de 9cm de diâmetro (Dentaurum- Alemanha). O revestimento utilizado foi o Ceramvest (Polidental- Brasil) que é indicado para alta fusão e possui granulação fina. O material, com proporção de 100g de pó para 25ml de líquido diluído (a 80% de concentração: quatro partes de líquido para uma parte de água destilada), foi manipulado incorporando, com uma espátula manual, o pó ao líquido durante 15 s, para depois ser espatulado sob vácuo (Polidental- Brasil) por 60 s e vazado com auxílio de vibrador do próprio aparelho. Terminado o vazamento, o molde de revestimento foi deixado sobre a bancada por 60 minutos.

Os padrões de cera incluídos em revestimento sofreram o processo de fundição pelo método da cera perdida (ANUSAVICE⁴, 2005). Após a presa final do revestimento, os modelos foram colocados em forno EDG modelo EDGCON 3P – 3000-Brasil de acordo com os ciclos especificados no Quadro 3. A fundição foi feita em centrífuga por indução com atmosfera de gás argônio. A máquina de fundição (modelo FLLI MANFREDI – Neytrodun Easyti – Itália) possui uma unidade geradora (quadro elétrico) para controle das temperaturas desenvolvidas durante o

aquecimento da liga metálica. O intervalo de fusão da liga de ouro, segundo o fabricante é 1.220 - 1.350°C.

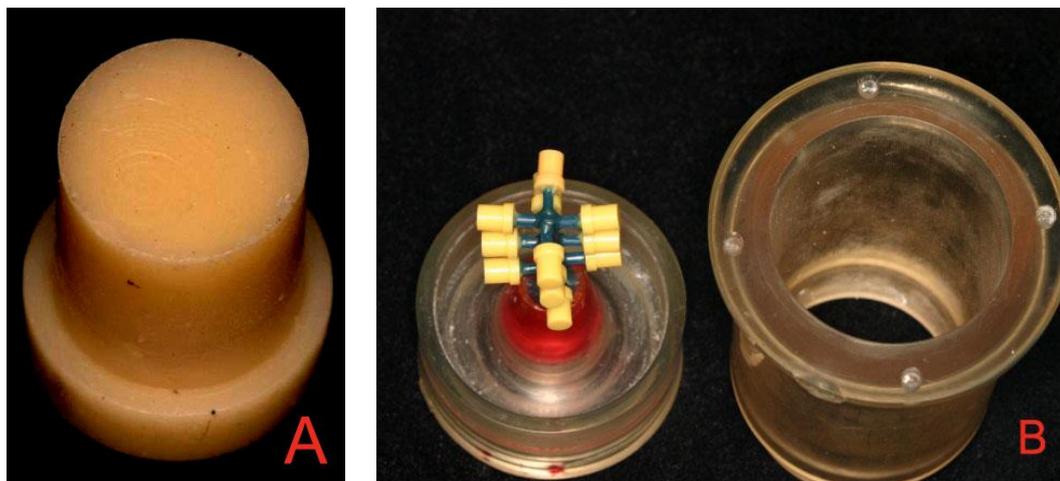


FIGURA 5 - Padrão de cera: a) corpo-de-prova em cera; b) padrões de cera fixado a canal de alimentação

Quadro 3 – Ciclos de expansão térmica utilizados para o revestimento Ceramvest

CICLO	TEMPERATURA FINAL °C	VELOCIDADE DE AQUECIMENTO °C/min	TEMPO DE PERMANÊNCIA min
1	250	30	40
2	900	7	60

Após a fundição (Figura 6), as estruturas foram separadas dos condutos de alimentação (*sprues*) com disco de carborundum e submetidos à jato de areia e em seguida sofreram acabamento, com o propósito de refinamento de suas formas, para que todas as estruturas tivessem as dimensões finais mostradas na Figura 1, para possibilitar o perfeito relacionamento do mesmo com o dispositivo de cisalhamento.

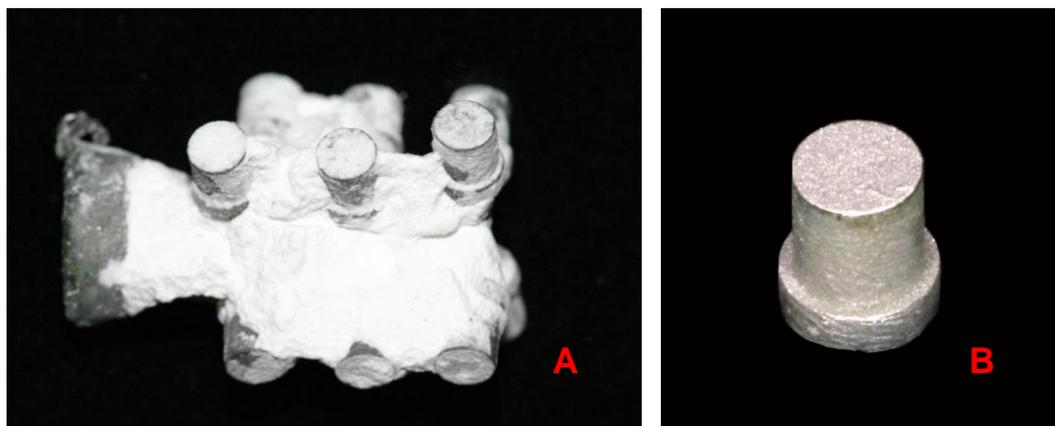


FIGURA 6 - Corpos-de-prova fundidos: a) antes da remoção total do revestimento; b) estrutura metálica final

4.1.2 Fundição dos padrões de cera em liga de Titânio comercialmente puro (Ti cp)

Esses padrões foram fixados a canais de alimentação com diâmetro de 5mm (Wax Wire for casting Sprues- Dentaurum- Alemanha) e incluídas em revestimento na técnica de expansão livre, em um anel flexível de 9cm de diâmetro (Dentaurum- Alemanha). O revestimento utilizado foi o Rematitan Ultra ® Dentaurum- Alemanha, indicado para a elaboração de coroas e próteses parciais fixas. O material foi manipulado mecanicamente sob vácuo (Polidental- Brasil) por 60s com proporção pó/líquido de 100 gr/14ml e vazado com auxílio de vibrador do próprio aparelho. Aguardou-se o tempo de 60 minutos para o processo de pressa em ambiente livre de umidade, como indicado pelo fabricante.

A eliminação da cera e a expansão térmica do revestimento foram realizadas em forno elétrico EDG modelo EDGCON 5P – Brasil, conforme os ciclos especificados na Quadro 4.

Quadro 4 - Ciclos de aquecimento para o revestimento Rematitan Ultra

RAMPA/ TEMPERATURA	VELOCIDADE DE AQUECIMENTO/ RESFRIAMENTO °C/min	PATAMAR/ TEMPERATURA °C	TEMPO DE PERMANENCIA min
Preaquecimento 1 ^{ra} Fase	4	250	60
Preaquecimento 2 ^{da} Fase	4	870- 900	20
Fase de esfriamento 3 ^{ra} Fase		400	30

O aquecimento da liga para fusão Ti cp, foi realizado em máquina de fundição ao vácuo equipada com arco voltaico em atmosfera de gás argônio (Rematitan® Autocast, Dentaurum-Alemanha), apresentado na Figura 7. O processamento é totalmente automático. Esta máquina apresenta duas câmaras inter-comunicadas: a superior, onde se posicionava a pastilha (31 gr) da liga de Ti cp, e uma inferior, onde era posicionado o molde de revestimento. No momento da fundição, a câmara superior é preenchida com gás argônio, ao passo que a câmara inferior, era submetida a vácuo (Figura 8).

Após esfriamento e desinclusão, os canais de alimentação para fundição foram cortados com disco de carborundum separando as estruturas um a um. Os cilindros sofreram acabamento, como relatado no item 4.1.2.



FIGURA 7- Equipamento utilizado para fundição: a) máquina de fundição (Rematitan® Autocast); b) vista interna da máquina de fundição

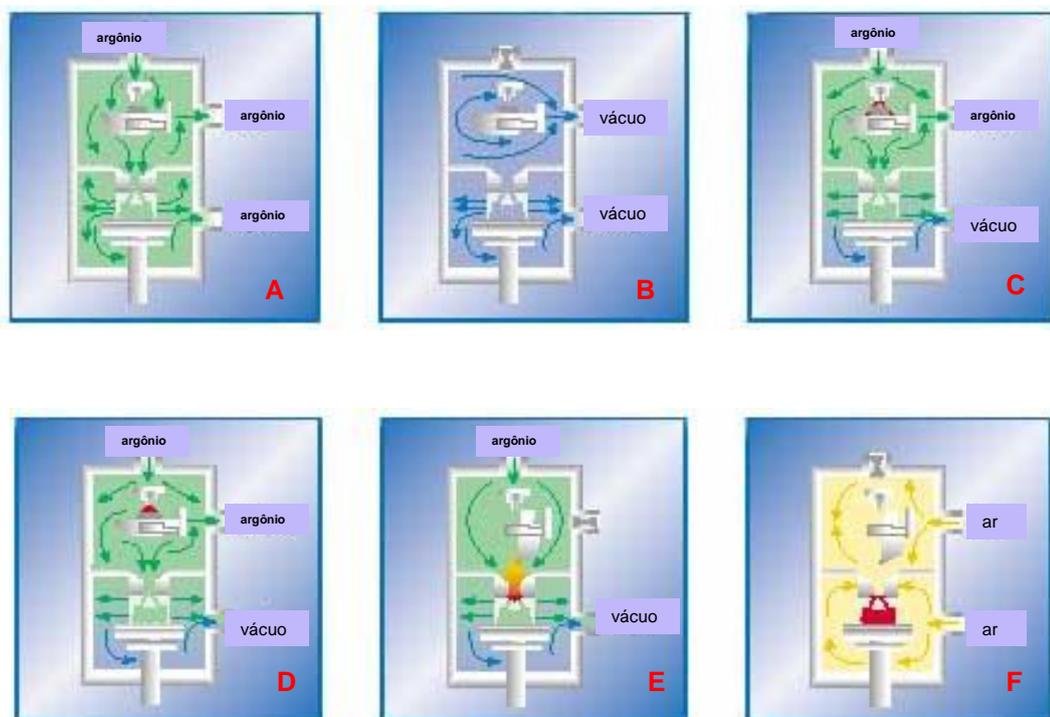


FIGURA 8 – Processo de Fundição: a) circulação do gás protetor; b) fazer vácuo; c) fluxo do argônio; d) fusão da liga, e) injeção do metal; f) injeção do ar nas câmaras

4.1.3 Tratamento superficial das estruturas metálicas

Foi realizado tratamento superficial das estruturas metálicas segundo as normas recomendadas pelos fabricantes previamente à aplicação da porcelana.

Realizou-se o jateamento nas superfícies das bases dos cilindros metálicos de 4mm de diâmetro, com partículas de óxido de alumínio durante 10 segundos à distância de 2,0cm e angulação aproximada de 45°, conforme as instruções do fabricante (Quadro 5) .

Quadro 5 - Tratamento prévio das estruturas metálicas

Liga	Jateamento		Ultrassom	
	Tamanho da partícula (µm)	Pressão Bar	Meio	Tempo (Min)
Au	110	2	Álcool isopropílico	10
Ti cp	150	2	Álcool isopropílico	10

Após o jateamento e limpeza dos corpos-de-prova, as superfícies tratadas não foram tocadas com os dedos nus. Em seguida ajustou-se a temperatura do forno, que deve estar limpo e ser utilizado segundo as normas estabelecidas pelo fabricante. O passo seguinte foi a aplicação do opaco da cerâmica sobre a superfície já tratada do corpo-de-prova.

4.1.4 Aplicação da porcelana

A aplicação da cerâmica foi realizada sobre a face do cilindro com diâmetro de 4mm, com o auxílio de um dispositivo em *teflon* e

alumínio contendo dez sítios para justaposição das estruturas metálicas. Este dispositivo metálico possui uma forma de ajuste manual para permitir a aplicação do material cerâmico em duas camadas de 2mm (Figura 9) (ITINOCHE²³, 1999; OYAFUSO³⁶, 2001). Foram seguidas as normas recomendadas pelos fabricantes e a padronização da aplicação da cerâmica foi feita por uma única pessoa.

Quatro combinação de 24 amostras foram realizadas (Quadro 6)

Quadro 6 - Divisão dos grupos

Grupos	Materiais utilizados	Nº de amostras
G1	Au-Pd/ Omega 900	24
G2	Ti cp/ Triceram	24
G3	Ti cp/ Super Porcelain TI22	24
G4	Ti cp/ Titankeramik	24

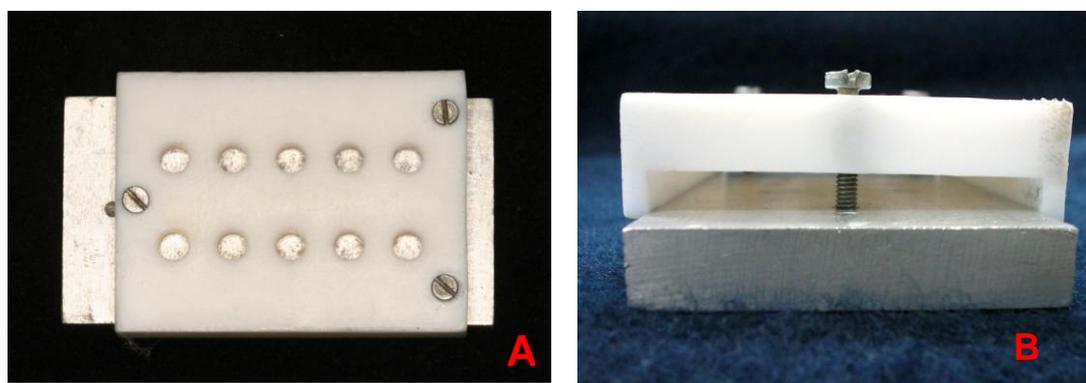


FIGURA 9 – Dispositivo para aplicação da cerâmica a) vista frontal da matriz em teflon e alumínio; b) vista de perfil da matriz

Para elaboração das amostras do grupo 1, foram aplicadas duas camadas do material opaco na forma de pó/líquido, utilizando um pincel. Após o ciclo de queima e esfriamento, cada estrutura metálica foi posicionada no orifício na parte inferior da peça, e pela porção

superior da mesma, inserida a cerâmica (Figura 10). Desta forma, a massa de dentina foi aplicada e os corpos-de-prova foram cuidadosamente removidos e levados à queima, o qual obedeceu às temperaturas e tempos mostrados no Quadro 7. A contração da massa cerâmica foi compensada em uma segunda queima, de forma a se obter as dimensões finais descritas na Figura 11. Todas as aplicações de cerâmica foram realizadas no mesmo forno usando os mesmos procedimentos para cada corpo-de-prova (Vacumat 40, Vita Zahnfabrik – Alemanha).

Quadro 7 - Ciclo de queima da cerâmica Vita Omega 900.

	Temperatura Inicial (° C)	Tempo de secagem (min)	Temperatura de aquecimento por minuto (° C)	Temperatura inicial sob vácuo (° C)	Tempo sob vácuo (min)
Opaco	600	2	75	900	4
Dentina	600	6	50	900	6
Correção	600	6	48	890	6

Para as estruturas metálicas em Ti cp dos grupos 2, 3 e 4, aplicou-se previamente um agente de união preconizados pelos fabricantes de cada sistema cerâmico. Os passos seguintes para aplicação do opaco e da dentina foram realizados em seqüência como descritos no grupo 1.

Para o grupo 2, a manipulação do agente de união foi através da mistura de pó e líquido até a consistência cremosa e aplicada sobre a superfície metálica limpa numa fina camada. O respectivo ciclo de queima da cerâmica Triceram é mostrado no Quadro 8.

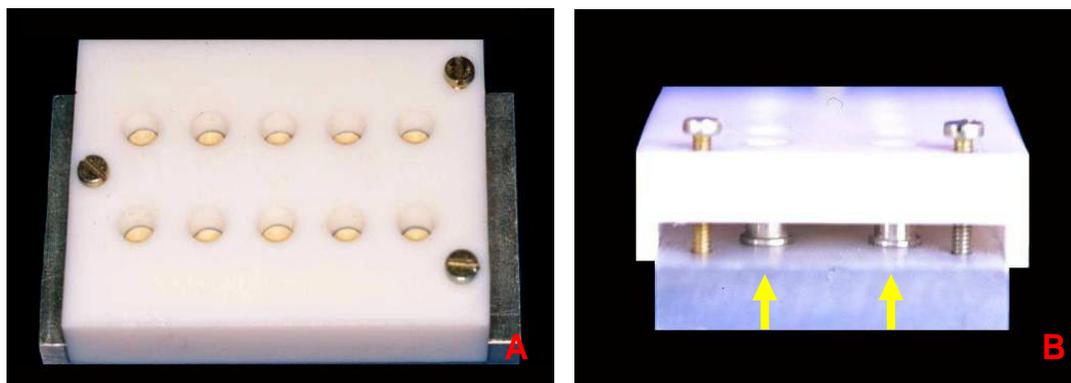


FIGURA 10 – Aplicação da cerâmica: a) estruturas metálicas com a camada de opaco; b) corpo-de-prova posicionado na matriz

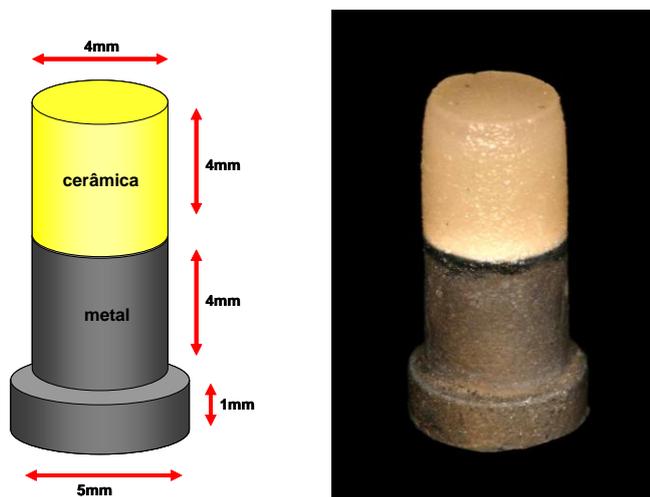


FIGURA 11 – Corpo-de-prova: a) esquema com as respectivas dimensões; b) corpo-de-prova finalizado

Para o grupo 3 foi utilizado o sistema de cerâmica Super Porcelain TI22. Após da limpeza das estruturas metálicas, como descrita no Quadro 5, os 24 cilindros foram levados ao forno para tratamento prévio de oxidação do metal e mantidos por três minutos sob vácuo de 74 cm/Hg. Após a oxidação, foi feita a sinterização da camada do agente de união, e realizou-se o procedimento já descrito para a

aplicação do opaco e dentina conforme as recomendações do fabricante (Quadro 9).

Quadro 8 Ciclo de queima da cerâmica Triceram

	Temperatura Inicial (°C)	Tempo de secagem (min)	Temperatura de aquecimento (°C/min)	Temperatura inicial sob vácuo (°C)	Temperatura Final sob vácuo (°C)
Adesivo	500	4	65	795	795
Opaco	500	4	65	795	795
Dentina	500	6	40	755	755
Correção	500	4	40	755	755

Quadro 9 - Ciclo de Queima de Cerâmica Super Porcelain Ti 22

	Temperatura Inicial (°C)	Tempo de secagem (min)	Temperatura de aquecimento por minuto (°C)	Temperatura inicial sob vácuo (°C)	Temperatura Final sob vácuo (°C)
Oxidação	500	3	50	790	800
Adesivo	500	5	50	790	800
Opaco	500	5	50	770	780
Dentina	500	7	40	750	760
Correção	500	7	40	750	760

O sistema cerâmico Vita Titankeramik foi utilizado para as estruturas metálicas em Ti cp do grupo 4, aplicou-se previamente ao material opaco, uma camada do "bonder" ou agente de união na forma de

pasta, observando uma camada fina e uniforme sobre a superfície da amostra. Os ciclos deste sistema cerâmico estão descritos no Quadro 10 .

Quadro 10 - Ciclo de queima da cerâmica Titankeramik

	Temperatura Inicial (° C)	Tempo de secagem (min)	Temperatura de aquecimento por minuto (° C)	Temperatura inicial sob vácuo (° C)	Tempo sob vácuo (min)
Adesivo	400	6	60	800	6
Opaco	400	2	110	790	4
Dentina	400	6	50	770	8
Correção	400	6	50	770	8

Quadro 11 – Divisão dos corpos-de-prova por grupos, ciclagem mecânica e térmica, teste mecânico

GRUPOS	N DE CORPOS DE PROVA	N DE CORPOS POR TESTE	CICLAGEM TERMICA	CICLAGEM MECÂNICA	TESTE MECÂNICO
G1	24	12	X	X	X
		12			X
G2	24	12	X	X	X
		12			X
G3	24	12	X	X	X
		12			X
G4	24	12	X	X	X
		12			X

4.2 Ciclagem térmica e mecânica

Os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada e mantidos a temperatura ambiente ($37^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$) (Estufa 002 CB- FANEM Ltda- São Paulo) por sete dias.

Previamente ao ensaio mecânico, metade dos corpos-de-prova de cada grupo foi submetida à ciclagem térmica e mecânica simulando a condição bucal por um período de dois anos (Quadro 11).

Para ciclagem térmica utilizou-se máquina termocicladora de marca Nova Etica². Foram realizados 6000 ciclos de $5^{\circ}\text{C}(\pm 1)$ a $55^{\circ}\text{C}(\pm 1)$ em água. O tempo de imersão em cada banho foi de 30 segundos e o tempo de transferência entre os dois banhos em intervalos de 1 segundo.

A ciclagem mecânica foi realizada em meio aquoso (água destilada), com auxílio de um dispositivo desenvolvido para tal fim, onde a base é fixada na máquina de ciclagem, preenchida com água e, dentro da mesma, parafusada uma peça onde foi alojado o corpo-de-prova (Figura 12). A seguir, foram submetidos a uma carga de impacto perpendicular ao longo eixo da amostra, na superfície do recobrimento estético cerâmico. Este ensaio, foi realizado em máquina de ciclagem (desenvolvida por ITINOCHE²⁴)³ aplicando carga de 50N com frequência de 1.0 Hz em 20000 ciclos.

² Máquina de Ciclagem térmica desenvolvida com auxílio da Fapesp processo N° 99/10831-8.

³ Máquina de Ciclagem mecânica desenvolvida com auxílio da Fapesp processo N° 99/10957-1.

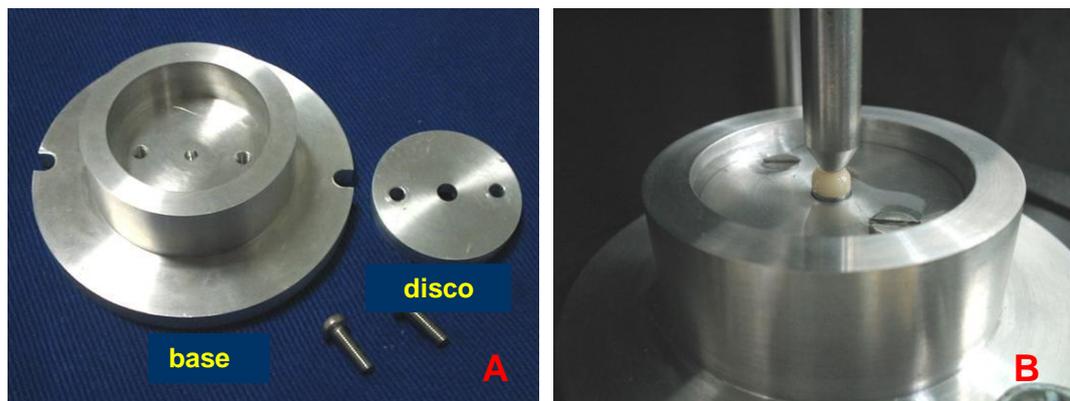


FIGURA 12 – Dispositivo para realização da ciclagem mecânica: a) dispositivo metálico com duas partes para posicionar o corpo-de-prova; b) aplicação da carga sobre o corpo-de-prova posicionado no dispositivo

4.3 Teste de cisalhamento

Os ensaios para verificação da resistência ao cisalhamento foram realizados em máquina de ensaio universal (EMIC, Curitiba, Brasil) com cédula de carga de 500 kg. Para este teste foi utilizado um dispositivo cilíndrico confeccionado em aço temperado composto de duas partes independentes: peça A e B (ITINOCHE²³, 1999; OYAFUSO³⁶, 2001). A primeira tem a configuração de um cilindro (Figura 13A), com adaptação planificada em suas paredes, de forma a possibilitar a introdução da segunda peça (Figura 13B) em seu interior. Esta, também de formato cilíndrico e com uma das paredes planificadas, exerceu a função de êmbolo durante o ensaio mecânico. Nas faces planas de cada uma das peças existe uma perfuração de 4mm de diâmetro que permitiu a introdução do corpo-de-prova simultaneamente nas duas peças, quando coincidentes as perfurações, ficando alojada a porção metálica na peça A e a porção cerâmica na peça B (Figura 13).

O conjunto foi posicionado em uma máquina de ensaio EMIC⁴, com cédula de carga com capacidade de 500Kg. Sobre o prolongamento cilíndrico superior da peça B, foi aplicada força com velocidade constante de 0,5mm/min até que houvesse fratura das amostras, obtendo, desta forma, o valor da carga máxima em MPa suportada pela interface metal/cerâmica.

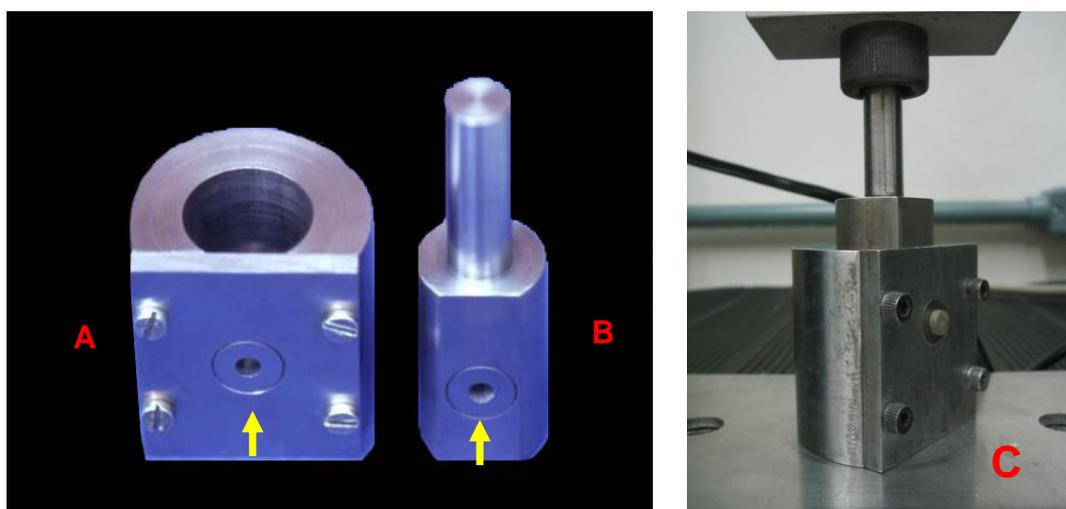


FIGURA 13 – Dispositivo para o ensaio mecânico: a) peça externa; b) peça interna; c) corpo-de-prova posicionado no dispositivo

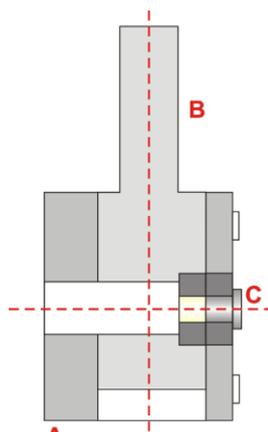


FIGURA 14 – Dispositivo para o ensaio mecânico em corte longitudinal: a) peça externa; b) peça interna; c) corpo-de-prova

4.4 Análise do tipo de fratura

⁴ Máquina de teste mecânico desenvolvida com auxílio da Fapesp processo N° 01/13978-1.

Após a fratura, as superfícies foram analisadas em lupa estereomicroscópica Stemi 2000-C (Karl Zeiss, Inglaterra) e a imagem, registrada por uma câmara (*Cybershot*, modelo DSC S85, SONY) a ela acoplada. A análise foi feita com 25 vezes de aumento, considerando a trajetória da fratura que ocorreram principalmente em três pontos: a) ao longo da região interfacial entre a cerâmica opaca e a zona de interação, b) dentro da zona de interação centro; e c) ao longo da região interfacial entre o metal e a zona de interação (ANUSAVICE⁴, 2005).

4.5 Análise topográfica com microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A obtenção das imagens foi conseguida pelo princípio da reflexão do feixe de elétrons secundários que é projetado sobre a superfície da amostra por meio de um microscópio eletrônico de varredura. As estruturas metálicas fraturadas, foram limpas em 99,9% etanol, em ultrassom a alta frequência (35 kHz) (Vitasonic II, Vita Zanhfabrik, Germany) durante 10 minutos. As amostras foram fixadas numa plataforma de alumínio ou *stub*, e realizou-se recobrimento com uma fina camada condutora de ouro (50 a 100 Ångstron), depositado via vaporização ou *sputtering* iônico na máquina metalizadora Denton Vacuum Inc (Modelo Desk II).

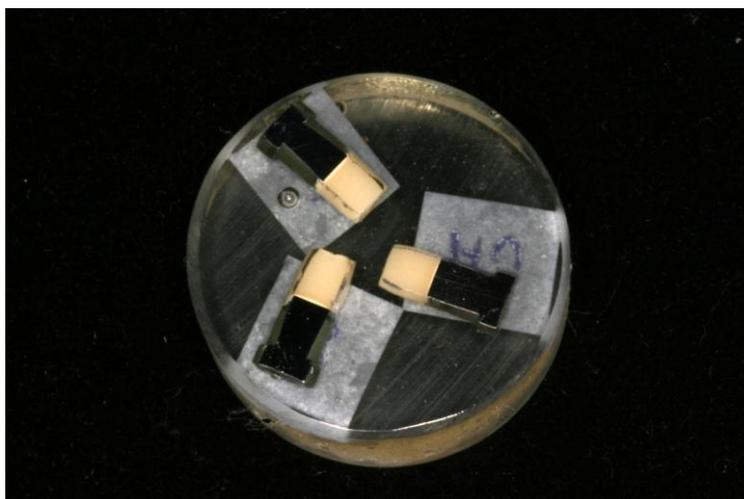
A análise topográfica das superfícies fraturadas foi observada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) marca JEOL JSM-5310⁵, equipado com software digital, para análise das condições da fratura e das interfaces.

4.6 Análise química via MEV+EDS

⁵ Laboratório Associado de Sensores e Materiais, no Centro de Tecnologias Especiais, no Instituto Nacional de Pesquisas Especiais - LAS/CTE/INPE

A análise dos elementos químicos presentes nos substratos metálicos e cerâmicos foi feita utilizando a técnica de EDS (Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X ou *Energy Dispersive Spectrometry* – EDS). A técnica EDS é baseada na análise das energias características de raios X emitidos por cada elemento componente de uma amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície desta amostra em análise. O espectrômetro EDS está acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Dois corpos-de-prova adicionais de cada grupo foram confeccionados, e reservados para a realização das leituras da interface metal/cerâmica. As amostras foram embutidas em resina acrílica epóxi incolor com a finalidade de dar maior resistência ao conjunto para posterior secção longitudinal. Realizou-se o acabamento das amostras⁶, utilizando lixas com granulações sucessivamente mais finas, de 220 e 400 em máquina lixadora (Knuth- Rotor/300-RUM, Dinamarca); seguidos de seu polimento em uma politriz mecânica (POLI PAN-2/PANAMBRA, Brasil) com pasta de diamante de 6, 3, e 0,25 μ m. Entre cada seqüência de polimento colocou-se o corpo-de-prova mergulhado em água destilada e levado a ultrassom durante 5 minutos (Figura 15).



⁶ IAE/ AMR Departamento de Metalografia- CTA.

FIGURA 15 – Amostras embutidas em resina epóxi, para a leitura do MEV e EDS

A microanálise de raios X foi realizada na interface metal/cerâmica das amostras de cada grupo utilizando-se um MEV modelo LEO1450VP (LEO-Zeiss, Inglaterra), e utilizando-se o sistema EDS da Oxford com programa INCA *Energy* e detector EDS de 133 eV de resolução⁷. As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 15mm e 20kV de voltagem de aceleração (20 keV de energia de aceleração). As imagens das amostras e das interfaces metal-cerâmica foram obtidas utilizando o modo de elétrons retroespalhados. Na microfotografia de cada amostra, foram marcados 11 pontos sobre uma linha reta perpendicular à interface metal/cerâmica onde foram obtidos espectros de energias de raios X, que foram usados para a análise composicional de cada ponto (*linescan*). A intensidade lida de radiação X para cada ponto foi em média de 3000 pulsos/s no metal e de 5500 pulsos/s na cerâmica, durante tempo de leitura de 50 s.

Desta forma, as análises composicionais foram realizadas pela obtenção de perfis de concentração de cada elemento químico presente em cada um dos 11 pontos de análise próximos à interface metal/cerâmica. As concentrações foram determinadas como porcentagens em peso dos elementos químicos em cada ponto.

4.6 Análise estatística dos dados

Os dados obtidos no teste de resistência ao cisalhamento foram submetidas à análise estatística, sendo utilizado para o cálculo dos dados o programa Statistical Software para Windows (*StatSoft, Inc.*,

⁷ Laboratório de Microscopia Eletrônica. Departamento Engenharia de Materiais. FAENQUIL.

version 5.5, 2000, Tulsa, OK) e Statistix para Windows (*Analytical Software, Inc., version 8.0, 2003, Tallahase, FL, USA.*

O experimento fatorial tipo 4 x 2 apresentou oito condições experimentais em comparação. Foram efetuadas 12 réplicas (repetições) em cada condição experimental. Para cada réplica, foi selecionada de forma aleatória uma condição experimental. A unidade experimental foi o corpo-de-prova (metal/cerâmica) de formato cilíndrico.

Neste experimento, as duas variáveis independentes (fatores) consideradas foram: sistema metal/cerâmico (Au/Vita Omega 900, Ti/Triceram, Ti/Super Porcelain TI22, Ti/Titankeramik), e ciclagem térmica e mecânica (com e sem ciclagem). A variável dependente (resposta) foi o valor da resistência obtido (em MPa) no ensaio de cisalhamento.

A análise estatística dos noventa e seis dados foi submetida à análise de variância de dois fatores, e o teste de Tukey. O nível de significância adotado para ambos foi o valor convencional de 5%.

5 RESULTADOS

5.1 Ensaio de cisalhamento

Os valores originais de resistência de união, para cada unidade experimental a partir do ensaio de cisalhamento, são apresentados no Apêndice A.

Na Tabela 1 e na Figura 16 estão ilustrados os valores das médias e dos respectivos desvios padrões da resistência de união (em MPa) para as condições experimentais.

Tabela 1 - Média (\pm desvio padrão) dos dados de resistência de união (MPa) para os quatro grupos metal/cerâmicos, com e sem ciclagem térmica e mecânica

Grupos	Ciclagem		linha (média \pm dp)
	Sem	Com	
G1	61,283 \pm 8,338	60,687 \pm 13,789	60,985 \pm 11,146
G2	63,704 \pm 11,542	52,327 \pm 10,521	58,015 \pm 12,265
G3	42,907 \pm 8,960	33,377 \pm 4,206	38,142 \pm 8,399
G4	42,740 \pm 5,208	32,104 \pm 4,799	37,422 \pm 7,314
coluna (média\pmdp)	52,658 \pm 13,120	44,624 \pm 15,273	

n = 12

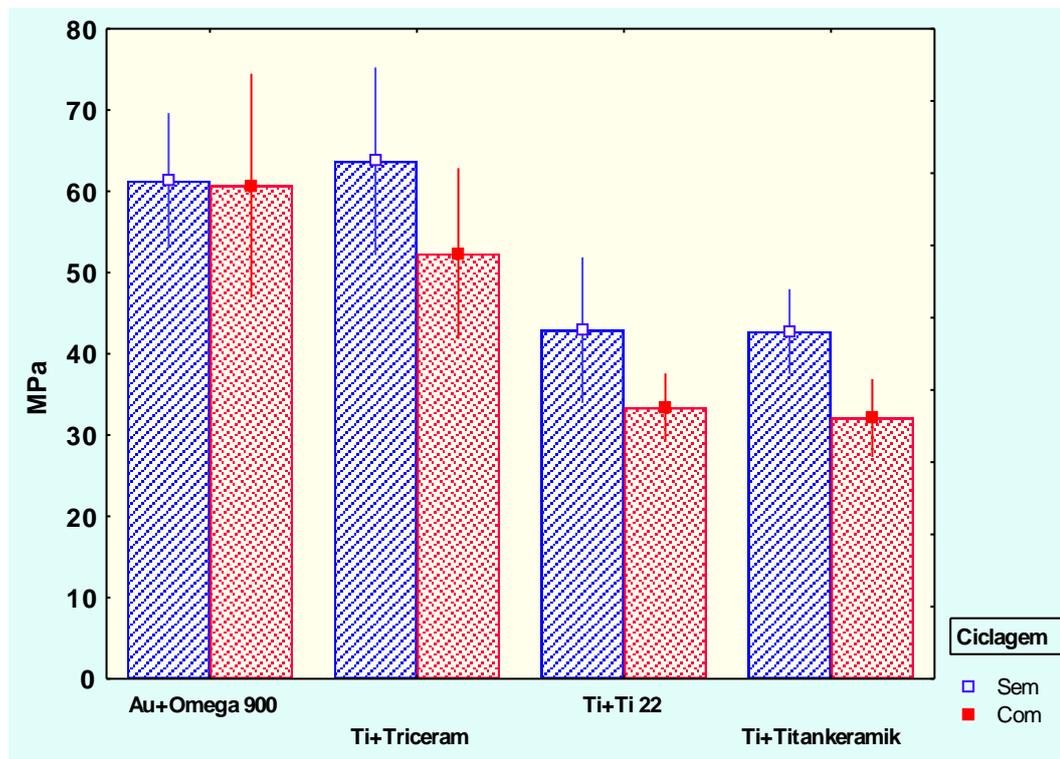


FIGURA 16 - Gráfico da média (\pm desvio padrão) dos dados de resistência de união (MPa) para os quatro grupos metal/cerâmicos, com e sem ciclagem térmica e mecânica

Verifica-se, com as informações acima, que o valor médio de resistência de união dos dados para o grupo Au/Vita Omega 900 sem ciclagem são próximos aos valores obtidos para o grupo Au/Vita Omega 900 com ciclagem; porém, comportamento contrário ocorre para os demais grupos experimentais.

A análise de variância (2 fatores) aplicado aos dados é apresentado na tabela 2.

Tabela 2 – Análise variância para os dados em MPa obtidos nas oito condições experimentais.

Efeito	Graus de Liberdade	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	Razão F	Probabilidade p
Ciclagem	1	1549,3	1549,3	19,02	0,0001*
Grupo metal/cerâmico	3	11432,0	3810,7	46,79	0,0001*
Interação	3	453,1	151,0	1,85	0,143 NS
Resíduo	88	7167,6	81,4		
Total	95	20602,0			

* diferença estatisticamente significativa $p < 0,05$, NS – não significante

Pela análise de variância, pode-se verificar a possibilidade de não rejeitar a hipótese de igualdade referente ao efeito interação entre as variáveis: ciclagem térmica e mecânica, e sistema metal/cerâmico. No entanto, pode-se rejeitar a hipótese de igualdade entre cada um dos dois fatores considerados isoladamente.

5.1.1 Efeito da ciclagem térmica e mecânica

Pela análise de variância (Tabela 2) pode-se verificar que há o efeito ciclagem ($p=0,0001$). A condição sem ciclagem ($52,65 \pm 13,12$ MPa) foi mais resistente que a condição com ciclagem ($44,62 \pm 4,79$ MPa).

5.1.2 Efeito sistema (grupos metal/cerâmicos)

Por meio do teste de comparação múltipla de Tukey (5%) efetuado para os sistemas metal/cerâmicos se pode estabelecer a presença de dois grupos homogêneos, Tabela 3.

Tabela 3 – Resultado do Teste de Tukey ($\alpha=5\%$) para o efeito sistema

Grupo metal/cerâmica	Média (MPa)	Grupos Homogêneos*
Au/Omega 900	60,985	A
Ti/Triceram	58,015	A
Ti/Super Porcelain TI-22	38,142	B
Ti/Titankeramik	37,422	B

* médias seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si

Os sistemas Au/Omega 900 e Ti/Triceram apresentaram valores estatisticamente superiores maiores de resistência de união, quando comparados aos sistemas Ti/Super Porcelain TI22 e Ti/ Titankeramik ($p<0,05$). Nenhuma diferença estatística foi observada entre o Au/Omega 900 e Ti/Triceram e entre Ti/Super Porcelain TI22 e Ti/ Titankeramik ($p>0,05$).

5.1.3. Efeito das condições experimentais sobre a resistência adesiva

Um gráfico de médias, referente às oito condições experimentais é apresentado na figura 17.

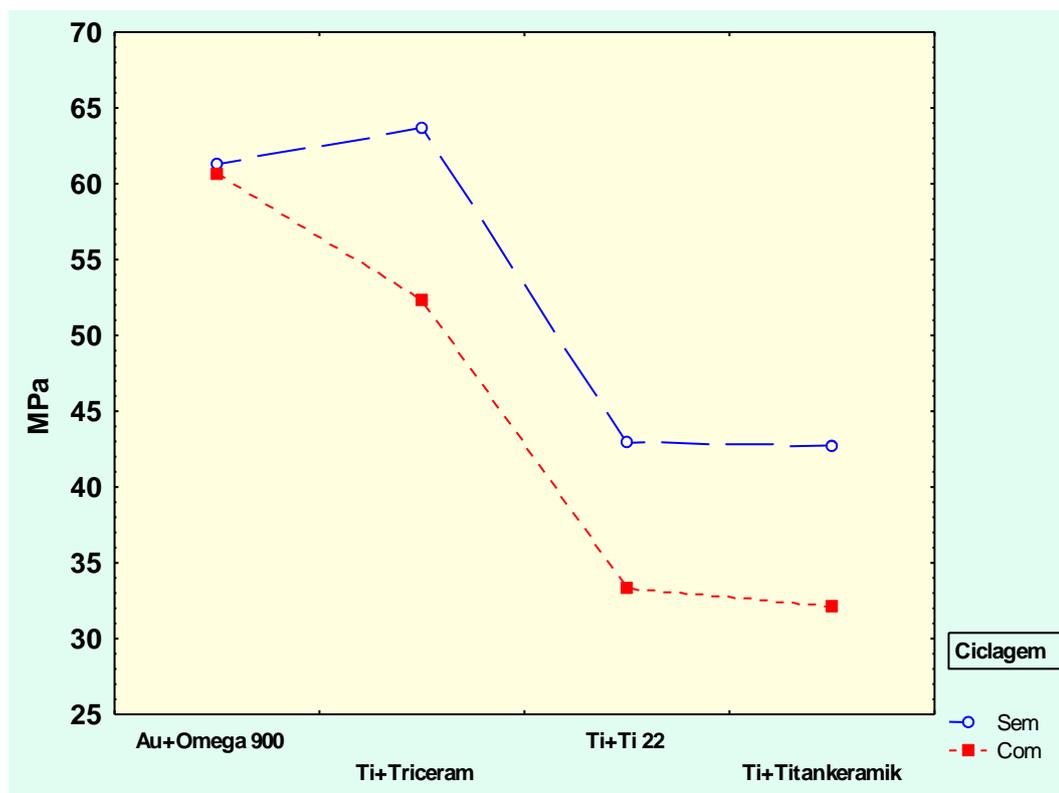


FIGURA 17 - Gráfico de médias, referente às oito condições experimentais, para os dados de resistência adesiva estabelecidas pelas variáveis: sistema e ciclagem.

Quando se aplica o teste de Tukey (5%) para a comparação de médias das condições experimentais, pode-se estabelecer três grupos de mesmo desempenho (denotados pelas letras A, B e C), Tabela 4.

Na Tabela 4, pode ser observado, quanto à resistência de união, que as três melhores condições experimentais (indicadas pela letra A) foram: Ti/Triceram sem ciclagem, Au/Omega 900 sem ciclagem, Au/Omega 900 com ciclagem. As duas condições experimentais menos favoráveis (indicadas pela letra C) foram: Ti/Super Porcelain, Ti-22 com ciclagem e Ti/Titankeramik com ciclagem. As demais condições apresentaram um comportamento intermediário.

Tabela 4 – Formação de grupos de mesmo desempenho quanto à resistência de união (MPa), pelo Teste de Tukey ($\alpha = 5\%$), para as oito condições experimentais

Ciclagem mecânica e térmica	Grupo metal/cerâmica	Média	Grupos Homogêneos*	
Sem	Ti/Triceram	63,704	A	
Sem	Au/Omega 900	61,283	A	
Com	Au/Omega 900	60,687	A	
Com	Ti/Triceram	52,327	A	B
Sem	Ti/Super Porcelain TI-22	42,907	B	C
Sem	Ti/Titankeramik	42,740	B	C
Com	Ti/Super Porcelain TI-22	33,378	C	
Com	Ti/Titankeramik	32,104	C	

* médias seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si

5.2 Análise do tipo de fratura.

O padrão de fratura para os quatro grupos avaliados ocorreu ao longo da interface metal/cerâmica, apresentando remanescentes cerâmicos, em algumas amostras, de materiais previamente aplicados como o opaco, agente de união, ou camada superficial de óxido de titânio (Apêndice B). No grupo G1, a visualização das amostras após ensaio de cisalhamento sugere que a fratura ocorreu ao longo da zona de interação, com algum remanescente de porcelana sobre a superfície metálica (Figura 18)

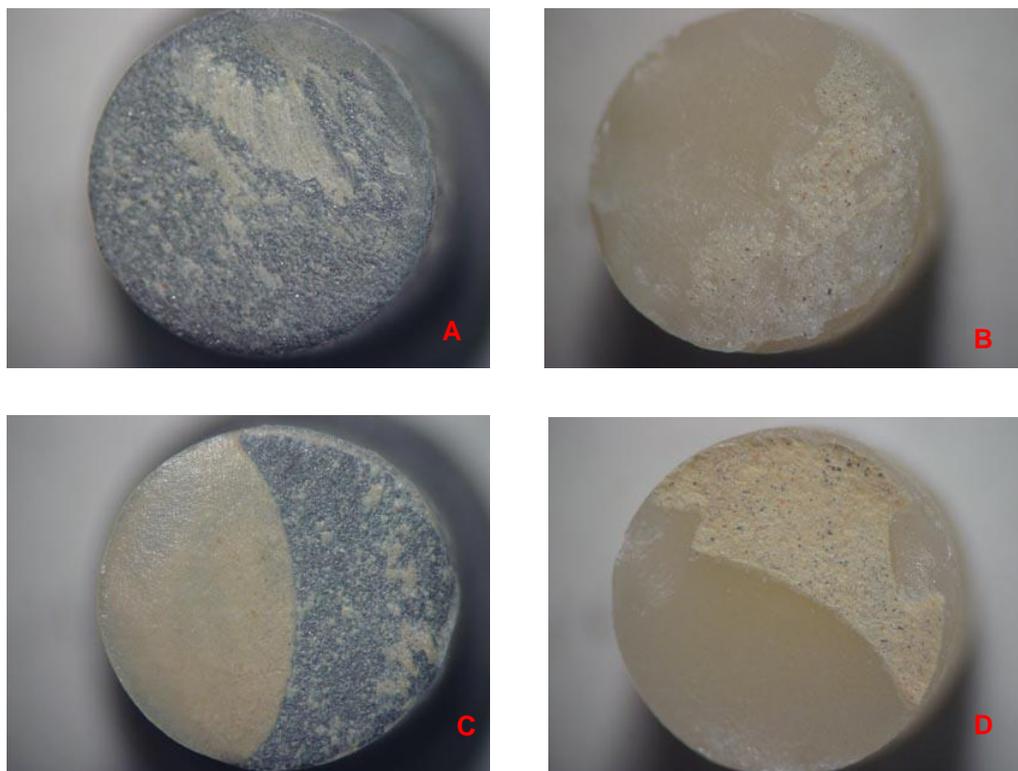


FIGURA 18 - Fotografia (X25) das amostras fraturadas do G1. Sem ciclagem: a) estrutura metálica; b) estrutura cerâmica. Com ciclagem: c) estrutura metálica; d) estrutura cerâmica

Nos grupos G2, G3, e G4 houve uma evidente visualização de camadas escurecidas nas superfícies das cerâmicas após a separação dos materiais, sugerindo a presença de Ti, ou ainda de Ti_2O como verificado nas Figuras 19, 20, 21.

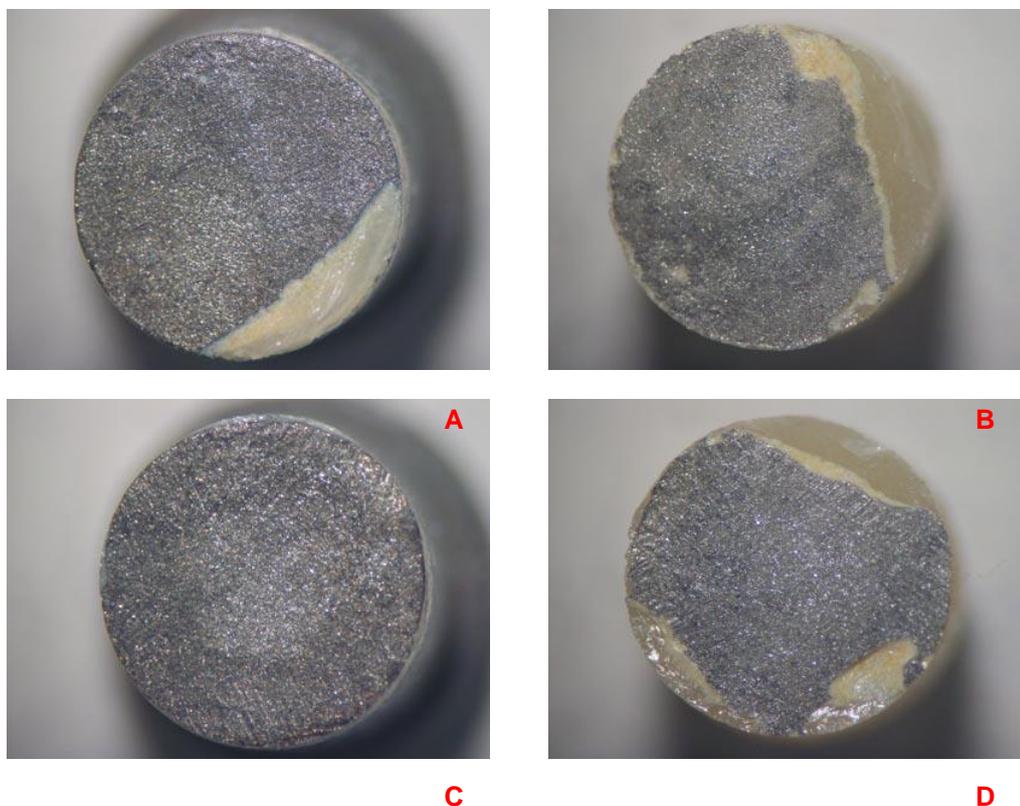


FIGURA 19 - Fotografia (X25) das amostras fraturadas do G2. Sem ciclagem: a) estrutura metálica; b) estrutura cerâmica. Com ciclagem: c) estrutura metálica; d) estrutura cerâmica

A grande maioria das amostras do G2 não apresentou remanescente de cerâmica sobre a superfície metálica, sugerindo que a fratura ocorreu ao longo da zona interfacial entre o metal e a zona de interação (Figura 19).

Entretanto, os grupos 3 e 4 mostraram uma maior porção de agente adesivo ou material opaco sobre a superfície metálica, sugerindo nestes grupos que a fratura aconteceu dentro da zona de interação (20, 21).

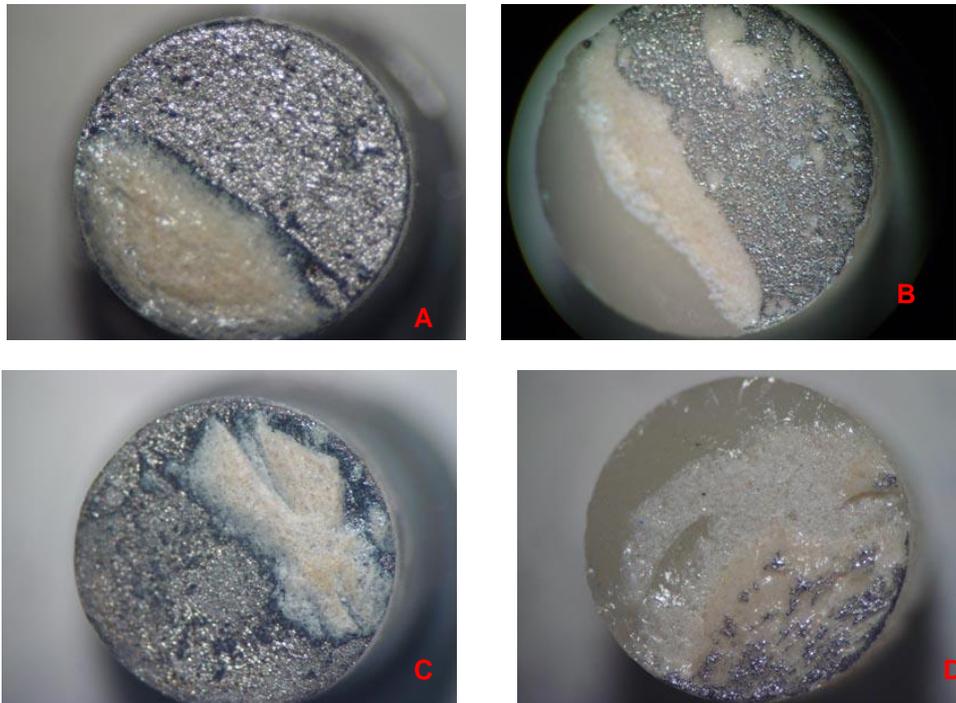


FIGURA 20 - Fotografia (X25) das amostras fraturadas do G3. Sem ciclagem: a) estrutura metálica; b) estrutura cerâmica. Com ciclagem: c) estrutura metálica; d) estrutura cerâmica

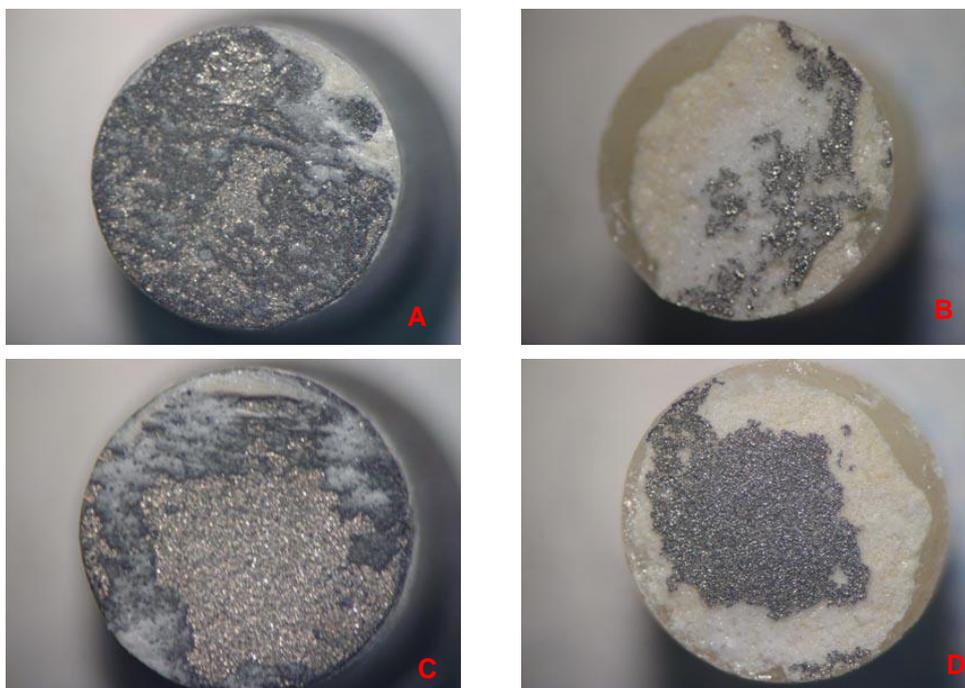


FIGURA 21 - Fotografia (X25) das amostras fraturadas do G4. Sem ciclagem: a) estrutura metálica; b) estrutura cerâmica. Com ciclagem: c) estrutura metálica; d) estrutura cerâmica

5.2 Análise topográfica com MEV

A liga de Au combinada com a cerâmica Vita Omega 900 foi que apresentou maior quantidades de ilhas de remanescente cerâmico aderidas à superfície de metal, quando observada com pequeno aumento (Figuras 22a e 23a). Quando observada em maiores aumentos, verificou-se a presença de partículas de cerâmica aderidas à superfície do metal, mesmo em regiões onde, com menor aumento, não se constatava a presença de cerâmica aderida (22b e 23b).

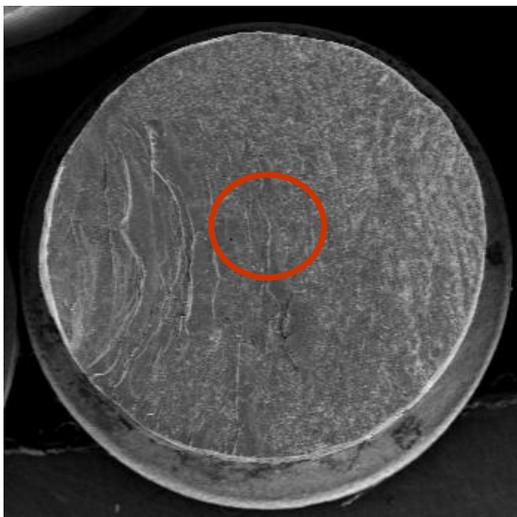


FIGURA 22a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G1 sem ciclagem (X15).

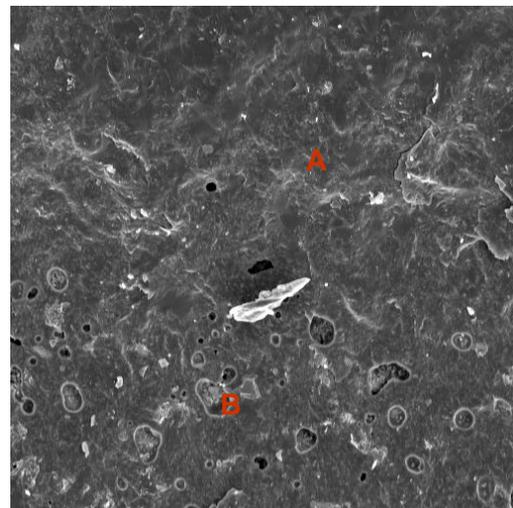


FIGURA 22b – Aspecto da superfície metálica do G1 (X500): A – metal e B – cerâmica aderida.

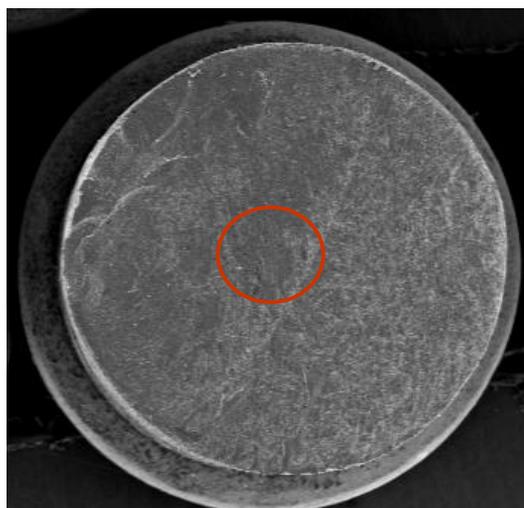


FIGURA 23a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G1 com ciclagem (X15).

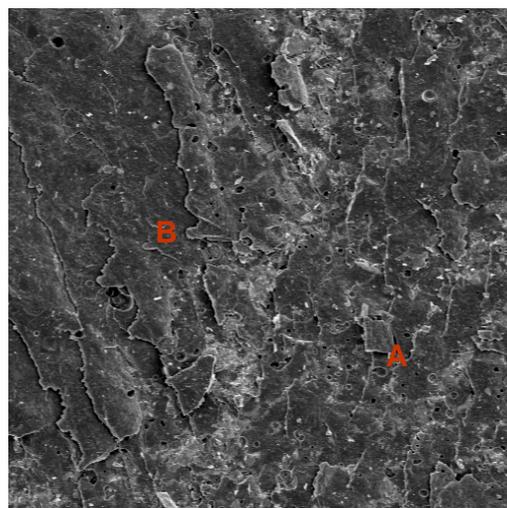


FIGURA 23b – Aspecto da superfície metálica do G1 (X500): A – metal e B – cerâmica aderida.

Por outro lado, para os grupos confeccionados com a liga de Ti CP (24a-b, 25a-b, 26a-b, 27a-b, 28a-b e 29a-b) a ruptura ocorreu na interface óxido-metal, observando-se poucas ilhas de cerâmica residual aderidas à superfície do metal. Adicionalmente verificou-se, em maior aumento, a presença de irregularidades na superfície metálica, possivelmente decorrentes do jateamento com óxido de alumínio realizado previamente à aplicação da cerâmica. Nas imagens, identificamos adicionalmente, uma camada intermediária entre a cerâmica residual, correspondente ao agente de união, ilustradas nas Figuras 24a-b, 25a-b, 26a-b e 27a-b. Esta camada mostrou-se mais evidente no grupo G4 (28a-b e 29a-b).

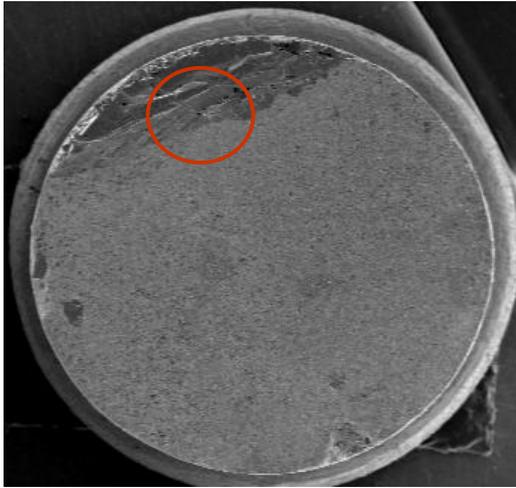


FIGURA 24a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G2 sem ciclagem (X15).

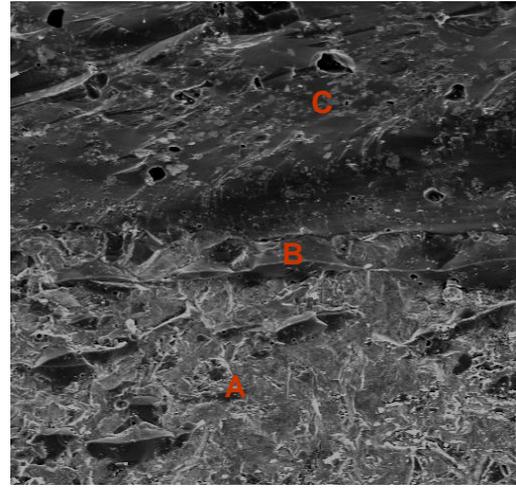


FIGURA 24b – Aspecto da superfície metálica do G2 (X500): A – metal, B – agente adesivo e C - cerâmica aderida.

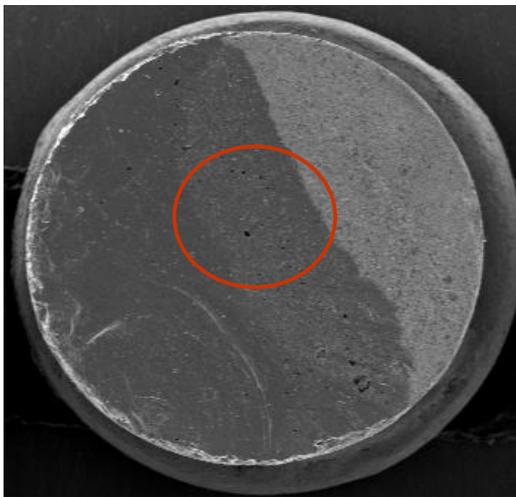


FIGURA 25a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G2 com ciclagem (X15).

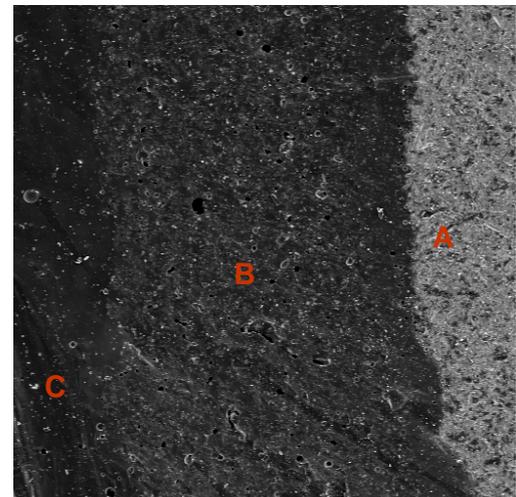


FIGURA 25b – Aspecto da superfície metálica do G2 (X75): A – metal, B – agente adesivo e C - cerâmica aderida.

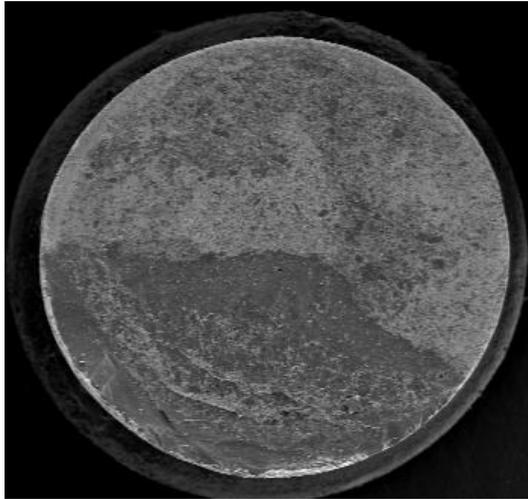


FIGURA 26a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G3 sem ciclagem (X15).

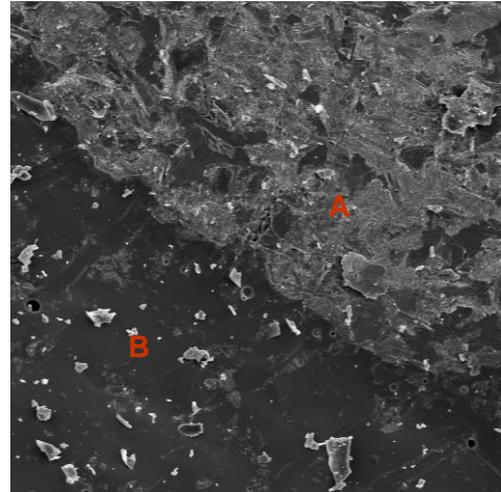


FIGURA 26b – Aspecto da superfície metálica do G2 (X500): A – metal, B - cerâmica aderida.

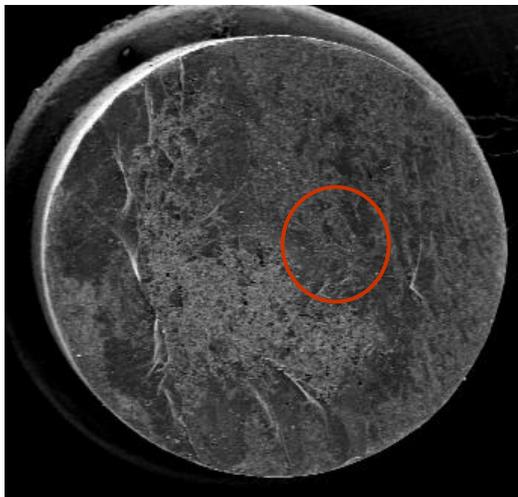


FIGURA 27a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G3 com ciclagem (X15).

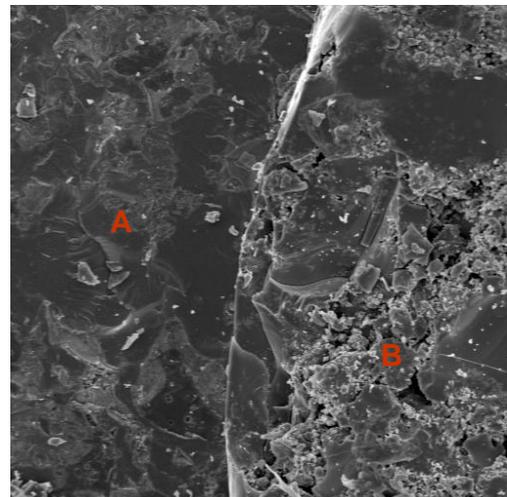


FIGURA 27b – Aspecto da superfície metálica do G3 (X500): A – metal, B - cerâmica aderida.

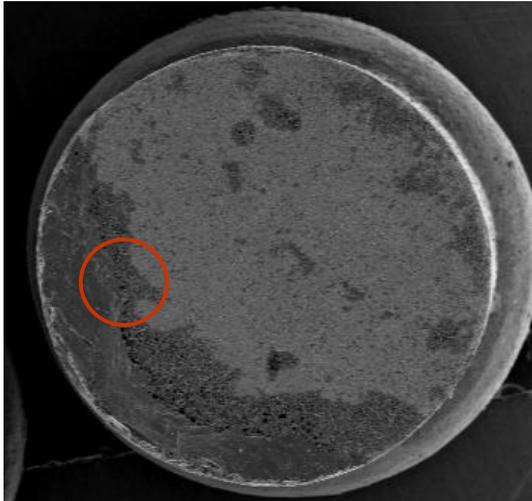


FIGURA 28a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G4 sem ciclagem (X15).

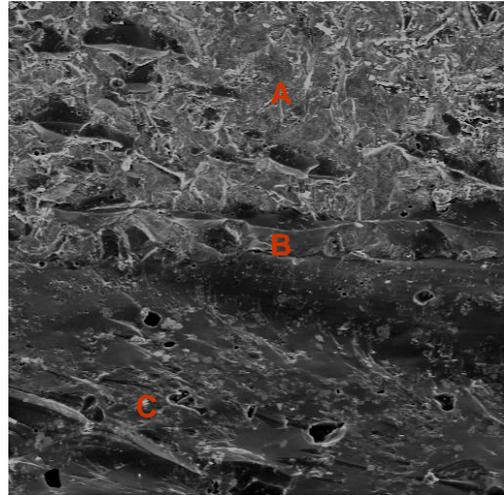


FIGURA 28b – Aspecto da superfície metálica do G4 (X500): A – metal, B – agente adesivo e C - cerâmica aderida.

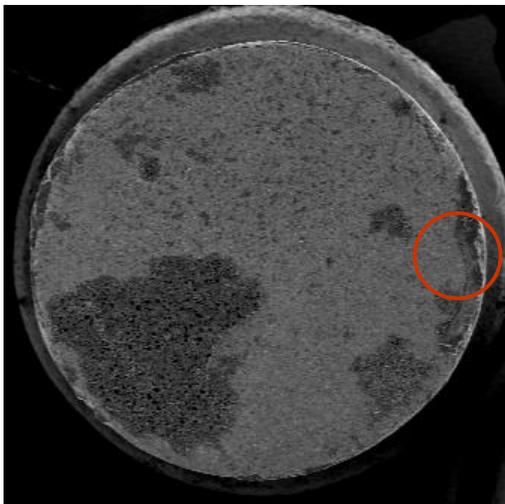


FIGURA 29a - Imagem da estrutura metálica fraturada do G4 com ciclagem (X15).

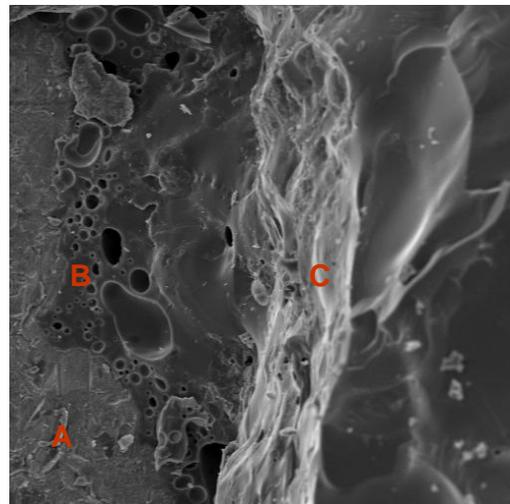


FIGURA 29b – Aspecto da superfície metálica do G4 (X500): A – metal, B – agente adesivo e C - cerâmica aderida.

5.4 Análise química da interface metal/cerâmica via MEV+EDS

Com o auxílio do MEV, foram detectadas, após secção longitudinal dos corpos-de-prova, três regiões distintas: a) substrato metálico; b) zona de interação; c) substrato cerâmico (Figuras 30, 32, 34 e 36). As distintas camadas foram confirmadas pela análise de EDS que detectou nos quatro grupos a presença de diferentes elementos químicos de acordo com a distribuição dos elétrons nas camadas de energia. Nas Figuras 31, 33, 35 e 37 são mostradas as curvas dos espectros dos elementos químicos presentes na interface das amostras de cada grupo experimental, e registrou-se nos quadros 12, 13, 14 e 15 (Apêndice C), o peso de cada um deles em porcentagem.

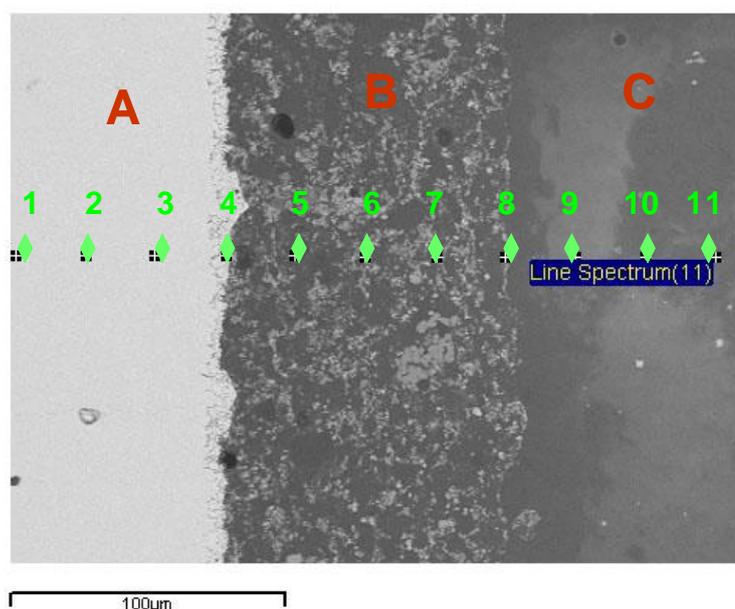


FIGURA 30 – MEV da interface Au/Omega 900 após seção longitudinal: a) metal; b) zona de interação; c) cerâmica (X1000). A micro-análise com EDS foi realizada nos 11 pontos de marcação registrados através da interface.

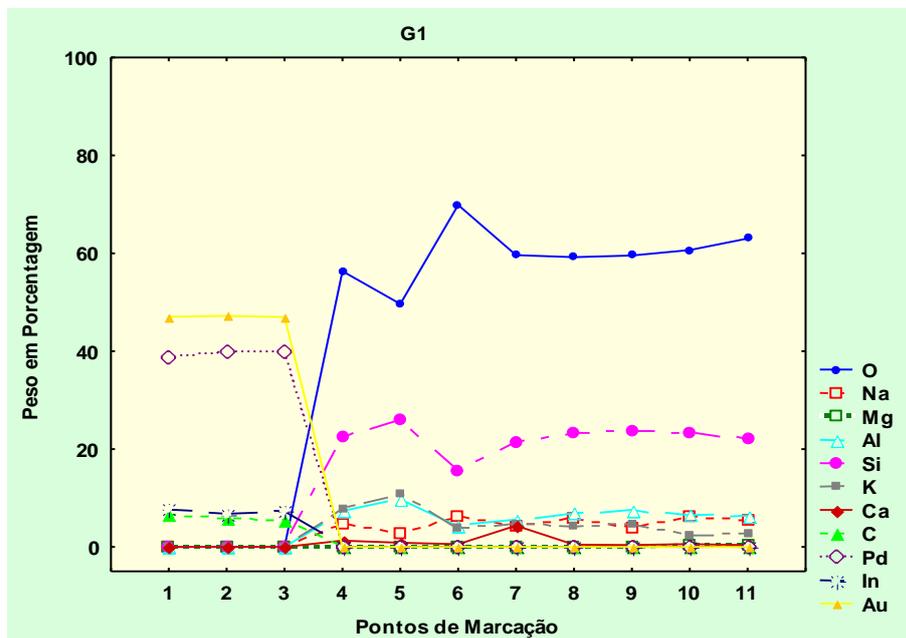


FIGURA 31 – Gráfico comparativo do peso (%) dos elementos químicos presentes na interface Au/Omega 900 obtidos a partir dos 11 pontos de marcação.

Observando as Figuras 32, 34 e 36, verificou-se que todas as interfaces apresentaram-se íntegras, sugerindo uma adequada união entre os materiais.

Analisando as Figuras 33, 35 e 37, observaram-se os seguintes elementos presentes na zona de interação: Titânio (Ti), Silício (Si), Potássio (K), Cálcio (Ca), Magnésio (Mg), Alumínio (Al) e Oxigênio (O) nos grupos 2, 3 e 4. Apenas para a cerâmica Super Porcelain TI22 (Figura 35) foi encontrada uma pequena quantidade de Bário (Ba) e Enxofre (S), no entanto houve uma quantidade apreciável de Estanho (Sn) no ponto de marcação 7, ilustrado no Quadro 15 (Apêndice C).

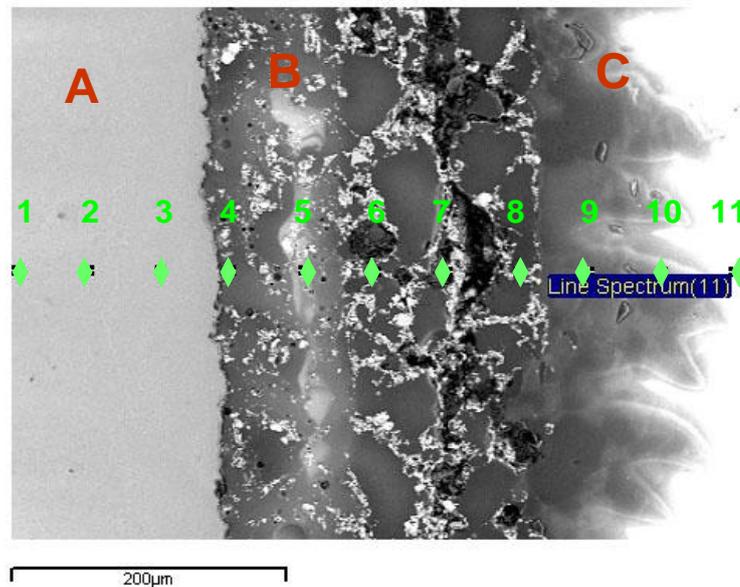


FIGURA 32 – MEV da interface Ti cp/Triceram após seção longitudinal: a) metal; b) zona de interação; c) cerâmica (X800). A micro-análise com EDS foi realizada nos 11 pontos de marcação registrados através da interface.

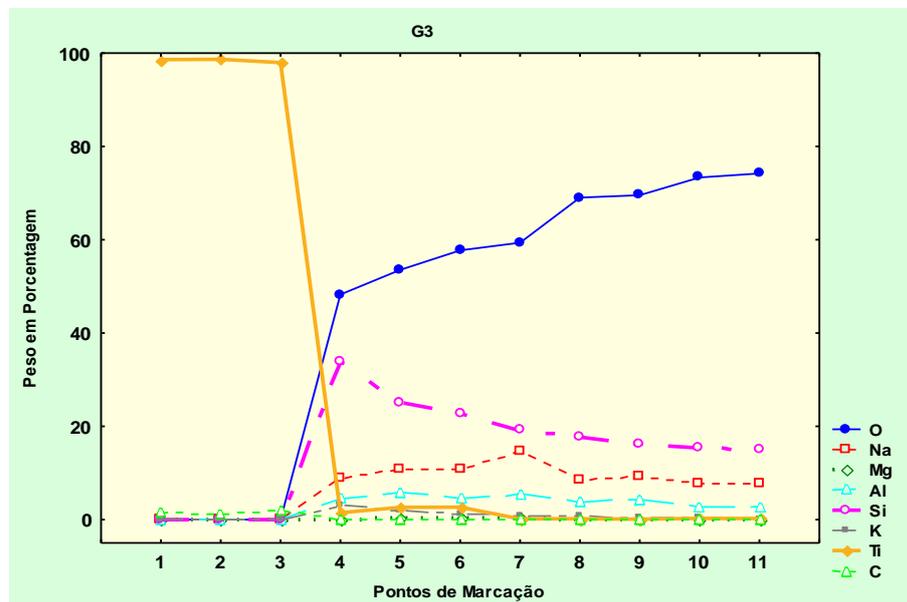


FIGURA 33 – Gráfico comparativo do peso (%) dos elementos químicos presentes na interface Ti cp/Triceram obtidos a partir dos 11 pontos de marcação.

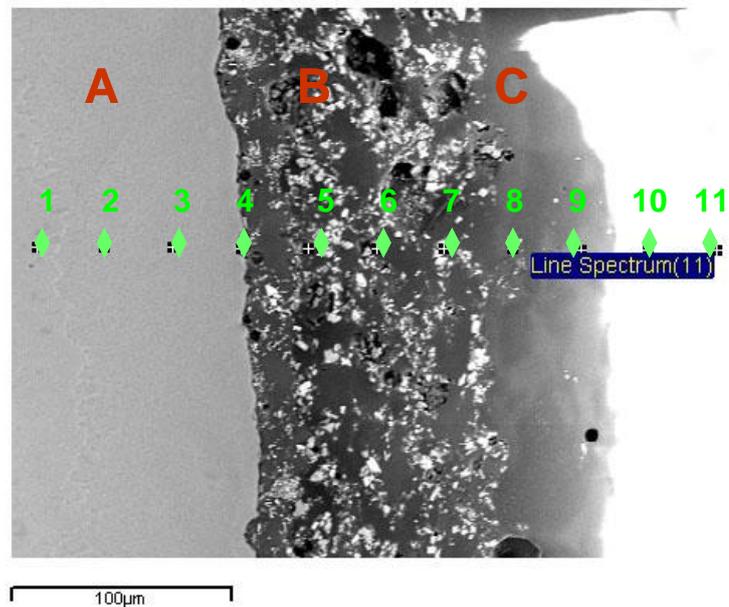


FIGURA 34 – MEV da interface Ti CP/Super Porcelain TI22 após seção longitudinal: a) metal; b) zona de interação; c) cerâmica (X500). A micro-análise com EDS foi realizada nos 11 pontos de marcação registrados através da interface.

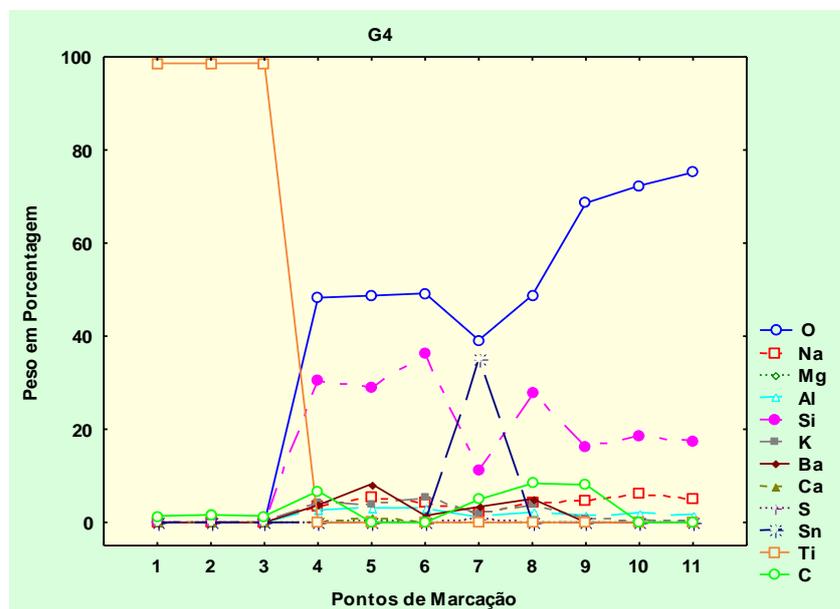


FIGURA 35 – Gráfico comparativo do peso (%) dos elementos químicos presentes na interface Ti cp/Super Porcelain TI22 obtidos a partir dos 11 pontos de marcação.

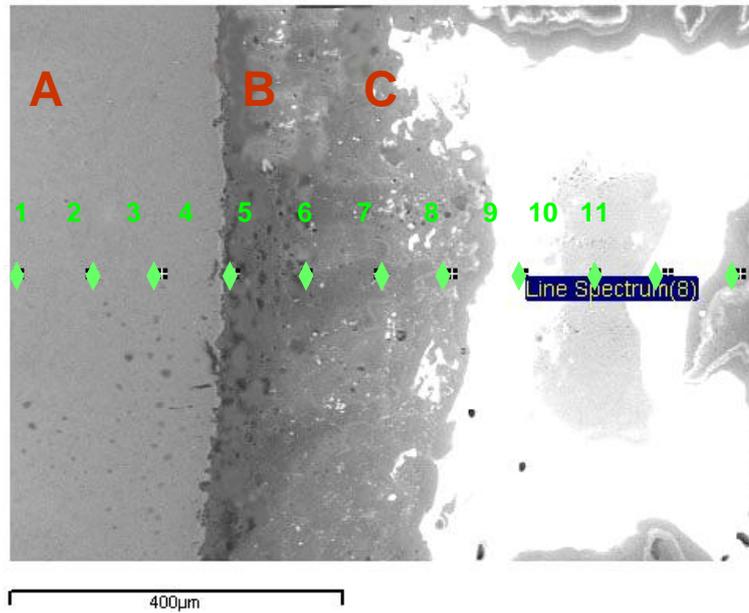


FIGURA 36 – MEV da interface Ti cp/Titan cerâmico após seção longitudinal: a) metal; b) zona de interação; c) cerâmica (X500). A micro-análise com EDS foi realizada nos 11 pontos de marcação registrados através da interface.

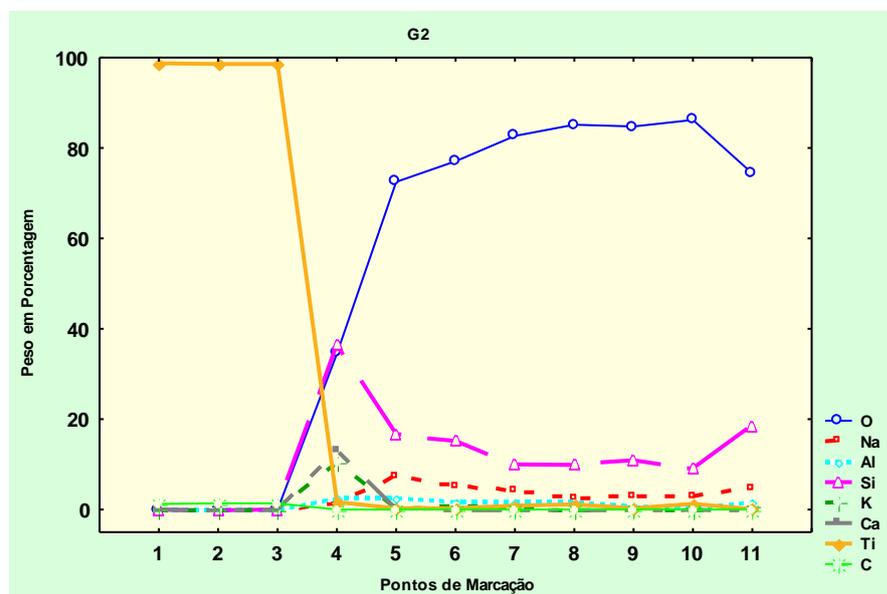


FIGURA 37 – Gráfico comparativo do peso (%) dos elementos químicos presentes na interface Ti cp/Titan cerâmico obtidos a partir dos 11 pontos de marcação.

6 DISCUSSÃO

As restaurações metalocerâmicas têm sido utilizadas por muito tempo como uma opção de tratamento reabilitador, por combinar a estética natural do material cerâmico com a durabilidade e adaptação marginal do metal fundido (RILEY⁴², 1977). Restaurações aceitáveis requerem metais e cerâmicas química, térmica, mecânica e esteticamente compatíveis (YILMAZ & DINÇER⁵⁶, 1999; CRAIG & POWERS¹¹, 2004). A natureza da união metalocerâmica foi estudada extensivamente e, em geral, concorda-se com a existência de três mecanismos envolvidos: retenção micromecânica, adaptação compressiva e união química (RILEY⁴², 1977; CRAIG & POWERS¹¹, 2004; ANUSAVICE⁴, 2005).

O sistema metal/cerâmico selecionado como grupo controle para este trabalho foi o ouro/cerâmica, porque tanto suas propriedades físicas quanto as químicas já foram amplamente estudadas e relatadas na literatura odontológica definindo-as como excelentes em suas qualidades (HAMMAD et al.²¹, 1987; PERSSON & BERGMAN³⁸, 1996).

O sucesso dos implantes osseointegrados em titânio e a procura por ligas alternativas às tradicionalmente utilizadas para prótese metalocerâmica, fez com que o titânio se tornasse um material de interesse para os pesquisadores na área de prótese (GARBELINI et al.¹⁷, 2003). A biocompatibilidade (KASEMO²⁶, 1983; JONES et al.²⁵, 1986; LAUTENSCHLAGER & MONAGAN³⁰, 1993), resistência à corrosão (KASEMO²⁶, 1983; LAUTENSCHLAGER & MONAGAN³⁰, 1993), resistência à fadiga (ZAVANELLI et al.⁵⁸, 2000), baixo peso específico (WANG & FENTON⁵², 1996; CRAIG & POWERS¹¹, 2004; ANUSAVICE⁴, 2005), ductilidade (BROWN⁸, 1997; CRAIG & POWERS¹¹, 2004; ANUSAVICE⁴, 2005), e baixa condutibilidade térmica (WANG &

FENTON⁵¹, 1996; FISCHER¹⁵, 1997; YODA et al.⁵⁷, 2001) do titânio são propriedades únicas e atrativas. Assim, optou-se por testar a adesividade da cerâmica ao titânio para avaliar a possibilidade de utilização na confecção de coroas metalocerâmicas.

Com o intuito de avaliar o desempenho clínico das restaurações, materiais e técnicas de confecção devem ser minuciosamente avaliados em testes laboratoriais (ELIAS & LOPES¹³, 2001; GARBELINI et al.¹⁷, 2003). A longevidade das restaurações metalocerâmicas é, normalmente, determinada por meio de testes de resistência de união, resultado da combinação do substrato metálico com cerâmica específica.

Riley⁴² (1977), Elias & Lopes¹³ (2001), Scolaro & Valle⁴³ (2002) afirmaram a inexistência de um método universalmente aceito para avaliação da resistência de união entre cerâmicas e substratos cerâmicos. A literatura relata diferentes pesquisas desenvolvidas com o intuito de avaliar diversas metodologias, cada uma delas proposta na tentativa de identificar a influência de cada mecanismo envolvido na união metalocerâmica. Assim, nenhuma delas esteve totalmente isenta de erros inerentes ao método, devido à complexidade da interface metal/cerâmica (ANUSAVICE et al.⁵, 1980; HAMMAD & TALIC²⁰, 1996).

O ensaio de resistência ao cisalhamento foi considerado o método mais confiável, por concentrar a força exercida no ponto de junção dos dois materiais (CHONG et al.¹⁰, 1980; MALHOTRA & MAICKEL³², 1980; HAMMAD et al.²¹, 1987; HAMMAD & STEIN¹⁹, 1990; STANNARD et al.⁴⁴, 1990; KIMURA et al.²⁷, 1990; OYAFUSO³⁶, 2001; OLIVIERI³⁵, 2003; BONDIOLI & BOTTINO⁶, 2004; PRETTI et al.⁴⁰, 2004; e MELO et al.³³, 2005). No entanto, outros pesquisadores como Gilbert et al.¹⁸ (1994), Pang et al.³⁷ (1995), Pröbster et al.⁴¹ (1995), Esquivel et al.¹⁴ (1996), White et al.⁵⁴ (1996), Poljak-Guberina et al.³⁹ (1999), Yilmaz & Dincer⁵⁶ (1999), Yoda et al.⁵⁷ (2001), Garbelini et al.¹⁷ (2003), Tróia et al.⁵⁰ (2003) indicam o teste de flexão de três pontos, ou o teste de flexão de

quatro pontos descrito por Suansuwan & Swain⁴⁵ (1999), Suansuwan & Swain⁴⁶ (2003), ou o teste de flexão biaxial como fazem Cai et al.⁹ (2001).

Neste estudo o ensaio mecânico utilizado foi o de cisalhamento, seguindo a metodologia utilizada por Itinoche²³ (1999), Oyafuso³⁶ (2001), Olivieri³⁵ (2003), Bondioli & Bottino⁶ (2004), Pretti et al.⁴⁰ (2004), e Melo et al.³³ (2005). Assim, nossos resultados evidenciaram valores mais elevados das médias obtidas pelo teste de resistência ao cisalhamento da interface Au/Vita Omega 900, e Ticp/Triceram para as quatro combinações metal/cerâmicas avaliados.

Segundo Anusavice⁴ (2005), o comportamento da oxidação de uma liga, determina amplamente seu potencial de união com as cerâmicas. As ligas metálicas que formam óxidos aderentes durante a desgaseificação (oxidação), apresentam uma boa adesão com a porcelana, sendo o contrário também verdadeiro. Assim, ligas metálicas que apresentam união fraca da camada de óxidos, como é o caso do Ti cp, necessitam de meios adicionais de retenção, como agentes de união específicos aplicados na forma de um líquido fino à superfície metálica e queimados de modo similar à porcelana opaca. A função desses agentes é dupla: melhorando a união metal/cerâmica por limitar a espessura da camada de óxido na superfície de metais básicos durante a queima e ajudar a estética bloqueando a cor escura do óxido metálico.

A camada de óxido de titânio formada na superfície da liga fundida apresenta grande estabilidade química, porém esta camada pode impedir que reações químicas ocorram entre o Ti cp e os componentes do *bonder*, enfraquecendo a união titânio/cerâmica. Além disso, esta camada de óxidos neoformada foi descrita como não aderente, porosa e inadequada para a união com a cerâmica (Könönen & Kivilathi²⁸, 1994). Podemos verificar nos trabalhos de Kimura²⁷ (1990); Könönen & Kivilathi²⁸ (1994), Yilmaz & Dinçer⁵⁶ (1999), Oyafuso³⁶ (2001), Tróia et al.⁵⁰ (2003) que, ao ensaio de resistência de união Ti cp/cerâmica, as falhas e fraturas

geralmente ocorriam na própria camada de óxidos, ou na interface óxido/metálico.

No entanto, pesquisas de Gilbert et al.¹⁸ (1994) e Taira et al.⁴⁹ (1998) confirmam a importância da utilização de um agente de união (*bonder*) na superfície do titânio como procedimento anterior à aplicação da camada do opaco. Blume et al.⁷ (1999) afirmaram que o *bonder* poderia induzir a reatividade nessa camada de óxidos com tempos prolongados de queima, diminuindo assim a sua microdureza e propiciaria a diminuição de oxigênio. Em nosso trabalho cada combinação de TiCp/cerâmica utilizou o agente de união recomendado pelo fabricante. Nos sistemas Triceram e Super Porcelain TI22 aplica-se o *bonder* a partir da mistura do pó com o líquido. Entretanto, o sistema Vita Titankeramik possui o *bonder* com apresentação em pasta. Pensamos ser importante levar em consideração, a consistência e distribuição uniforme deste agente de união, sendo que, uma boa aderência seria dependente de uma película menos espessa e homogênea.

Especificamente para o Ti cp, alguns pesquisadores (ADACHI et al.¹, 1990; KIMURA et al.²⁷, 1990) avaliaram o comportamento da oxidação, realizando tratamentos térmicos com diversas temperaturas, sem aplicação da cerâmica sobre o metal. Observaram que o titânio apresenta grande capacidade de oxidação, devido à sua alta reatividade em temperaturas elevadas, verificando que o aumento da espessura da camada de óxidos é diretamente proporcional à elevação da temperatura. Até 800 °C ocorre apenas um aumento gradual de TiO₂, porém acima de 900 °C, a formação de óxido é maior; assim, o excesso ou ausência da formação do TiO₂, pode interferir na união com a cerâmica (KIMURA et al.²⁷, 1990; LAUTENSCHLAGER & MONAGHAN³⁰, 1993). Segundo Taira et al.⁴⁹ (1998), acima de 900 °C, mesmo sob vácuo, a camada de óxido é capaz de dissolver-se para o interior do titânio. Sendo assim, sugeriram o jateamento com óxidos para a remoção não

apenas de eventuais vestígios, mas também de parte da camada de óxido metálico.

De acordo com Könönen & Kivilathi²⁸ (1994), o acabamento da superfície do titânio influencia amplamente na integridade mecânica das interfaces titânio/cerâmica. Observou-se melhor integridade nas amostras que foram submetidas ao jateamento com óxido de alumínio do que nas amostras que foram eletropolidas, as quais apresentaram fendas na interface. Analisando as Figuras 28a, 29a, 30a, 31a, 32a e 33a, visualiza-se que as interfaces apresentam irregularidades. Essas irregularidades são provenientes do jateamento com óxido de alumínio, fator pelo qual foi favorecida a união mecânica pelo embricamento entre o Ti cp e as cerâmicas.

Encontra-se na literatura (WANG et al.⁵², 1998; CRAIG & POWERS¹¹, 2004) que o α -case é uma camada extremamente dura e friável que afeta negativamente a resistência de união metal/cerâmica se a cerâmica for aplicada sobre ela. No presente trabalho, esta camada foi removida seguindo as recomendações dos fabricantes, deixando a superfície livre dos produtos de reação com o revestimento, para que pudesse reagir com o *bonder*. Este procedimento foi realizado em concordância com metodologias descritas nas pesquisas de Oyafuso³⁶ (2001), Olivieri³⁵ (2003), Tróia et al.⁵⁰ (2003), Garbelini et al.¹⁷ (2003), e Bondioli & Bottino⁶ (2004).

O Ti cp é um metal de dureza relativamente baixa (160 VHN), quando comparado às ligas de metais básicos (WANG & FENTON⁵¹, 1996), o que permite a retenção de partículas de Al_2O_3 na superfície do metal (CAI et al.⁹, 2001). Isto implicaria na redução da área livre para a união da cerâmica sobre o metal, inclusive podendo soltar-se do substrato metálico, após os ciclos de queima da cerâmica, gerando núcleos de propagação de fraturas. Por tanto, a presença de partículas de Al_2O_3 retidas sobre a superfície do Ti cp pode ser tão importante na redução da resistência de união (CAI et al.⁹, 1999), quanto na formação

excessiva de óxidos, durante os ciclos de queima da cerâmica (ADACHI et al.¹, 1990; PANG et al.³⁷, 1995; PRÖBSTER et al.⁴¹, 1996; TAIRA et al.⁴⁹, 1998), ou à incompatibilidade de coeficientes de expansão térmica entre a cerâmica e o Ti cp (TROIA et al.⁵⁰, 2003).

Nas temperaturas entre 882-883°C o titânio sofre transformação cristalina passando de fase alfa a fase beta. Esta mudança influencia diretamente, alterando as propriedades do Ti (LAUTENSCHLAGER & MONAGAN³⁰, 1993; KÖNÖNEN & KIVILATHI²⁸, 1994; CRAIG & POWERS¹¹, 2004), pois fases cristalinas diferentes apresentam coeficientes de expansão térmica diferentes, implicando em trincas ou fraturas da cerâmica durante o período de esfriamento do conjunto. Desta maneira é extremamente necessário que as cerâmicas utilizadas sobre o titânio apresentem temperaturas de cocção inferiores a sua transformação de fase.

Os sistemas cerâmicos empregados neste estudo, apresentam temperaturas de queima de cada camada entre 750-800°C (Quadros 5-7), sendo portanto, inferiores à transformação de fase do Ti cp favorecendo a união titânio/cerâmica. Launtenschaler & Monaghan³⁰, (1993), Wang & Fenton.⁵¹, (1996), Esquivel et al.¹⁴, (1996) e Craig & Powers¹¹ (2004) citaram um possível sucesso na união entre titânio e porcelana desde que fossem utilizadas cerâmicas específicas para o titânio, denominadas de ultra baixa fusão, por apresentarem temperaturas de queima entre 650-850 °C (ANUSAVICE⁴, 2005).

Estas cerâmicas apresentam coeficiente de expansão térmica mais baixa, com a finalidade de serem compatíveis com o titânio, que apresenta um coeficiente de expansão térmica inferior ($9,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) aos das outras ligas metálicas, diminuindo assim o estresse transitório e residual na interface. É assim, que qualquer diferença no coeficiente de expansão entre o metal e a cerâmica produzirá forças residuais ao longo da interface que podem levar descolamento ou fratura da própria cerâmica (GARBELINI et al.¹⁷, 2003; BONDIOLI & BOTTINO⁶, 2004;

ANUSAVICE⁴, 2005). As cerâmicas utilizadas neste trabalho variariam o coeficiente entre $8,4$ e $8,9 \times 10^{-6}K^{-1}$, motivo pelo qual não consideramos este fator nos resultados obtidos na resistência de união.

Quanto ao nosso estudo, os resultados mostraram médias gerais de resistência de união muito próximas entre os grupos de Ti cp/Triceram ($58,02 \pm 12,27$ MPa) e o grupo controle ($60,99 \pm 11,15$ MPa), sendo elas superiores aos grupos Ti cp/Super Porcelain TI22 ($38,14 \pm 11,15$ MPa), e Ti cp/Titankeramik ($37,42 \pm 7,31$). Pesquisas realizadas com a metodologia semelhante encontraram diferentes valores de resistência de união. Oyafuso³⁶ em 2001, demonstrou que não houve diferença significativa entre os grupos de Ti cp fundido/ Triceram ($64,38 \pm 11,74$ MPa) e Ti cp fundido/Super Porcelain TI22 ($67,35 \pm 14,02$ MPa); Olivieri em 2003, obteve valores de resistência de união maiores para o sistema Ti cp fundido/Porcelana ($65 \pm 6,7$ MPa) quando comparado ao Au/porcelana ($40,55 \pm 4,8$ MPa). Bondioli & Bottino⁶ em 2004, encontraram que os sistemas de Ti cp/Triceram ($44,58 \pm 16,40$ MPa) e Ti cp/Titankeramik ($48,28 \pm 21,29$) se comportaram de maneira mais homogênea. Outros autores (CHONG et al.¹⁰, 1980; MALHOTRA & MAICKEL³², 1980; HAMMAD et al.²¹, 1987; HAMMAD & STEIN²⁰, 1990; STANNARD et al.⁴⁴, 1990; KIMURA et al.²⁷, 1990) avaliando metodologias diferentes na aplicação do testes de resistência ao cisalhamento de ligas nobres, não nobres e alternativas como o Ti cp, obtiveram resultados entre 15MPa e 60MPa. Portanto, é importante salientar que a mínima alteração na metodologia pode resultar em grande variação dos valores de união. Contudo, a literatura tem descrito que a resistência de união ao cisalhamento em valores superiores a 10 MPa indicariam desempenho clínico satisfatório (CHONG et al.¹⁰, 1980; HAMMAD & TALIC²⁰, 1996; POLJAK-GUBERINA et al.³⁹, 1999; SCOLARO & VALLE⁴³, 2002).

Cabe ressaltar que a falta de padronização dimensional dos corpos-de-prova é crítico na obtenção de resultados confiáveis, é por este motivo que acreditamos na metodologia empregada e introduzida por

Itinoche²³ (1999), a qual proporciona a confecção simples e reproduzível das amostras como indicado por Chong et al.¹⁰ (1980), Malhotra & Maickel³² (1980), Hammad et al.²¹ (1987), Hammad & Stein¹⁹ (1990), Stannard et al.⁴⁴ (1990) e Kimura et al.²⁷ (1990). Porém, a técnica de aplicação da cerâmica pode ser susceptível a variação, já que torna-se difícil controlar, especialmente, a espessura das camadas do *bonder* e do opaco, sendo provavelmente esta a causa do desvio padrão alto observado nas pesquisas de Oyafuso³⁶ (2001), Olivieri³⁵ (2003), Bondioli & Botiino⁶ (2004), Pretti et al.⁴⁰ (2004) e Melo et al.³³ (2005).

Anusavice (2005) afirmou que as distribuições complexas de falhas são resultantes das tensões: compressivas, por tração e cisalhamento e está presente na maioria dos materiais sob condições práticas. Baseados neste fato, este estudo avaliou a resistência da união do titânio comercialmente puro às cerâmicas compatíveis, submetido à fadiga mecânica: dinâmica e estática, conforme os trabalhos de Dias (2002) e Itinoche (2002). O teste de fadiga mecânica constitui um método capaz de prever *in vitro* o provável comportamento clínico de materiais e técnicas restauradoras. Desta forma, para estes testes reproduzirem de modo mais real o comportamento clínico, algumas condições que os materiais suportam na cavidade bucal devem ser reproduzidas: carga, número de ciclos e método do teste empregado (WHITE et al.⁵⁵, 1997). Em concordância com as pesquisas de Itinoche²⁴ (2002) e Dias¹² (2002) aplicamos carga de 50 N, com frequência de 1 Hz e 2×10^4 ciclos.

A ciclagem térmica em laboratório é a simulação do processo físico existente no meio bucal que mais frequentemente influencia a integridade da união adesiva entre materiais restauradores (GALE & DARWELL¹⁶, 1999; LEIBROCK et al.³¹, 1999; ANDREATTA FILHO et al.³, 2003). A discrepância entre os coeficientes de expansão térmica gera tensões na interface metal/cerâmica, durante a dilatação dos materiais no meio bucal em virtude da mudança térmica originada pela ingestão de alimentos e líquidos em diferentes temperaturas (TRÓIA et

al.⁵⁰, 2003). Para estudar a compatibilidade dos sistemas metal/cerâmicos, a termociclagem tem sido incluída para a simulação de condições bucais. Baseados nos trabalhos apresentados na literatura, determinaram-se a quantidade de ciclos (ANDREATTA FILHO et al.³, 2003), e a variação da temperatura (PRÖBSTER et al.⁴¹, 1996; POLJAK-GUBERINA et al.³⁹, 1999; ANDREATTA et al.³, 2003; TRÓIA et al.⁵⁰, 2003). Da mesma forma, Tróia et al.⁵⁰ em 2003, sugeriu que períodos de imersão mais prolongados em cada banho poderiam gerar maiores tensões na interface metal/cerâmica. Baseados nos trabalhos de Pröbster et al.⁴¹ (1996), e Leibrock et al.³¹ (1999), que estabelecem uma aproximação entre o número de ciclos térmicos e tempo em meio bucal, a utilização de 6000 ciclos térmicos equivaleria, em condições fisiológicas, a aproximadamente cinco anos (ANDREATTA FILHO et al.³, 2003). Portanto, nossa pesquisa considerou estes números razoáveis.

Em nosso trabalho, metade dos corpos-de-prova de cada grupo foi submetida à ciclagem térmica e mecânica, sendo que, os resultados evidenciaram diminuição da resistência de união diretamente dependente da ciclagem mecânica e térmica. Porém, nossos resultados são difíceis de serem comparados pelo número escasso de trabalhos que estudaram a interação de sistemas titânio/cerâmicas, e fadiga mecânica e térmica. Alguns autores estudaram estas variáveis de forma isolada (PRÖBSTER et al.⁴¹ 1996; TRÓIA et al.⁵⁰, 2003), entanto outros fizeram uma avaliação conjunta, modificando a variável fadiga mecânica repetitiva ou de carregamento pela dinâmica (POLJAK-GUBERINA et al.³⁹, 1999).

Não foi possível visualizar a formação da camada de óxidos definida nas interfaces dos grupos estudados, nem mesmo quando utilizada a cerâmica Super Porcelain TI22 (Figura 37), em que o fabricante recomenda oxidação térmica previamente à aplicação da cerâmica; apresentando integridade na interface semelhante às outras cerâmicas.

De acordo com a classificação de falhas entre a cerâmica e metal descritas por Craig & Powers¹¹(2004), podemos sugerir a falha do tipo IV(metal/óxido metálico) com alguns remanescentes cerâmicos no substrato metálico nesse trabalho (STANARD et al.⁴⁴,1990; OYAFUSO³⁶, 2001; OLIVIERI³⁵, 2003, TRÓIA et al.⁵⁰, 2003; BONDIOLI & BOTTINO⁶, 2004).

As imagens e gráficos obtidos pela MEV e EDS dessa pesquisa evidenciaram alta concentração de Ti na superfície metálica. Na análise da camada de óxido houve diminuição do teor de Ti e presença significativa de oxigênio, indicando a composição do óxido de titânio. Na camada corresponde ao agente de união, os elementos predominantes foram o Si, seguido do O, e pequenos picos de Na, Ca, e Ba, no entanto, a cerâmica Super Porcelain Ti22 apresentou também S, Sn. Estes elementos, principalmente o Ca, podem ser resultado do revestimento utilizado na fundição, já que, Oyafuso³⁶ em 2001, analisou a superfície da liga utilizada em estudo (ou seja livre de massa refratária), por meio do EDS, e não detectou a presença de Ca, S, Ba ou Sn. Já no último segmento as concentrações de Si e O estiveram ainda mais elevadas, em concordância com a composição do material opaco.

A utilização do titânio comercialmente puro e as cerâmicas de ultra baixa fusão é uma realidade, no entanto, diversos trabalhos relatam valores de resistência de união conflitantes, utilizando-se metodologias semelhantes. Pelos resultados do presente estudo comparado com os da literatura pode-se perceber a alta sensibilidade dos testes realizados, porém não deixa de ser válido considerá-los como confiáveis, uma vez que pesquisas consideram valores de resistência adesiva acima de 10 MPa como aceitáveis.

Os estudos deveriam ser conduzidos em uma situação de simulação mais próxima possível a realidade. Assim, as formulações de hipóteses de duração em longo prazo são mais cientificamente aceitas do que as isoladas. A presença de umidade e variação térmica fornece

condições propícias para a ocorrência de degradação juntamente com esforços mecânicos repetitivos, que são fenômenos gerados durante o ciclo mastigatório. Por tanto, acredita-se que a ciclagem mecânica associada à térmica, pode oferecer resultados mais próximos do comportamento de restaurações metal/cerâmicas.

Neste estudo, pôde-se verificar que no caso da união titânio/cerâmica a ciclagem térmica e mecânica influenciaram negativamente na união metalo/cerâmica. Apesar de pesquisas preliminares e resultados clínicos indicarem a possibilidade da utilização do titânio, cria-se expectativa de estudos, que contribuirão no desenvolvimento de materiais e técnicas que otimizem a resistência de união do titânio e suas ligas às porcelanas, para que sua indicação possa ser realizada com maior segurança.

7 CONCLUSÃO

Com base nas observações realizadas neste estudo, é válido concluir que:

- a) o grupo controle e o grupo Ticp/Triceram apresentaram valores superiores de resistência frente aos grupos Ticp/Super Porcelain TI22, Ti cp/Titankeramik;
- b) a diminuição da resistência adesiva em MPa está diretamente dependente da ciclagem térmica e mecânica nos grupos Ticp/Super Porcelain TI22 e Ti cp/Titankeramik. No entanto, os grupos Au/Omega 900 e Ticp/Triceram não foram afetados;
- c) a análise de fratura nos grupos G2, G3 e G4 sugere falhas entre o titânio e sua respectiva camada de óxido, indicando ser essa interface a região de menor resistência.

8 REFERÊNCIAS *

1. ADACHI, M. et al. Oxide adherence and porcelain bonding to titanium and Ti-6Al-4V alloy. **J Dent Res**, v.69, n.6, p. 1230-5, June 1990.
2. AKAGI, K. et al. Properties of test metal ceramic titanium alloys. **J Prosthet Dent**, v. 68, n. 3, p.462-7, Sept. 1992.
3. ANDREATTA FILHO et al. Avaliação da resistência adesiva entre uma cerâmica aluminizada e um cimento resinoso submetidos à ciclagem térmica. **Cienc Odontol Bras**, v.6, n.3, p. 32-9, Jul. 2003.
4. ANUSAVICE, K. J. **Phillips materiais dentários**. Trad Dourado et al. 11 ed. Rio de Janeiro: Elsevier , 2005. 763p.
5. ANUSAVICE, K.J.; DEHOFF, P.H.; FAIRHURS, C.W. Comparative evaluation of ceramic-metal bond tests using finite element stress analysis. **J Dent Res**, v. 59, n.3, p. 608-13, Mar. 1980.
6. BONDIOLI I. R.; BOTTINO, M.R. Evaluation of shear bond strength at the interface of two porcelains and pure titanium injected into the casting mold at three different temperatures. **J Prosthet Dent**, v. 91, n.6, p. 541-7, June 2004.

* Baseado em:
ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Rio de Janeiro.
Informação e documentação: referências bibliográficas elaboração NBR6023.
Rio de Janeiro. 2002. 23p.

7. BLUME, A. et al. La valoración experimental de la unión titanocerámica. **Quintessence Téc**, v. 10, n. 3, p. 44- 50, Mar. 1999.
8. BROWN, D. All you wanted to know about titanium, but were afraid to ask. **Br Dent J**, v. 182, n. 10, May. 1997.
9. CAI, Z. et al. Porcelain adherence to dental cast CP titanium: effects of surface modifications. **Biomaterials**, v.22, n9, p.979-86. May 2001.
10. CHONG, M.P.; BEECH, D.R. CHEM, M.R.I.C. A simple shear test to evaluate the bond strength of ceramic fused to metal. **Aust Dent J**, v.25, n.6, p. 357-61, Dec. 1980.
11. CRAIG, R. G.; POWERS, J. M. **Materiais dentários restauradores**. 11ed. São Paulo: Mosby, 2004. 710 p.
12. DIAS, A. H. M. **Estudo da influencia das características químicas e microestruturais nas propriedades mecânicas de sistemas totalmente cerâmicos**. 2002. 128 f. Dissertação (Doutorado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de São Jose dos Campos, Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, 2002.
13. ELIAS, C. N; LOPES, H. P. Ensaio mecânicos. Inc:___ ESTRELA, C. **Metodologia científica: ensino e pesquisa em odontologia**. 1ed. São Paulo: Artes Médicas, 2001. Cap. 13, p. 251- 73.

14. ESQUIVEL, J.F.; CHAI, J.; WOZNIAK, W.T. The physical properties of low-fusing porcelains for titanium. **Int J Prosthodont**, v.9, n.6, p. 563-71. 1996.
15. FISHER, C. Experiencias con el Sistema Biotan. El camino hacia un exitoso recubrimiento cerámico sobre Titanio. **Quintessence Téc**, v. 8, n. 9, p. 481- 96, 1997.
16. GALE, M. S.; DARWELL, B.W. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. **J Dent**, v.27, n. 2, p. 89 - 99, 1999.
17. GARBELINI et al. Evaluation of low-fusing ceramic systems combined with titanium grades II and V by bending test and scanning electron microscopy. **J Appl Oral Sci**, v.11, n, 4, p. 354-60. 2003.
18. GILBERT, J. L.; COVEY D. A.; LAUTENSCHLAGER, E. P. Bond characteristics of porcelain fused to milled titanium. **Dent Mater**, v.10, p. 134- 140, Mar. 1994.
19. HAMMAD, I. A.; STEIN, S. S. A qualitative study for the bond and color of ceramometals. Part I. **J Prosthet Dent**, v. 63, n.6, p.643-53, June 1990.
20. HAMMAD, I. A.; TALIC, Y. F. Designs of bond strength tests for metal ceramic complexes: review of the literature. **J Prosthet Dent**, v. 75, n. 6, p.602-8, June 1996.

21. HAMMAD, I. A.; GOODKIND, R. J.; GERBERICH, W. W. A Shear test for the bond strength of ceramometals. **J Prosthet Dent**, v.58, n.4, p.431-7, Oct. 1987.
22. HERØ, H.; SYVERUD, M.; WAARLI, M. Mold filling and porosity in castings of titanium. **Dent Mater**, v.19, p.15- 8, Jan. 1993.
23. ITINOCHE, M. K. **Estudo da resistência ao cisalhamento entre ligas metálicas e materiais compostos para revestimento estético: cerômero e polímero de vidro.** 1999. 78 f. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de São Jose dos Campos, Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, 1999.
24. ITINOCHE, M. K. **Estudo da ciclagem mecânica na resistência à flexão de cerâmicas.** 2002. 111 f. Dissertação (Doutorado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de São Jose dos Campos, Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, 2002.
25. JONES K. T. et al. Dental implications of nickel hypersensibility. **J Prosthet Dent**, v. 56, n. 4, p. 507- 9, Oct. 1986.
26. KASEMO, B. Biocompatibility of titanium implants: surface science aspects. **J Prosthet Dent**, v. 49, n. 6, p. 832-7, June 1983.
27. KIMURA, H. et al. Oxidation effects on porcelain-titanium interface reactions and bond strength. **Dent Mater J**, v. 9, n. 1, p. 91-9, June 1990.

28. KÖNÖNEN, M.; KIVILATHI, J. Bonding of low-fusing dental porcelain to commercially pure titanium. **J Biomed Mater Res**, v. 28, n.9, p.1027-35, Sept. 1994.
29. KÖNÖNEN, M.; KIVILAHTI, J. Fusing of dental ceramics to titanium. **J Dent Res**, v. 80, n. 3, p. 840-54, Jan. 2001.
30. LAUTENSCHLAGER, E.P.; MONAGHAN, P. Titanium and titanium alloys as dental materials. **Int Dent J**, v.43, n. 3, p. 245-53, 1993.
31. LEIBROCK, A. et al. *In vitro* study of the effect of thermo- and load-cycling on the bond strength of porcelain repair systems. **J Oral Rehabil**, v.26, p.130-7, Feb 1999.
32. MALHOTRA, M.L.; MAICKEL, L.B. Shear bond strength in porcelain-metal restorations. **J Prosthet Dent**, v.43, n.4, p. 397-400, Apr. 1980.
33. MELO, R. M. et al. Shear bond strengths of a ceramic system to alternative metal alloys. **J Prosthet Dent**, v.93, n. 1, p. 64-9, 2005.
34. MORRIS, H. F. Veterans administration cooperative studies Project N 147. Part IV: biocompatibility of base metal alloys. **J Prosthet Dent**, v. 58, n.1, p.1-4, July 1987.
35. OLIVIERI, K. A. N. **Resistência ao cisalhamento e análise da interface titânio/cerâmica pela microscopia eletrônica de varredura**. 2003. 99f. Dissertação (Doutorado em Odontologia

Restauradora, Área de Concentração em Prótese Parcial Fixa)
Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade
Estadual Paulista. São José dos Campos.

36. OYAFUSO, D. K. **Resistência ao cisalhamento entre o titânio comercialmente puro e cerâmica**. 2001. 78 f. Dissertação (Mestrado em Odontologia Área de Concentração em Prótese Parcial Fixa) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, 2001.
37. PANG I. C. et al. Bonding characteristic of low fusing porcelain bonded to pure titanium and palladium copper alloy. **J Prosthet Dent**, v. 73, n.1, p.17-25, Jan. 1995.
38. PERSSON, M.; BERGMAN, M. Metal ceramic bond strength. **Acta Odontol Scand**, v.54, n.3, p.160-5, June 1996.
39. POLJAK-GUBERINA, R. et al. The fatigue strength of the interface between Ag-Pd alloy and hydrothermal ceramic. **Dental Material**, v. 15, p.417-20. 1999.
40. PRETTI, M. et al. Evaluation of the shear bond strength of the union between two CoCr- alloys and a dental ceramic. **J Appl Oral Sci**, v.12, n, 4, p. 280-4, 2004.
41. PRÖBSTER, L; MAIWALD, U.; WEBER, H. Three-point bending strength of ceramics fused to cast titanium. **Eur J Oral Sci**, v.104, n.3, p. 313-9, June 1996.

42. RILEY, E.J. Ceramo-metal restorations. **Dent Clin North Am**, v. 21, n.4, p. 669-82, Oct. 1977.
43. SCOLARO, J. M.; VALLE, A. L. Bonding ceramic to metal: a comparison using shear tests **Rev Fac Odontol Bauru**, v. 10, n.1, p. 57-62, jan./mar. 2002.
44. STANNARD, J. G.; MARKS, L.; KANCHATAWEWAT, K. Effect of multiple firing on the bond strength of selected matched porcelain-fused-to-metal combinations. **J Prosthet Dent**, v.63, n.6, p.627-9, 1990.
45. SUANSUWAN, N.; SWAIN, M.V. New approach for evaluating metal-porcelain interfacial bonding. **Int J Prosthodont**, v.12, n.6, p.547-52, Nov./Dec. 1999.
46. SUANSUWAM, N.; SWAIN M.V. Adhesion of porcelain to titanium and titanium alloy. **J Dent**, v.31, n.7, p. 509-18, 2003.
47. SYVERUD, M.; HERØ, H. Mold filling of Ti casting using investments with different gas permeability. **Dent Mater**, v.11, p.14-8, Jan. 1995.
48. TAIRA, M; MOSTER, J. B.; GREENER, E.H. Studies of Ti for dental casting. **Dent Mater**, v.5, p.45-50, Jan. 1989.
49. TAIRA, Y. et al. Influence of surface oxidation of titanium on adhesion. **J Dent**, v.26, n.1, p.69-73, Jan. 1998.

50. TRÓIA, M.G. et al. The effect of thermal cycling on the bond strength of low-fusing porcelain to commercially pure titanium and titanium-aluminium-vanadium alloy. **Dent Mater**, v.19, n.8, p.790-6, Dec. 2003.
51. WANG, R. R.; FENTON, A. Titanium for prosthodontic applications: A review of the literature. **Quintessence Int** , v. 27, n. 6, p.401- 8, 1996.
52. WANG, R. R.; WELSCH, G. E.; CASTRO-CEDENO, M. Interfacial reactions of cast titanium with mold materials. **Int J Prosthodont**, v.11, n.1, p.33-43, Jan./Feb. 1998.
53. WEN-CHENG, A. et al. A comparison of the hardness of different types of titanium and conventional metal ceramics. **J Prosthet Dent**, v. 72, n. 3 p. 314-9, Sept. 1994.
54. WHITE, S. N.; CAPUTO, A. A.; GOO, E. Strength of porcelain fused to titanium beams. **J Prosthet Dent**, v. 75, n.6, p. 640-8, June 1996.
55. WHITE, S. N. et al. Relationship between static chemical and cyclic mechanical fatigue in a feldspathic porcelain. **Dent Mater**, v. 13, n.2, p. 103-10, Mar 1997.
56. YILMAZ, H.; DINÇER, C. Comparison of the bond compatibility of titanium and an NiCr alloy to dental porcelain. **J Dent**, v. 27, p. 215-22, Mar. 1999.

57. YODA, M. et al. Bond strength of binary titanium alloys to porcelain. **Biomaterials**, v. 22, n. 12, p.1675 - 81, 2001.
58. ZAVANELLI, R. A. et al. Corrosion-fatigue life of commercially pure titanium and Ti-6Al-4V alloys in different storage environments. **J Prosthet Dent**, v. 84 n. 3, p. 274-9, Sept. 2000.
59. ZIESCHE, U. Una sola aleación para multiples indicaciones. **Quintessence Téc**, v. 9, n. 7, p. 355 – 69, Agos./Sep. 1988.

Apêndice A – Os valores obtidos nos ensaios mecânicos dos corpos de prova estão representados nas Tabelas abaixo com unidade em MPa.

Tabela 5 – Grupo G1: Au/Omega 900

Resistência de União (MPa)		
Corpo-de-prova	Sem ciclagem	Com ciclagem
1	50,12	36,45
2	50,59	46,13
3	51,72	47,61
4	53,11	50,01
5	57,83	58,39
6	60,61	59,72
7	64,04	63,81
8	66,61	66,17
9	69,13	67,72
10	70,21	70,59
11	70,44	79,84
12	70,98	81,80

Tabela 6 – Grupo G2: Ti cp/Triceram

Corpo-de-prova	Resistência de União (MPa)	
	Sem ciclagem	Com ciclagem
1	44,44	39,66
2	45,99	41,37
3	51,25	42,95
4	59,11	45,08
5	60,88	46,02
6	66,50	47,46
7	68,68	49,87
8	70,56	53,91
9	70,62	61,60
10	71,20	63,32
11	74,00	66,78
12	81,22	69,90

Tabela 7 – Grupo G3: Ti cp/Super Porcelain TI22

Corpo-de-prova	Resistência de União (MPa)	
	Sem ciclagem	Com ciclagem
1	33,37	25,10
2	34,73	29,17
3	37,08	29,56
4	37,86	31,30
5	38,66	32,29
6	39,55	32,50
7	39,91	34,70
8	42,40	35,20
9	45,66	35,56
10	49,26	37,19
11	50,73	38,55
12	65,67	39,41

Tabela 8 – Grupo G4: Ti cp/Titankeramik

Corpo-de-prova	Resistência de União (MPa)	
	Sem ciclagem	Com ciclagem
1	36,70	25,49
2	38,30	27,31
3	38,36	28,17
4	38,90	28,86
5	39,19	29,80
6	39,31	30,69
7	42,70	31,45
8	44,10	33,60
9	44,22	33,60
10	48,51	35,70
11	51,03	39,43
12	51,56	41,15

Apêndice B – Fotografias (25X) dos remanescentes fraturados após do ensaio mecânico

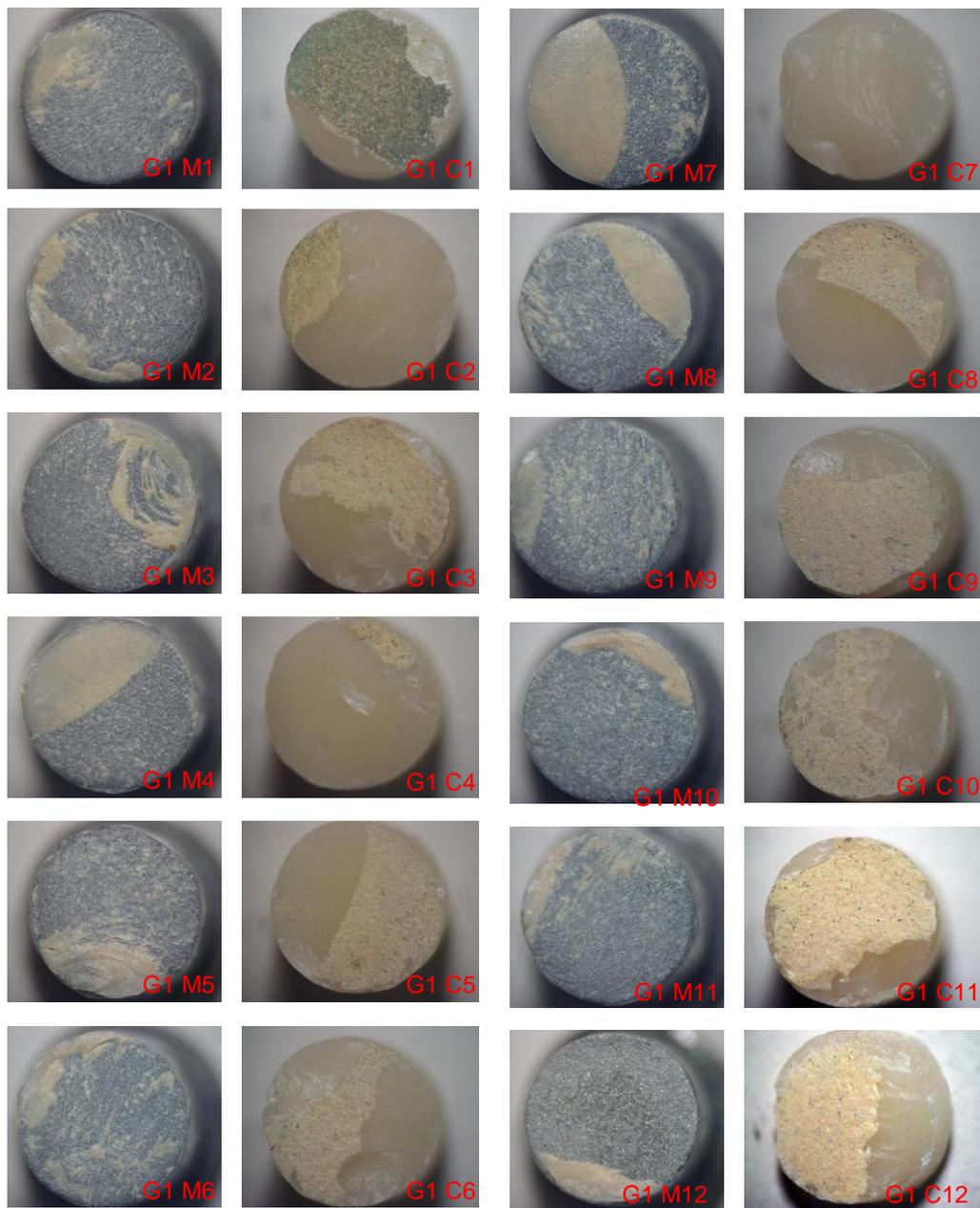


FIGURA 38 - Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Au/Omega 900 (G1) sem ciclagem térmica e mecânica

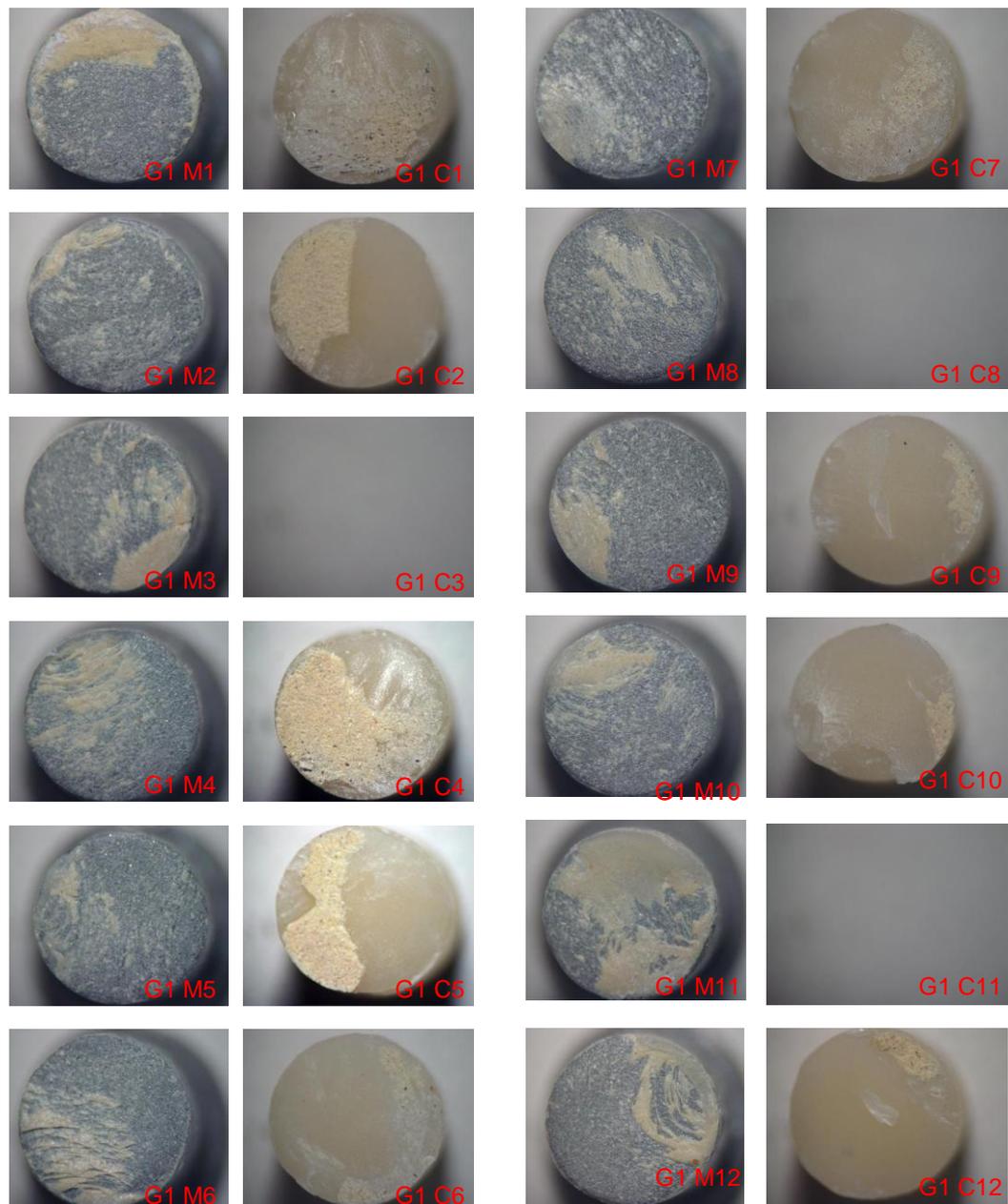


FIGURA 39 - Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Au/Omega 900 (G1) com ciclagem térmica e mecânica

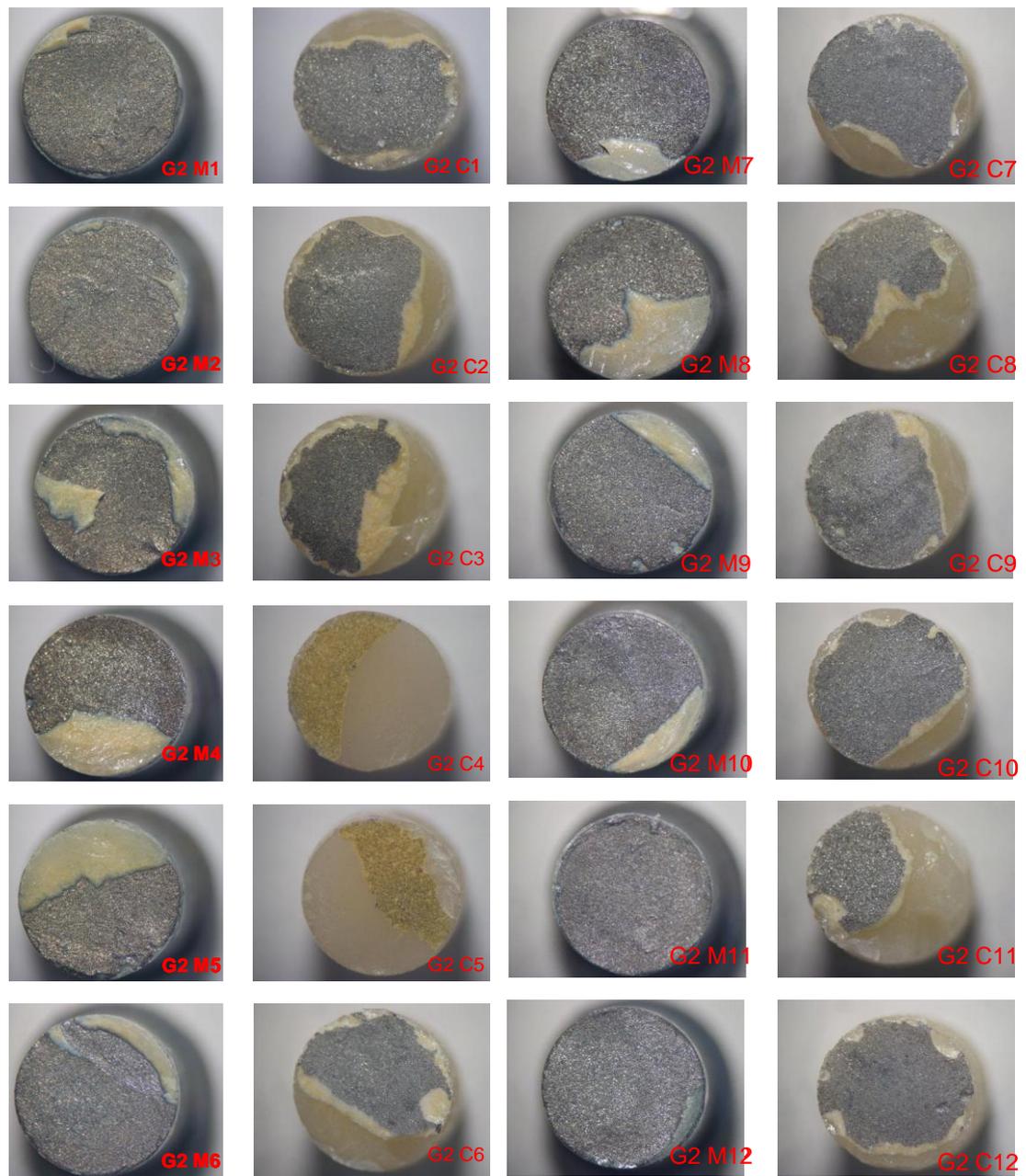


FIGURA 40 - Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Titânio cp/Triceram (G2) sem ciclagem térmica e mecânica

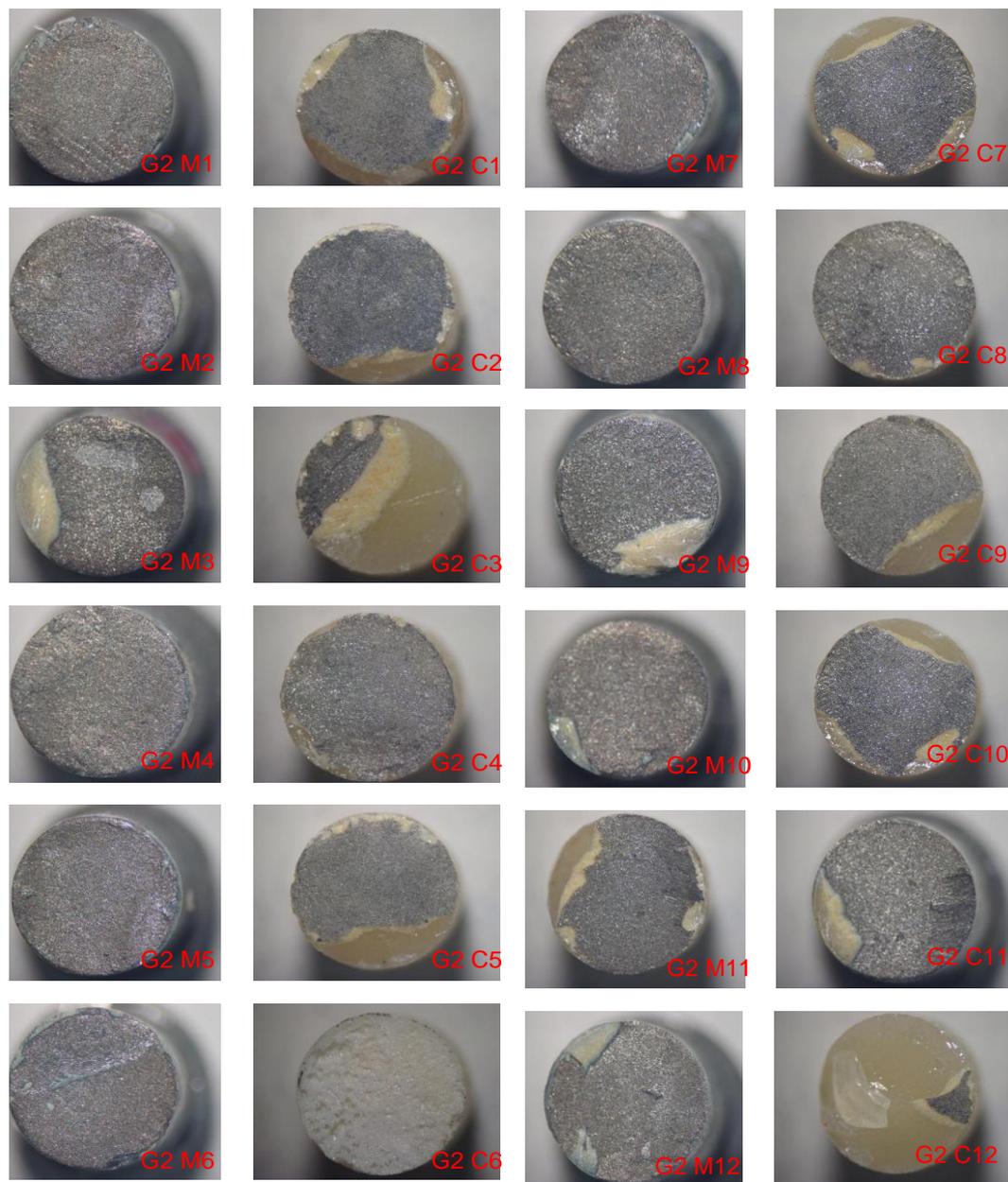


FIGURA 41 - Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Titânio cp/Triceram (G2) com ciclagem térmica e mecânica

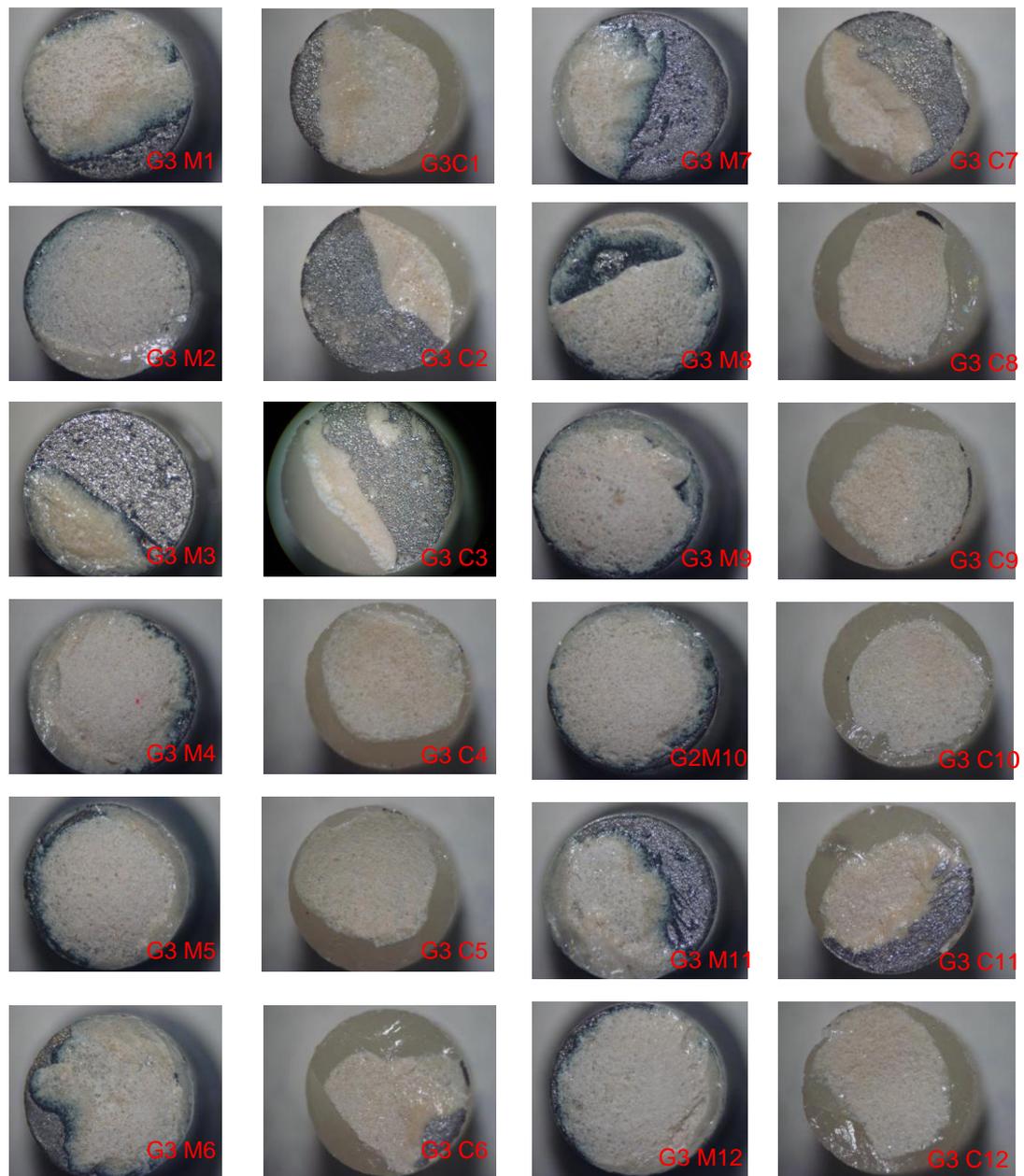


FIGURA 42 - Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Titânio cp/Super Porcelain TI22 (G3) sem ciclagem térmica e mecânica

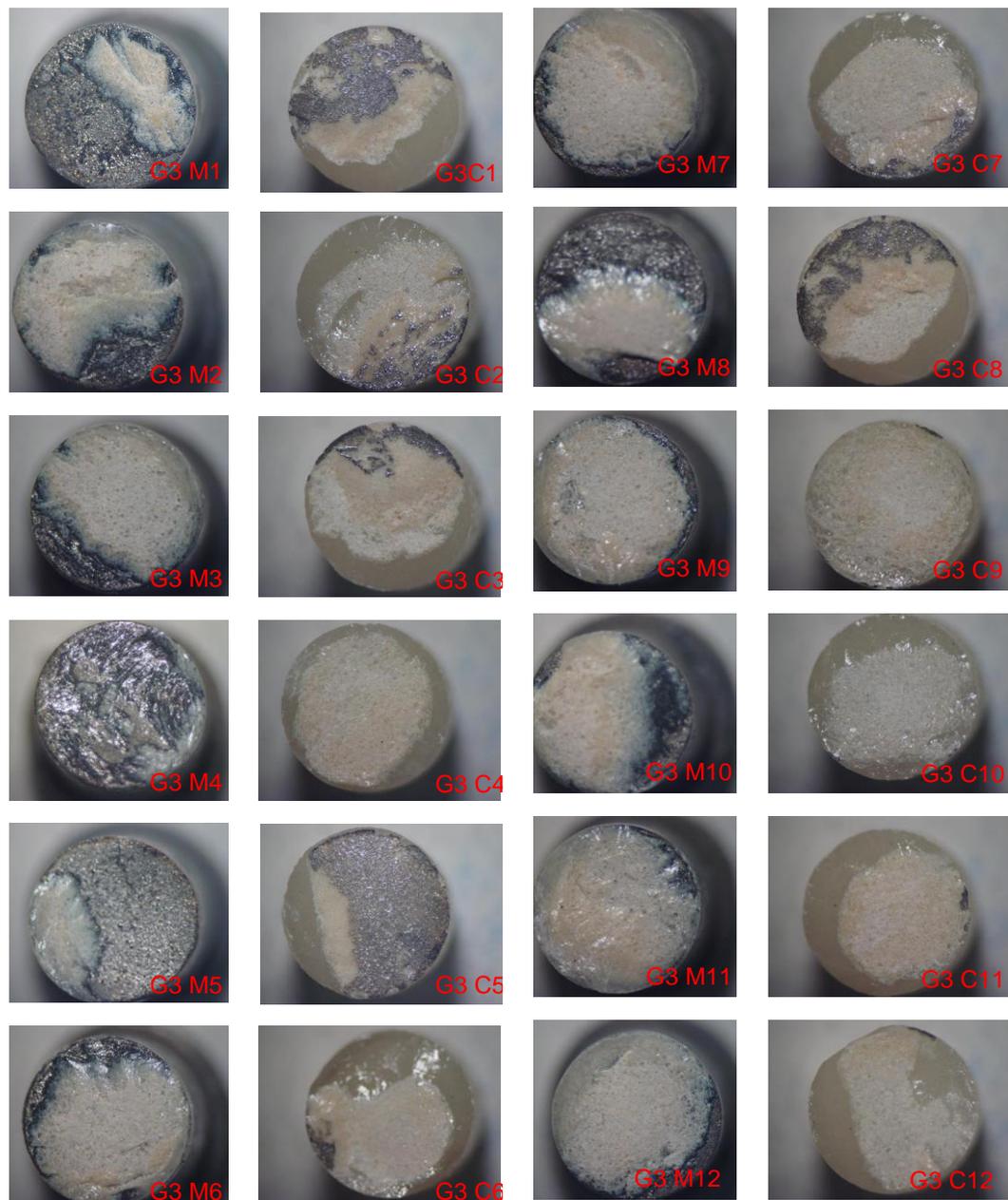


FIGURA 43 - Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Titânio cp/Super Porcelain TI22 (G3) com ciclagem térmica e mecânica



FIGURA 44 - Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Titânio cp/Titankeramik (G4) sem ciclagem térmica e mecânica

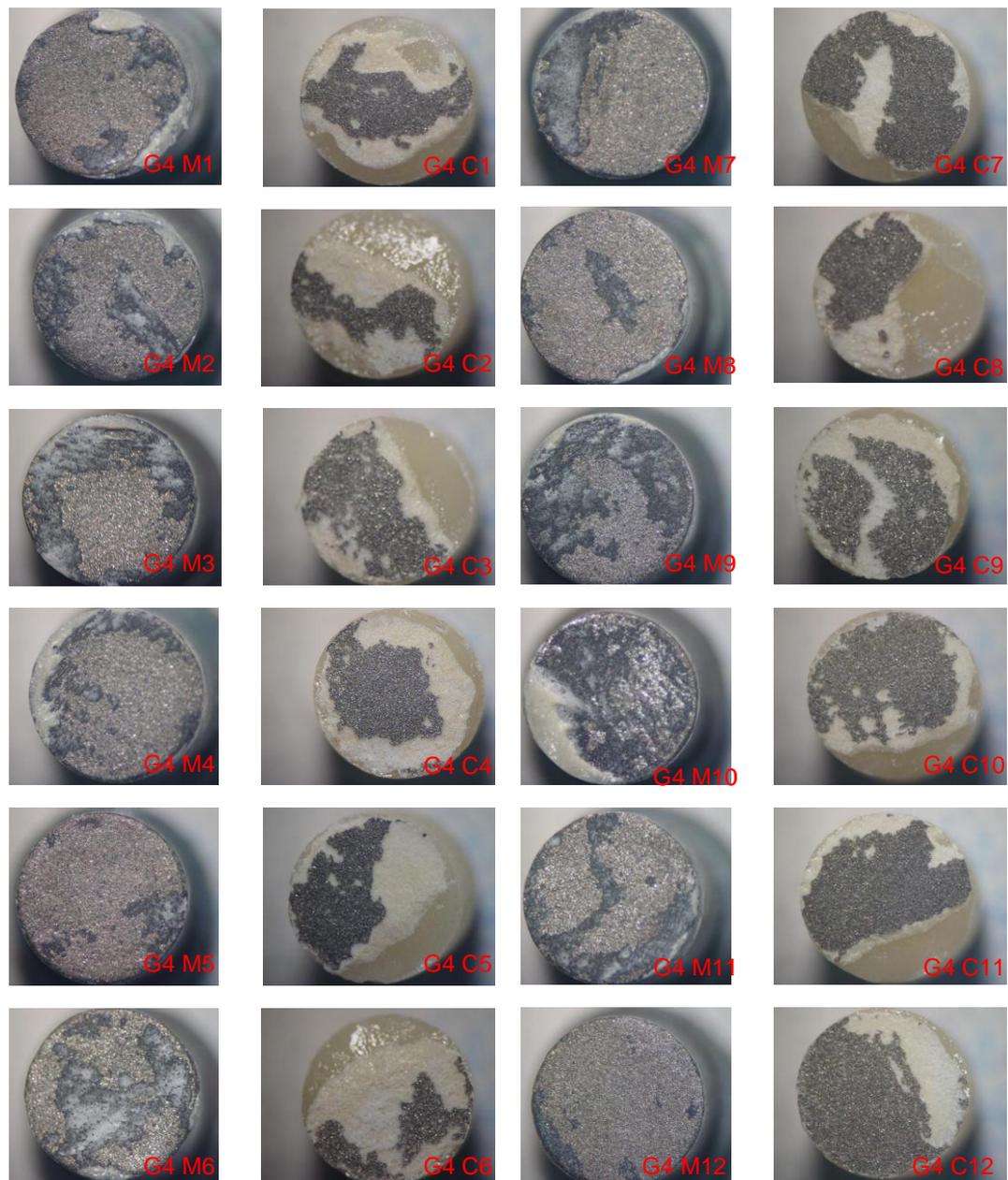


FIGURA 45 - Fotografias dos remanescentes fraturados metálicos (M) e cerâmicos do grupo Titânio cp/Titankeramik (G4) com ciclagem térmica e mecânica

Apêndice C – Os valores registrados na análise com EDS realizado na interface metal/cerâmica dos quatro grupos experimentais estão representados nas Tabelas abaixo.

Quadro 12 – Peso dos elementos químicos (em %) presentes na interface Au/Omega 900 registradas em cada ponto de marcação

Ponto	Elementos Químicos										
	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	C	Pd	In	Au
1	0	0	0	0	0	0	0	6,53	38,79	7,64	47,03
2	0	0	0	0	0	0	0	5,9	40,09	6,79	47,21
3	0	0	0	0	0	0	0	5,65	40,11	7,27	46,97
4	56,35	4,64	0,04	7,34	22,38	7,95	1,3	0	0	0	0
5	49,64	2,81	0,02	9,61	26,19	10,87	0,85	0	0	0	0
6	69,87	6,08	0	4,35	15,63	3,9	0,57	0	0	0	0
7	59,63	4,24	0	5,58	21,51	4,76	4,34	0	0	0	0
8	59,2	6,04	0	6,88	23,3	4,14	0,48	0	0	0	0
9	59,56	3,93	0,22	7,58	23,69	4,64	0,38	0	0	0	0
10	60,67	6,21	0,25	6,5	23,23	2,53	0,61	0	0	0	0
11	63,02	5,4	0,27	6,42	21,97	2,55	0,37	0	0	0	0

Quadro 13 – Peso dos elementos químicos (em %) presentes na interface Ti CP/Triceram registradas em cada ponto de marcação

Ponto	Elementos Químicos								
	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ti	C	
1	0	0	0	0	0	0	98,64	1,36	
2	0	0	0	0	0	0	98,68	1,32	
3	0	0	0	0	0	0	97,98	2,02	
4	48,27	8,77	0,06	4,47	33,69	3,24	1,49	0	
5	53,54	10,69	0,3	5,83	25,05	1,97	2,62	0	
6	57,74	10,64	0,29	4,53	22,8	1,3	2,69	0	
7	59,37	14,57	0,52	5,57	19,06	0,75	0,16	0	
8	69,05	8,65	0,04	3,68	17,77	0,63	0,18	0	
9	69,55	9,27	0	4,33	16,32	0,49	0,12	0	
10	73,34	7,8	0,08	2,73	15,53	0,26	0,27	0	
11	74,23	7,61	0	2,84	14,93	0,19	0,24	0	

Quadro 14 – Peso dos elementos químicos (em %) presentes na interface Ti CP/Super Porcelain TI22 registradas em cada ponto de marcação

Ponto	Elementos Químicos											
	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ba	Ca	S	Sn	Ti	C
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	98,63	1,37
2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	98,63	1,61
3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	98,64	1,36
4	48,28	3,61	0	2,66	30,56	4,29	3,7	0,17	0	0	0	6,73
5	48,72	5,54	0,4	3,25	28,82	3,87	8,25	1,14	0	0	0	0
6	49,21	4,38	0	3,08	36,3	5,58	1,44	0	0	0	0	0
7	39,15	2,12	0	1,13	11,23	2,14	3,35	0	0,7	35,26	0	4,92
8	48,82	4,12	0	2,19	27,72	3,7	5,07	0	0	0	0	8,38
9	68,61	4,65	0	1,55	16,16	0,74	0	0	0	0	0	8,1
10	72,35	6,24	0	2,12	18,68	0,58	0	0	0	0	0	0
11	75,19	5,05	0	1,75	17,56	0,45	0	0	0	0	0	0

Quadro 15 – Peso dos elementos químicos (em %) presentes na interface Ti CP/Titankeramik registradas em cada ponto de marcação

Pontos	Elementos Químicos							
	O	Na	Al	Si	K	Ca	Ti	C
1	0	0	0	0	0	0	98,76	1,24
2	0	0	0	0	0	0	98,6	1,4
3	0	0	0	0	0	0	98,59	1,41
4	34,51	1,45	2,41	36,69	10,35	12,94	1,66	0
5	72,51	7,38	2,45	16,74	0,52	0,09	0,31	0
6	77,06	5,18	1,45	15,21	0,69	0,08	0,32	0
7	82,69	4,2	1,85	10,23	0,13	0,01	0,89	0
8	85,17	2,41	1,42	9,89	0	0	1,15	0
9	84,79	2,86	0,7	10,93	0,35	0,02	0,34	0
10	86,23	3	0,33	9,16	0,01	0	1,29	0
11	74,37	4,92	1,72	18,24	0,65	0	0,11	0

VÁSQUEZ, V. Z. C. **Shear bond strength between metal alloys and ceramic systems, submitted to thermo- and load- cycling, scanning electron microscope (SEM) and energy dispersive spectrometer (EDS) characterization interfaces.** 2005. 128f. Tese de Doutorado (Doutorado em Odontologia, Restauradora, Especialidade em Prótese Dentária) Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista. São José dos Campos.

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the shear bond strength between commercially pure titanium (Tritan – Dentaurum), with specific ceramics (Triceram – Dentaurum, Super Porcelain TI22-Noritake, Vita Titankeramik- Vita Zahnfabrik), submitted to thermo- and load- cycling, and to compare to control group with gold alloy (Olympia) and ceramic (Omega 900 - Vita). 96 specimens was prepared and divided in four groups (n=12) : G1 (control group) - gold alloy+Omega 900 ceramic ; G2 group - commercially pure titanium +Triceram ceramic, G3 group - commercially pure titanium+Super Porcelain TI22 ceramic, and G4 group - commercially pure titanium+Vita Titankeramik ceramic. Half of the samples of each group was thermo-cycled (6000 times, 5° /55°C±1), before load-cycling (2x10⁴ times, 50N). The shear bond strength mechanical assay was performed in universal test machine (EMIC) with capacity of 500Kg and a velocity of the 0,5mm/min. The interfaces of representative fractured specimens of each group were examined with scanning electron microscope (SEM) and energy dispersive spectrometer (EDS). The numerical results, put in tables, were to no cycled groups: G 1= 61,28MPa (+/- 8,4), G 2= 63,71MPa (+/- 11,5), G3= 42,91MPa (+/- 8,9) and G4= 42,74MPa (+/- 5,2); and cycled groups G1= 60,68MPa (+/- 13,7), G2= 52,32MPa (+/- 10,5), G3= 33,38MPa (+/- 4,2) and G4= 32,11MPa (+/- 4,8). The statistical analysis (ANOVA and Tukey's test) showed significant statistically differences between groups. G1 and G2 values were higher to compare G3 and G4. The SEM analysis indicated adhesive fractures for the groups Ti cp. Considering the mechanical test used and the results obtained we can concluded that the decrease the shear bond strength was dependent load-, and thermo-cycling for the commercially pure titanium/ceramic interface.

KEYWORDS: *shear bond strength, gold alloy, titanium, ceramic, scanning electron microscope*

Autorizo a reprodução xerográfica deste trabalho

São José dos Campos, 11 de agosto de 2005

Vanessa Zulema Ccahuana Vásquez

Livros Grátis

(<http://www.livrosgratis.com.br>)

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)
[Baixar livros de Matemática](#)
[Baixar livros de Medicina](#)
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)
[Baixar livros de Meteorologia](#)
[Baixar Monografias e TCC](#)
[Baixar livros Multidisciplinar](#)
[Baixar livros de Música](#)
[Baixar livros de Psicologia](#)
[Baixar livros de Química](#)
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)
[Baixar livros de Serviço Social](#)
[Baixar livros de Sociologia](#)
[Baixar livros de Teologia](#)
[Baixar livros de Trabalho](#)
[Baixar livros de Turismo](#)