

Resistência à compressão de revestimentos fosfatados para fundição de titânio em diferentes temperaturas

*Fabiane NOGUEIRA^a, Gelson Luis ADABO^b, Anelise Rodolfo FERREIRA^c,
Sicknan Soares da ROCHA^d, Renata Garcia FONSECA^b*

^aGraduada em Odontologia, Faculdade de Odontologia, UNESP,
14801-903 Araraquara - SP, Brasil

^bDepartamento de Materiais Odontológicos e Prótese, Faculdade de Odontologia, UNESP,
14801-903 Araraquara - SP, Brasil

^cDoutoranda em Reabilitação Oral, Área de Prótese, Faculdade de Odontologia, UNESP,
14801-903 Araraquara - SP, Brasil

^dDepartamento de Prevenção e Reabilitação Oral, Universidade Federal de Goiás,
74605-220 Goiânia - GO, Brasil

Nogueira F, Adabo GL, Ferreira AR, Rocha SS, Fonseca RG. Compressive strength of phosphate investment for casting of the titanium in different temperatures. Rev Odontol UNESP. 2006; 35(3): 171-75.

Resumo: O titânio apresenta características favoráveis que o torna uma excelente alternativa ao uso de ligas áureas, porém seu elevado ponto de fusão e a baixa densidade exigem máquinas especiais de fundição e revestimento resistente para suportar o processo. Esse estudo avaliou a resistência à compressão de três revestimentos fosfatados, sendo um deles específico para titânio Rematitan Plus (RP) e dois alternativos, Rema Exakt (RE) e Castorit Super C (CA), variando-se a temperatura final do ciclo (600, 515 e 430 °C). Para o ensaio de resistência à compressão, os corpos-de-prova cilíndricos (n = 10) com 20 mm de diâmetro e 40 mm de altura foram obtidos em uma matriz metálica bipartida. Após 12 horas, foram submetidos à queima em forno (EDG) conforme instruções do fabricante. Ao atingir a temperatura final programada, foi realizado o teste, em máquina de ensaios mecânicos MTS 810, à velocidade de 2 mm.min⁻¹ até a fratura do corpo-de-prova. Após os testes, os valores de resistência em MPa foram analisados por meio do software SPSS 11.0. Aplicou-se análise de variância e teste de Tukey para comparação dos grupos (P = 0,05). Em cada temperatura, o RE apresentou maior resistência que o RP, que, por sua vez, foi superior ao CA. Analisou-se, também, a influência das temperaturas para cada material. Em geral, os materiais na temperatura final de 600 °C foram mais resistentes do que em 515 e 430 °C, que mostraram comportamento variável. Concluiu-se que o revestimento alternativo RE apresentou resistência à compressão superior à do específico para titânio e que a variação na temperatura final influenciou diferentemente cada material.

Palavras-chave: *Titânio; revestimento para fundição odontológica; prótese dentária.*

Abstract: The titanium has favorable characteristics that become an excellent alternative to the use of golden alloys. However, his high point of fusion and the low density require special machines of casting and resistant dental investments for this process. This study evaluated the strength to the compression of three phosphate-bonded investments, one of them specific for titanium - Rematitan Plus (RP), and two alternative Rema Exakt (RE) and Castorit Super C (CA), in different end temperatures of the cycle (600, 515 and 430 °C). For the strength to the compression, cylindrical specimens with 20 mm of diameter and 40 mm of height were obtained in a bipartite metallic matrix (n = 10), after 12 hours were submitted to the burns in oven (EDG), in according to the instructions of the manufacturer. Upon reaching the end programmed temperature, was done the test in machine of mechanical test MTS 810 (MTS System Corporation, Minnesota, EUA), in speed of 2 mm.min⁻¹ up to fracture of the specimens. After the tests the values of resistance in MPa were analyzed utilizing the software SPSS 11.0. It applied - itself ANOVA and test of Tukey for comparison of the groups (P = 0.05) and compared the material in each temperature,

the RE presented bigger resistance than to of the RP, that by his time was a superior to of the CA. Analyzed itself the influence of the temperatures for each material. The materials in the end temperature of 600 °C were more resistant than in 515 and 430 °C. It was possible to conclude that the dental investments RE showed highest strength than the specific investment and the final temperature influenced differently this property of the materials.

Keywords: *Titanium; dental casting investments; dental prosthesis.*

Introdução

Devido à excelente biocompatibilidade, o titânio tem sido amplamente utilizado como biomaterial para implantes. Além dessa, outras características favoráveis, como alta resistência à corrosão, alta relação resistência/massa, alta ductilidade, baixa condutividade térmica, bem como adequadas propriedades mecânicas¹⁻⁴, contribuem para a crescente aplicação na confecção de estruturas de próteses.

Entretanto, a baixa densidade do titânio associada ao elevado ponto de fusão (1.720 °C) e a alta reatividade química com elementos do revestimento exigem máquinas especiais de fundição dotadas de alta tecnologia, incluindo arco elétrico/vácuo/pressão de argônio⁵ e técnicas de fundição especiais.

Entre os problemas inerentes ao processo de fundição do titânio, a resistência dos revestimentos é um fator preocupante, pois pode comprometer a obtenção e a funcionalidade da estrutura fundida. A baixa densidade do titânio exige máquina para fundição com elevada pressão de argônio e vácuo, sendo necessário um revestimento capaz de resistir a esse processo. Outro fato que deve ser considerado é o controle da temperatura do revestimento, que é de fundamental importância para a compensação da contração de fundição dos metais. Por isso, deve ser avaliada a resistência dos refratários para suportar a pressão da injeção do metal por vácuo.

A elevada temperatura influencia negativamente as fundições de titânio, aumentando a contaminação superficial (α case) no momento da injeção do metal no molde pelo contato com componentes básicos (H^+ , O) dos revestimentos fosfatados. Para minimizar esses efeitos foram desenvolvidos revestimentos especiais à base de MgO , Al_2O_3 , ZrO_2 e CaO ⁶⁻⁸, os quais, porém, apresentam custo elevado e não propiciam expansão adequada para compensar a contração de fundição do metal⁹⁻¹².

Revestimentos fosfatados propiciam grandes expansões e são usualmente empregados para fundição de ligas de elevado ponto de fusão e alta contração de fundição. Entretanto, a sílica reage fortemente com o titânio provocando fundições com maior contaminação superficial se comparadas às fundições realizadas com revestimentos especiais. Apesar dessa desvantagem, os revestimentos fosfatados apresentam baixo custo, e a camada de reação pode ser melhor controlada empregando-se baixas temperaturas de fundição¹³. Com o

objetivo de contornar essas deficiências, alguns fabricantes produzem revestimentos fosfatados específicos para titânio, nos quais, por meio de alterações na composição, são modificadas as características de expansão para que ocorra a compensação da contração de fundição do titânio em baixas temperaturas (inferiores a 600 °C)¹⁴.

O revestimento fosfatado Rematitan Plus foi especialmente desenvolvido para titânio, e a temperatura de fundição recomendada pelo fabricante é 430 °C. Porém, a expansão térmica resultante parece não ser suficiente para compensar a contração de fundição do titânio, uma vez que Contreras et al.¹⁵ e Stoll et al.¹⁶ observaram maior desajuste marginal quando compararam o titânio puro com outras ligas.

O efeito da temperatura sobre a resistência do revestimento é discutível. Enquanto alguns autores afirmam que o revestimento perde resistência ao ser aquecido^{7,17}, outros acreditam que o processo de aquecimento propicia o aumento da resistência mecânica¹⁸. Assim, seria conveniente que o revestimento oferecesse maior expansão térmica em temperaturas inferiores a 600 °C, considerada limite máximo para controlar a camada de reação de contaminação.

O propósito deste estudo foi avaliar o efeito da temperatura (430, 515 e 600 °C) sobre a resistência à compressão de três revestimentos: um específico para titânio (Rematitan Plus; Dentaurem, Alemanha) e dois alternativos empregados para liga de Co-Cr (Rema Exakt; Dentaurem) e Ni-Cr (Castorit Super C; Dentaurem).

Material e método

Na Tabela 1 estão relacionados os revestimentos estudados.

Para o ensaio de resistência à compressão, os corpos-de-prova obtidos a partir de uma matriz metálica bipartida, apresentavam 20 mm de diâmetro e 40 mm de altura.

Os materiais foram proporcionados, segundo as instruções dos fabricantes, com 100% de líquido especial e manipulados mecanicamente a vácuo no espatulador Turbomix (EDG – Equipamentos, São Carlos, Brasil), por 30 segundos, e vertidos na matriz metálica, previamente lubrificada com vaselina pastosa. Após a presa do revestimento, os corpos-de-prova foram removidos da matriz e armazenados individualmente em sacos plásticos por 12 horas. Ao final desse

período, o forno foi posicionado ao lado da máquina de ensaios mecânicos, e os corpos-de-prova foram submetidos às respectivas programações de queima de cada material em forno EDG (F-1800 3P, EDG Equipamentos), conforme instruções dos fabricantes (Tabela 2), apenas alterando a temperatura final do ciclo de aquecimento.

A resistência à compressão foi realizada assim que os revestimentos atingiram a temperatura de esfriamento programada (600, 515 e 430 °C), os corpos-de-prova foram cuidadosamente posicionados sobre o dispositivo da máquina de ensaios mecânicos MTS 810 (MTS System Corporation, Minnesota, EUA), com a ajuda de pinça para anéis de fundição. Em seguida, a máquina programada para realizar o teste, à velocidade de 2 mm.min⁻¹, foi acionada até a fratura do corpo-de-prova, e a tensão de ruptura registrada em MPa¹⁸. O teste era realizado rapidamente, não ultrapassando um período de 90 segundos.

Foram obtidos dez corpos-de-prova para cada condição experimental, sendo estabelecido como grupo controle o revestimento Rematitan Plus (Dentaurum) à temperatura de 430 °C por se tratar de material específico para titânio e de acordo com temperatura recomendada pelo fabricante.

Resultado

Os valores de resistência em MPa foram analisados utilizando o software SPSS 11.0. Média e desvio padrão foram determinados em cada grupo e, após verificada a curva de normalidade e o teste de homogeneidade, foi aplicada análise de variância e realizado teste de Tukey para a comparação entre os grupos. Como nível de significância foi empregado $P = 0,05$.

A análise revelou diferença estatisticamente significativa quando comparado os materiais em cada temperatura: o Rematitan Plus ($P = 0,001$), o Rema Exakt ($P = 0,00$) e o Castorit Super C ($P = 0,022$).

A análise comparativa realizada entre os revestimentos mostrou que a média de resistência para o revestimento RE foi superior à do RP, que, por sua vez, foi mais elevada que a do CA em todas as temperaturas ($P = 0,000$).

Discussão

Tendo em vista o atual estágio de desenvolvimento alcançado com os métodos de fundição para titânio, alguns defeitos ainda são frequentes, como porosidade, baixa fluidez, reatividade com elementos do revestimento e contaminação pelo oxigênio¹⁹.

Alguns autores^{20,21} afirmaram que a resistência à compressão é o método mais comum para medir a resistência do revestimento à temperatura ambiente ou a elevadas temperaturas, porém essa propriedade mecânica pode ser influenciada por alguma variação na composição e na concentração do aglutinante, tempo de presa, estocagem em

meio ambiente, temperatura de aquecimento, quantidade e tipo de sal fosfatado e expansão higroscópica.

A análise estatística (Tabela 3) mostrou que houve diferença entre os três revestimentos, sendo Rema Exakt (Dentaurum) mais resistente em todas as temperaturas do que Rematitan Plus (Dentaurum), especialmente desenvolvido para titânio, que, por sua vez, foi superior ao Castorit Super C (Dentaurum).

O estudo do fator temperatura mostrou aumento da resistência à compressão na temperatura mais elevada (600 °C) quando comparada com as outras temperaturas.

A temperatura exerceu influência variável em cada material. No Rematitan Plus (Dentaurum), na temperatura intermediária (515 °C), a resistência foi inferior às obtidas a 430 e 600 °C. Observação semelhante foi verificada para o Castorit Super C (Dentaurum), para o qual a resistência a 515 °C foi inferior a 600 °C e semelhante a 430 °C. Por outro lado, o Rema Exakt (Dentaurum) apresentou aumento da resistência com o aumento da temperatura nos valores de 600 e 515 °C, as quais apresentaram semelhança entre si e diferiram da média em 430 °C.

A diferença de comportamento entre os materiais pode ser atribuída à variação na composição, principalmente da fase refratária. Em geral, a sílica na forma de cristobalita e a em quartzo são combinadas em diferentes concentrações de acordo com a expansão térmica desejada. Como a temperatura de transição da cristobalita é 250 °C e do quartzo 550 °C²², é possível que diferentes quantidades de quartzo tenham influenciado a resistência à compressão dos materiais, assim como tenham relação com a temperatura no momento do ensaio.

Alguns autores ressaltaram que a medida de resistência em baixa temperatura não é um guia para a resistência em elevadas temperaturas, sendo a inversão da sílica em altas temperaturas responsável pela diminuição da resistência dos refratários aglutinados por fosfato^{18,20,21}.

Luk, Darvell^{20,21} estudaram alterações na resistência em função da temperatura de aquecimento empregando seis marcas comerciais de revestimentos fosfatados e observaram que esses refratários são muito sensíveis à temperatura e além disso, que a composição e a programação de queima dos materiais interferem na resistência.

A influência da temperatura na resistência à compressão ainda é muito discutida. Alguns autores, como Chew et al.¹⁸, afirmaram que a sílica nos revestimentos fosfatados aumenta a expansão térmica e promove maior resistência após a queima pela formação de silicofosfatos. Afirmaram ainda que, à temperatura de 650 °C, os refratários atingem uma fase cristalina polimérica e, quando aquecidos à temperatura de 1.040 °C, sofrem uma reação secundária que pode afetar as características de resistência em consequência da transformação do aglutinante.

Tabela 1. Revestimento, composição e fabricante

Revestimento	Composição	Fabricante
Rematitan Plus (RP)	MgO – 10-30; NH ₄ H ₂ PO ₄ – 5-10; SiO ₂ – 55-75%; Al ₂ O ₃ -10 – 25%	Dentaurum. Pforzhiem. Alemanha
Castorit Super C (CA)	MgO – 6-19%; NH ₄ H ₂ PO ₄ – 10 – 20%; SiO ₂ -60 – 80	Dentaurum. Pforzhiem. Alemanha
Rema Exakt (RE)	MgO – 10-30%; NH ₄ H ₂ PO ₄ – 10 – 30; SiO ₂ -60 – 100%; FeO ₂ – 0 – 1%	Dentaurum. Pforzhiem. Alemanha

Tabela 2. Programação de aquecimento dos revestimentos

		Temperatura 1	Temperatura 2	Temperatura 3
Rematitan Plus	Temperatura	150 °C	250 °C	1000 °C
	Velocidade	5 °C / minuto	5 °C / minuto	5 °C / minuto
	Patamar	90 minutos	90 minutos	60 minutos
Rema Exakt	Temperatura	250 °C	1050 °C	-
	Velocidade	5 °C / minuto	5 °C / minuto	-
	Patamar	60 minutos	60 minutos	-
Castorit Super C	Temperatura	250 °C	950 °C	-
	Velocidade	5 °C / minutos	5 °C / minuto	-
	Patamar	60 minutos	30 minutos	-

Tabela 3. Comparação múltipla entre os revestimentos e as temperaturas

Material	600 °C	515 °C	430 °C
Rema Exakt	25,17 (1,02) Aa	25,36 (0,66) Aa	20,67 (0,76) Ba
Rematitan Plus	18,45 (0,53) Ab	15,8 (0,5) Bb	17,65 (0,28) Ab
Castorit super C	14,99 (0,59) Ac	12,76 (0,46) Bc	14,39 (0,59) ABc

* P = 0,000

** Letras maiúsculas-linhas (comparando as temperaturas dentro do mesmo revestimento)

*** Letras minúsculas-colunas (comparando cada temperatura entre os revestimentos)

Por outro lado, Ida et al.⁷ mediram a resistência à compressão de revestimentos aglutinados por fosfato e por cimento de magnésia (espinélio) antes e após a queima em 800 °C e notaram grande diminuição na resistência de revestimentos fosfatados por causa do aquecimento (redução de 22,6 para 5,0 MPa). Entretanto, o cimento de magnésia (espinélio) mostrou um aumento da resistência após a queima de aproximadamente 80% (de 6,9 para 12,7 MPa) do material.

Takahashi et al.¹⁷ mediram a resistência à compressão de revestimento fosfatado à temperatura ambiente e após a queima em 900 °C e subsequentemente esfriado a 350 °C, observando que a resistência após a queima foi menor do que antes da queima, atribuindo esse fato à ocorrência de microfaturas entre o material aglutinante e as partículas de sílica durante o aquecimento e o esfriamento.

O grande desafio para o uso de revestimentos fosfatados para a fundição do titânio é a grande reatividade química

do titânio com a sílica do revestimento. De acordo com Wang et al.¹³ a contaminação superficial é fortemente influenciada pela temperatura. Assim, é necessário encontrar o equilíbrio entre resistência mecânica, expansão de presa e térmica, temperatura no momento da injeção, fluidez e compatibilidade química entre o revestimento e o titânio.

Importantes características dos revestimentos necessitam de estudos mais profundo como parte do desenvolvimento das técnicas de fundição aplicadas ao titânio. Além disso, considerando que os revestimentos específicos para o titânio são de alto custo e oneram a técnica de fundição, o estudo da viabilidade de aplicação de revestimentos utilizados para fundição de outras ligas, de mais baixo custo cria a expectativa do desenvolvimento de técnicas alternativas para fundição do titânio, tornando-o mais acessível e, sobretudo, aumentando sua abrangência social, haja vista que o titânio possui uma considerável potencialidade de aplicação na rotina odontológica.

Conclusão

De acordo com os resultados obtidos e considerando as limitações deste estudo pode-se concluir que:

1. o revestimento Rema Exakt apresentou média superior à do Rematitan Plus, material específico para titânio, enquanto o Castorit Super C mostrou resistência inferior;
2. a temperatura exerceu diferente influência sobre a resistência dos materiais. No Rema Exakt, a resistência foi maior nas temperaturas de 600 e 515 °C. Para Rema Exakt, a resistência a 515 °C apresentou comportamento atípico, sendo menor que à 430 e 600 °C e, para Castorit Super C, menor que 600 °C;
3. o Rema Exakt apresentou resistência à compressão superior à do Rematitan Plus em qualquer temperatura.

Agradecimento

Esta pesquisa foi financiada pela FAPESP processo nº 04/05231-1

Referências

1. Lautenschlager E, Monaghan P. Titanium and titanium alloys as dental materials. *Int Dent J*. 1993;43:245-53.
2. Ohkubo C, Watanabe I, Ford JP, Nakajima H, Hosoi T, Okabe T. The machinability of cast titanium and Ti-6Al-4V. *Biomaterials*. 2000;21:421-8.
3. Syverud M, Okabe T, Hero H. Casting of Ti-6Al-4V alloy compared with pure Ti in an Ar-arc casting machine. *Eur J Oral Sci*. 1995;103:327-30.
4. Wang RR, Fenton A. Titanium for prosthodontic applications: a review of the literature. *Quintessence Int*. 1996;27:401-8.
5. Zinelis S. Effect of pressure of helium argon krypton and xenon on the porosity microstructure and mechanical properties of commercially pure titanium castings. *J Prosthet Dent*. 2000;84:575-82.
6. Hung C-C, Hou G-L, Tsai C-C, Huang C-C. Pure titanium casting into zirconia-modified magnesia-based investment molds. *Dent Mater*. 2004;20:846-51.
7. Ida K, Togaya T, Tsutsumi S, Takeuchi M. Effect of magnesia investment in the dental casting of pure titanium or titanium alloys. *Dent Mater J*. 1982;1:8-21.
8. Oda Y, Kudoh Y, Kawada M Y, Hasegawa K. Surface reaction between titanium castings and investments. *Bull Tokyo Dent Coll*. 1996;37:129-36.
9. Takahashi J, Zhang JZ, Okazaki M. Castability and surface hardness of titanium cast plates obtained from experimental phosphate-bonded silica investment molds. *Dent Mater J*. 1993;12:238-44.
10. Hsu HK, Kikuchi H, Yen SK, Nishiyama M. Evaluation of different bonded investments for dental titanium casting. *J Mater Sci Mater Med*. 2005;16:821-5.
11. Hung C-C, Hou GL, Tsai CC, Huang CC. Pure titanium casting into zirconia – modified magnesia – based investment molds. *Dent Mater*. 2004;20:846-51.
12. Luo XP, Guo TW, OU YG, Liu Q. Titanium casting into phosphate bonded investment with zirconite. *Dent Mater*. 2002;18:512-5.
13. Wang RR, Welsch GE, Castro-Cedeno M. Interfacial reactions of cast titanium with mold materials. *Int J Prosthodont*. 1998;11:33-43.
14. São S, Palmer R, Curtis RV. Measurement of the setting and thermal expansion of dental investments used for the superplastic forming of dental implant superstructures. *Dent Mater*. 2001;17:247-52.
15. Contreras EFR, Henriques GE, Giolo SR, Nobilo MA. Fit of cast commercially pure titanium and Ti6Al4V alloy crowns before and after marginal refinement by electrical discharge machining. *J Prosthet Dent*. 2002;88:467- 72.
16. Stoll R, Fischer C, Springer M, Stachniss V. Marginal adaptation of partial crowns cast in pure titanium and in a gold alloy – an *in vitro* study. *J Oral Rehabil*. 2002;29:1- 6.
17. Takahashi J, Kimura H, Lautenschlager EP, Cherner Lin JH, Moser JB, Greener EH. Casting pure titanium into commercial phosphate bonded SiO₂ investment molds. *J Dent Res*. 1990;69:1800-5.
18. Chew CL, Land MF, Thomas CC, Norman RD. Investment strength as a function of time and temperature. *J Dent*. 1999;27:297-302.
19. Hero H, Syverud M, Waarli M. Mold filling and porosity in casting of titanium. *Dent Mater*. 1993;9:15-8.
20. Luk HWK, Darvell BW. Effect of burnout temperature on strength of phosphate bonded investments. *J Dent*. 1997;25:153-60.
21. Luk HWK, Darvell BW. Effect of burnout temperature on strength of phosphate bonded investments – part II – effect of metal temperature. *J Dent*. 1997;25:423-30.
22. Low D, Mori T. Titanium full crown casting: thermal expansion of investments and crown accuracy. *Dent Mater*. 1999;15:185-90.

