

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

**DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA
CATARINA PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS.**

Mario Alexander Robayo Abello

FLORIANÓPOLIS, DEZEMBRO DE 2005.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Mario Alexander Robayo Abello

INFLUÊNCIA DO Ti NA MICROESTRUTURA E RESISTÊNCIA
MECÂNICA DE UNIÕES METALOCERÂMICAS

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Ing. Marcio Celso Fredel

Coorientador: Prof. Dr. Ing. Augusto J. A. Buschinelli

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Mario Alexander Robayo Abello

INFLUÊNCIA DO Ti NA MICROESTRUTURA E RESISTÊNCIA
MECÂNICA DE UNIÕES METALOCERÂMICAS

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais especialidade em Ciência e Engenharia de Materiais, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Prof. Dr. Ing. Marcio Celso Fredel
Orientador, PGMAT/UFSC

Prof. Dr. Ing. Augusto J. A. Buschinelli
Coorientador, LABSOLDA/UFSC

Prof. Dr. Alexandre Lago
Coordenador, PGMAT/UFSC

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Hazim Ali Al-Qureshi PhD.
PGMAT/UFSC

Prof. Dr. Eng Pedro A. Nannetti Bernardini
PGMAT/UFSC

Prof. Dr.Eng. Rubens Maribondo do Nascimento
UFRN

Ficha Catalográfica

ABELLO, Mario Alexander ROBAYO.

Estudo da interface na brasagem metal/cerâmica em implantes de próteses dentárias,

2005,

xi, xxx p.

Dissertação de mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais (Área: Materiais Particulados)

Orientador: Prof. Dr. Márcio Celso Fredel

Coorientador: Prof. Dr. Augusto José de Almeida Buschinelli

1. união metal-cerâmica 2. Próteses odontológicas 3. Titânio 4. interface metal-cerâmica 5. biomateriais.

I. Universidade Federal de Santa Catarina

I I. Título

*Jamais considere seus estudos como uma obrigação,
mas como uma oportunidade invejável (...) para
aprender a conhecer a influência libertadora da
beleza do reino do espírito, para seu próprio prazer
pessoal e para proveito da comunidade à qual seu
futuro trabalho pertencer.*

(Albert Einstein)

**Con todo mi amor, gratitud y cariño
a mis padres, Lolyn y Reinaldo, mi
hermano Iván Adolfo y mi amada
Liliana, grandes seres que me han
enseñado ese inmenso placer de vivir.**

Agradecimentos

Agradeço profundamente a colaboração, o apoio, a compreensão e a paciência de todas as pessoas que de uma ou outra forma fizeram com que este resultado tenha sido possível.

A Papa Dios, por todos os momentos felizes e por todos os difíceis, porque com eles dois forjo o meu espírito. Graças pela companhia certa e perene, apesar daqueles momentos de questionamento interno.

De forma muito especial a minha mãe, Lolyn, ao meu pai Reinaldo, ao meu irmão Iván Adolfo, e a toda toda toda minha família, que é sempre fonte de amor, apoio, compreensão e lições de vida, em todo momento e sem importar a distância; A minha amada Liliana; amiga, companheira e guia em esta caminhada, fonte de coragem e afeto inesgotável. Sempre estarão presentes sem importar para onde eu vá.

Ao meu orientador Marcio Fredel pela ajuda e independência no trabalho.

Aos professores Augusto Buschinelli e Rubens Maribondo, por toda a orientação, apoio e ensinamentos, fundamentais no desenvolvimento do projeto. Aos professores Hazim Al-Qureshi, Arcanjo Lenzi, Pedro Bernardini, pelas lições e ajuda em todo momento.

Ao protético Tony Bonaldo pela imensa ajuda na confecção dos corpos-de-prova, a Talladium do Brasil, aos professores Luiz Fontana e Joel Muzart (*in memoriam*)

Ao governo Brasileiro e suas entidades, UFSC (Pgmt, Labsolda) e Capes projeto Capes/Grices, por todo o apoio técnico, logístico e econômico, sem os quais não teria sido possível a realização e culminação desta etapa profissional da vida.

Aos meus amigos com os quais aprendi valiosas lições, profissionais e pessoais, que fizeram que a minha estada no Brasil fora mais frutífera, gratificante e divertida. Assim peguei um pouquinho da riqueza do mundo, **Colômbia:** Leonel, Félix, Renzo, David, Wilson H., Armando, Rodrigo, Cindy, Yesid, William I., William J., Wilson T., Evelio, Leonardo, Patrícia, Guber. **Brasil:** Janaina Helena, Maria Isabel, Flávio, Sânia, Césare, César, Glêdes, Andréa, Eliandra, Viviana, Biana, Vaneide, Janaina, Vivian, Luis Garbelotto, Ocirã, Rubens, Raul, Luiz Silva, Matias. **Cabo Verde:** Josiane, **Republica Dominicana:** Zacarias e Marisol, **Peru:** Wuili e Fanny. **Argentina:** Daniel, Valeria y Gabriel

Sumário

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	Objetivo Geral	3

1.1.1	Objetivos Específicos	3
1.2	Estrutura do Trabalho.....	3
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	5
2.1	Biomateriais.....	5
2.1.1	Biomateriais Metálicos.....	7
2.1.1.1	Biomateriais metálicos odontológicos	7
2.1.1.2	Ligas metalocerâmicas.....	8
2.1.1.3	Elementos constituintes das ligas metalocerâmicas	10
2.1.2	Biomateriais Cerâmicos.....	11
2.1.2.1	Biomateriais cerâmicos odontológicos	13
2.1.2.2	Composição das cerâmicas dentárias.....	15
2.1.2.3	Microestrutura das cerâmicas dentárias	17
2.2	Processos de União	18
2.2.1	Uniões Metalocerâmicas	20
2.2.2	Brasagem.....	23
2.2.2.1	Brasagem a vácuo	23
2.2.2.2	Molhabilidade	24
2.2.3	União Metal/Cerâmica	24
2.2.3.1	Mecanismos de junção metal/cerâmica.....	25
2.2.4	Processo Convencional de Junção Metal/Cerâmica para Próteses Dentárias.....	29
2.2.4.1	Desgaseificação	30
2.2.4.2	Aplicação e queima do opaco e a cerâmica	30
2.3	Técnicas de Deposição do Titânio.....	31
2.3.1	Deposição Química	31
2.3.2	Processo Mo-Mn	31
2.3.3	Deposição Física	32
2.3.4	Deposição Mecânica	33
2.4	Oxidação do Titânio.....	35
2.5	Fatores que Influenciam à Falha da União.....	35
3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	39
3.1	Materiais	40
3.1.1	Ligas Metálicas	40

3.1.2	Opaco e Cerâmica	42
3.2	Métodos.....	42
3.2.1	Corpos-de-Prova	42
3.2.1.1	Corpos-de-prova cilíndricos	43
3.2.1.2	Corpos-de-prova laminares.....	45
3.2.2	Deposição do Filme de Titânio.	46
3.2.2.1	Deposição mecânica	47
3.2.2.2	Deposição por magnetron sputtering	49
3.2.3	Ensaio de Seleção de Atmosfera de Queima de Opaco	49
3.2.4	Desgaseificação	50
3.2.5	Aplicação e Queima do Opaco.....	50
3.2.6	Seleção da Atmosfera de Brasagem	51
3.2.7	Caracterização Microestrutural das Uniões.....	51
3.2.8	Ensaio Mecânicos	52
3.2.8.1	Método de cálculo.....	53
3.2.9	Líquidos Penetrantes	55
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	56
4.1	Caracterização dos Filmes de Titânio Depositados.....	57
4.2	Avaliação Microestrutural da União.....	58
4.2.1	Efeito da Atmosfera de Queima do Opaco.....	58
4.2.2	Efeito da Atmosfera de Brasagem.....	59
4.2.3	Observações sobre a microestrutura da área de interface.....	61
4.3	Resistência Mecânica à flexão.....	65
4.3.1	Relação entre Resistência à Flexão e Tipo de Fratura.....	68
5	CONCLUSÕES.....	74
6	SUGESTÕES.....	76
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	77

Índice de Figuras

Figura 1 - Diagrama ternário Ni-Cr-Mo e localização das ligas metalocerâmicas CAST-SB (vermelho) e CAST-V (azul), na temperatura ambiente. (Metal Handbook, 1978).....	9
Figura 2 - Diagrama de equilíbrio ternário SiO ₂ -Al ₂ O ₃ -K ₂ O (Nóbrega et al., 2005).....	17
Figura 3 - Tipos de uniões (Nascimento 1997)	19
Figura 4 - Estado de tensões na união metal/cerâmica. a) Temp. Ambiente, b) Temp. de brasagem, c) Temp. após brasagem (Nascimento, 2001).....	21
Figura 5 - Curvas esquemáticas de expansão térmica das ligas metálicas e as cerâmicas dentárias (Rollo et al., 1999).....	22
Figura 6 - Desenho das tensões no sistema metal/cerâmica completamente revestido. (T) infraestrutura metálica em tensão, (C) cerâmica em compressão. (Naylor 1992)	27
Figura 7 - Desenho do comportamento dos esforços em próteses parcialmente revestidas, (S) <i>Stress</i> , (C) Compressão, (T) Tensão. (Naylor 1992)	28
Figura 8 - Perfil de camadas na união, onde a camada óxida do metal está quimicamente unida à cerâmica produzindo uma zona de vitro-cerâmico modificado. (Naylor, 1992).....	29
Figura 9 - Desenho esquemático do processo da metalização por <i>magnetron sputtering</i> . (Nascimento, 2001)	33
Figura 10 - Desenho da deposição mecânica em corpos-de-prova cilíndricos.	34
Figura 11 - Fotografias dos corpos-de-prova confeccionados, a) suprem CAST V;	42
Figura 12 - Esquema de corpos-de-prova metal-cerâmica-metal brasados para posterior ensaio de flexão.	43
Figura 13 - Cilindros metálicos com preparação de superfície pronta para deposição do opaco, metalização mecânica (esq.) e jateamento de alumina (dir).....	44
Figura 14 - Detalhe das superfícies de fratura dos corpos-de-prova cilíndricos.	45
Figura 15 - Fotografia da árvore de corpos-de-prova laminares após a fabricação por fundição a cera perdida	46
Figura 16 - Formato dos corpos-de-prova laminares. Medidas em milímetros.	46
Figura 17 - Desenho da metalização mecânica nos corpos-de-prova cilíndricos. (Nascimento, 2001).....	47
Figura 18 - Desenho da metalização mecânica nos corpos-de-prova laminares.	48
Figura 19 - Formato dos cones de titânio para deposição.	48

Figura 20 - Fotografias de detalhe do corte transversal dos corpos-de-prova a) corte transversal da amostra, b) micrografia do perfil de corte, onde pode ser observada a união da infraestrutura metálica e a cerâmica. (MEV)	52
Figura 21 - Desenho do ensaio mecânico de flexão a três pontos nos corpos-de-prova laminares.	52
Figura 22 - Fotografia com desenho esquemático para cálculo da área transversal efetiva da cerâmica.....	54
Figura 243 – Desenho da área corrigida da cerâmica para os cálculos de resistência flexural.....	54
Figura 25 - Comparação das superfícies dos corpos-de-prova após a deposição de titânio. <i>Magnetron sputtering</i> (sup.) e mecânica (inf.)	57
Figura 26 – Faixa de espessuras do filme de titânio obtido pelo processo de deposição mecânica (esq) e processo de <i>magnetron sputtering</i> (dir). (MEV)	58
Figura 27 - Aparência final do opaco aplicado em atmosfera de argônio sobre o substrato metálico	59
Figura 28 - Aparência final da brasagem em alto vácuo, a) Presença de porosidades internas e irregularidades superficiais, b) Descolamento na interface metal/opaco e	60
Figura 29 - Aparência final da brasagem em atmosfera de argônio ultra-puro.....	61
Figura 30 - Micrografias do filme de titânio depositado mecanicamente, a) Liga Suprem Cast V e b) Liga Suprem Cast SB.	62
Figura 31 - Micrografias do filme de titânio depositado por <i>magnetron sputtering</i> ,.....	62
Figura 32 - Presença de cristalitos cerâmicos na interface Ti/Opaco na amostra brasada em atmosfera de argônio com metalização mecânica e liga sem berílio. Fotografia geral da interface (esq.) e detalhe dos cristalitos (dir.)	62
Figura 33 - Fotografias da interface metal/cerâmica brasadas pelo processo convencional. a) Sem camada de titânio e b) com metalização mecânica.)	63
Figura 34 - Porosidades típicas do processo de brasagem convencional	63
Figura 35 - Porosidades típicas do processo de brasagem em argônio	64
Figura 36 - Comparação da distribuição dos poros na região da interface nos dois processos de brasagem, a) em atmosfera de argônio e b) processo convencional.....	64
Figura 37 - Detalhe de poro na interface metal/cerâmica no processo convencional de brasagem	64
Figura 38 - Gráfico comparativo das resistências flexurais em função da presença do elemento Berílio na liga.	66

Figura 39 - Diagrama comparativo da resistência flexural em função do titânio no processo convencional de brasagem.....	67
Figura 40 - Diagrama comparativo da resistência flexural em função da deposição de titânio e a presença do elemento berílio na liga	68
Figura 41 - Fotografias dos dois tipos de fraturas presentes na cerâmica, a) fratura simples no processo convencional e b) fratura múltipla na brasagem em argônio	69
Figura 42 - Gráficos de Resistência flexural X Deformação das uniões brasadas por processo convencional de brasagem e donde o fenômeno de fratura simples é característico. a) com berílio, b) sem berílio, c) metalização mecânica com berílio e d) metalização mecânica sem berílio.....	70
Figura 43 – Detalhe da área de fratura dos gráficos de Resistência flexural X Deformação das uniões brasadas por processo convencional de brasagem e donde o fenômeno de fratura simples é característico.....	71
Há diferença do comportamento da curva nos processos de brasagem em atmosfera de argônio, visto que, na linha do gráfico a fratura não é tão marcada quanto nos gráficos dos processos convencionais de brasagem, nestes, ela se apresenta de uma forma mais gradativa e sutil, como se mostra na Figura 45 e Figura 44	71
Figura 45 - Gráficos de resistência flexural X deslocamento das uniões brasadas por processo de brasagem em atmosfera de argônio e donde se apresenta o fenômeno de fratura múltipla. a) metalização mecânica com berílio, b) metalização mecânica sem berílio, c) <i>magnetron sputtering</i> com berílio e d) <i>magnetron sputtering</i> sem berílio.....	72
Figura 46 - Detalhe da área de fratura dos gráficos de Resistência flexural X deslocamento das uniões brasadas por processo de brasagem em atmosfera de argônio e donde se apresenta o fenômeno de fratura múltipla.	72

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Materiais usados como biomateriais. (Kawachi et al. 2000)	5
Tabela 2 - Classificação das cerâmicas dentárias. (Naylor 1992)	14
Tabela 3 - Ciclos térmicos do opaco e da cerâmica (Ceramco, S.D.)	31
Tabela 4 - Detalhe de subgrupos de estudo para comparação das duas ligas estudadas	39
Tabela 5 - Propriedades e características das ligas metálicas. (Talladium do Brasil S.D.)	41
Tabela 6 - Valores de processo de <i>Magnetron Sputtering</i>	49
Tabela 7 - Resultados de resistência à flexão	65
Tabela 8 - Quantificação dos tipos de fratura apresentados na cerâmica	69

Nomenclatura

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ADA	<i>American dental Association</i>
AIP	<i>Arc Ion plating</i>
ASE	Área de Superfície Específica
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
ATD	Análise Térmica Diferencial
ATG	Análise Termogravimétrica
CAD	<i>Computer Aided Design.</i>
CAM	<i>Computer Aided Manufacturing</i>
CVD	<i>Chemical Vapour Deposition</i>
DRX	Difração de Raios x
IP	<i>Ion Plating</i>
ISO	<i>International Standard Organization</i>
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standards
LABMAT	Laboratório de Materiais
LDCM	Laboratório de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MMCB	Processo de brasagem em atmosfera de argônio com berílio na liga metálica e filme de titânio depositado mecanicamente
MMSB	Processo de brasagem em atmosfera de argônio sem berílio na liga metálica e filme de titânio depositado mecanicamente
MO	Microscopia Ótica
MS	<i>Magnetron Sputtering</i>
MSCB	Processo de brasagem em atmosfera de argônio com berílio na liga metálica e filme de titânio depositado por <i>magnetron sputtering</i>
MSSB	Processo de brasagem em atmosfera de argônio sem berílio na liga metálica e filme de titânio depositado por <i>magnetron sputtering</i>
NDT	Núcleo de Desenvolvimento de Materiais
NBR	Norma Brasileira

PVD	<i>Physical Vapour Deposition</i>
PCCB	Processo de brasagem convencional com berílio na liga metálica
PCSB	Processo de brasagem convencional sem berílio na liga metálica
PCCBMM	Processo de brasagem convencional com berílio na liga metálica e filme de titânio depositado mecanicamente
PCSBMM	Processo de brasagem convencional sem berílio na liga metálica e filme de titânio depositado mecanicamente
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina

Resumo

Resumo

Na área de aplicação dos biomateriais, as próteses odontológicas metalocerâmicas tem grande popularidade entre os pacientes, devido as suas características mecânicas e estéticas que simulam o comportamento e aparência natural do dente. Neste trabalho, estuda-se o efeito do titânio na união metalocerâmica, para próteses com infra-estrutura metálica a base de ligas Ni-Cr-Mo, observando o seu comportamento a nível microestrutural e mecânico por médio de testes de resistência flexural. Para tal fim, foi desenhado um novo processo de brasagem em atmosferas de argônio, para proteger da oxidação o titânio aplicado na interface.

Os resultados obtidos através de todo o estudo realizado, demonstraram que as novas técnicas de brasagem utilizadas para fabricação de próteses odontológicas com materiais comerciais são viáveis desde o ponto de vista técnico obtendo resultados compatíveis com os corpos-de-prova padrão fabricados pelo processo convencional de brasagem usado atualmente na área odontológica.

Abstract

Abstract

In biomaterials application area, dental prosthesis have great popularity, because their mechanical behavior and its excellent esthetics characteristics, that seems to natural teeth. In this work was study the effect of titanium in metal-ceramic joint, for dental prostheses with a Ni-Cr-Mo infrastructure, analyzing microstructural and mechanical behavior. For that, was designed a new process of brazing in argon atmosphere, to avoid titanium oxidizing.

The obtained results in this study, shows that new brazing technique is a good choice from a technical point of view, because a final resistance is similar to refer patterns, made with conventional brazing process.

Capítulo 1

1 INTRODUÇÃO

Devido às novas exigências da vida cotidiana e os processos industriais, é preciso desenvolver produtos que satisfaçam uma ampla gama de necessidades, as quais em muitos casos não podem ser atingidas por um só material. É neste momento quando se faz necessária a junção de elementos de distintas naturezas que combinem as principais características de cada um deles, para atingir as propriedades requeridas no produto final.

Combinando vários materiais, com propriedades particulares diferentes, podem-se obter elementos com características finais superiores, que nos permitem atingir novos limites na corrida do desenvolvimento de novas tecnologias.

Dentro destes novos elementos, estão aqueles que combinam as propriedades dos materiais cerâmicos e dos materiais metálicos. Devido a fato de serem materiais de naturezas diferentes, do ponto de vista de ligações químicas, pode-se extrair o melhor de cada um deles e adaptá-los às novas necessidades.

A associação de materiais metálicos e cerâmicos em componentes para aplicações em engenharia ocorre sempre que se deseja produzir um componente híbrido com propriedades individuais ou aditivas destes materiais, resultando entre outros em materiais compósitos, revestimentos cerâmicos em substratos metálicos e uniões metal/cerâmica. (Schwartz, 1987, Mori, 2003)

As características principais dos materiais metálicos no estado puro são: a elevada tenacidade K_{IC} , e a baixa resistência mecânica; a qual pode ser melhorada por meio de mecanismos como, adição de elementos de liga, endurecimento por solução sólida, dispersão de segunda fase, refino de grão, endurecimento por deformação e transformação martensítica,

gerando materiais compatíveis com os requerimentos de uso finais como tenacidade e resistência.

Para Machado (1996) os materiais cerâmicos apresentam grande interesse, desde na produção de ferramentas de corte e pás de turbinas, componentes da indústria automotiva e aeroespacial, até as aplicações biomédicas.

Quando comparados com os metais, os cerâmicos apresentam as seguintes características:

- Maior dureza;
- Maior estabilidade dimensional;
- Maior módulo de elasticidade;
- Maior resistência à corrosão;
- Maior resistência ao desgaste;
- Menor coeficiente de expansão térmica;
- Menor densidade.

Os processos de união metal/cerâmica estão em constante evolução, partindo de técnicas estabelecidas obtém-se uma maior confiabilidade das uniões, atendendo necessidades específicas, ampliando o campo de ação tecnológica de novos componentes. Segundo a literatura os avanços tecnológicos e o novo mercado de cerâmicas estruturais, dependem fortemente do desenvolvimento de novas tecnologias de união metal/cerâmica e cerâmica/cerâmica. (Nascimento, 2001)

No âmbito de materiais com fins biomédicos o uso de materiais de última geração tem crescido com o desenvolvimento de uma técnica segura e confiável, comprovada cientificamente, de implantes ósseo-integrados. Já na área odontológica, as próteses dentárias de maior preferência nos pacientes, são as próteses compósitas de metal/cerâmica, ou chamadas metalocerâmicas, graças a duas grandes vantagens: sua durabilidade devido à alta resistência da infra-estrutura metálica, e acabamento estético da cerâmica, a qual simula a textura natural do dente.

Existe um ponto crítico quando se fala de próteses baseadas na união metal/cerâmica; devido às diferenças de coeficiente de expansão térmica e módulo de elasticidade entre os dois materiais, criam-se tensões térmicas residuais na interface, alterando a magnitude da resistência

mecânica da junta, aumentando a sua dispersão. Um dos métodos mais usados para reduzi-la é a introdução de um metal dúctil entre os dois materiais a serem unidos.

A fratura das uniões entre a cerâmica (coroa) e a infra-estrutura metálica não é apenas um problema odontológico, mas está relacionada com o controle das características da microestrutura da interface por meio da escolha do procedimento de união. O entendimento dos mecanismos que atuam para a formação da interface entre a cerâmica e o metal, função dos materiais de base e das condições de processamento da união, é fundamental para um melhor projeto mecânico e microestrutural das juntas.

A caracterização das uniões e o seu relacionamento com a resistência mecânica e com o processamento permitem que se atue no sentido de minimizar as tensões térmicas residuais oriundas do processo de união, aumentando com isto a confiabilidade e a resistência mecânica das próteses.

1.1 Objetivo Geral

Com base nos argumentos mencionados anteriormente, este trabalho tem como objetivo principal estudar o efeito do titânio na interface das uniões entre ligas comerciais Ni-Cr-Mo (Suprem Cast-V e Suprem Cast-SB) com cerâmica odontológica, com o intuito de produzir próteses metal/cerâmica.

1.1.1 Objetivos Específicos

Para atingir o objetivo geral proposto foram definidos os seguintes objetivos específicos:

- 1) Avaliar o efeito da atmosfera de processo na microestrutura e resistência mecânica das uniões.
- 2) Estudar a influencia do titânio depositado e do seu método de aplicação.
- 3) Determinar o formato dos corpos de prova adequados para a avaliação microestrutural e mecânica das uniões.

1.2 Estrutura do Trabalho

Este trabalho de dissertação está composto por quatro capítulos que descrevem o procedimento de análise do estudo.

No capítulo 1, apresenta-se uma breve introdução ao tema das uniões metal/cerâmica, objetivos do estudo e a descrição organizacional da dissertação.

No segundo capítulo faz-se referência aos temas específicos necessários para a compreensão do tema abordado, como conceitos básicos de biomateriais metálicos e cerâmicos, processo de união, uniões metal-cerâmica, brasagem, deposição de titânio na interface metal/cerâmica e causas de falha nos sistemas metalocerâmicos.

No capítulo 3 detalha-se a metodologia utilizada para a realização do estudo, partindo desde o análise das matérias primas envolvidas no processo de produção de próteses odontológicas, passando pela confecção dos corpos-de-prova, deposição do filme de titânio, brasagem e análises metalográficas e mecânicas das amostras obtidas.

No capítulo 4 discutem-se os resultados obtidos a partir dos ensaios metalográficos, de flexão a três pontos, e de líquidos penetrantes nos corpos-de-prova fabricados.

Finalmente no capítulo 5 são apresentadas as conclusões finais do estudo e são sugeridos alguns temas de estudo para trabalhos futuros referentes ao tema em questão.

Capítulo 2

2 Fundamentação Teórica

2.1 Biomateriais

Um biomaterial é usado para fabricação de peças que vão substituir, sem causar rejeição, partes ou alguma função do corpo humano, em segurança, com confiabilidade, economia e sendo aceitável psicologicamente pelo paciente. (Park et al., 2003)

Na **Tabela 1** são apresentados os diferentes tipos de materiais utilizados na área biomédica.

Tabela 1 - Materiais usados como biomateriais. (Kawachi et al. 2000)

Biomaterial	Vantagens	Desvantagens	Aplicações
Polímeros: Polietileno PTFE Poliéster Poliuretano PMMA Silicone	Elasticidade, fácil fabricação, baixa densidade.	Baixa resistência mecânica, degradação dependente do tempo.	Suturas, artérias, veias; maxilofacial (nariz, orelha, maxilar, mandíbula, dente); cimento, tendão artificial; oftalmologia.
Compósitos: Fibra de carbono-resina termofixa Fibra de carbono termoplástico Carbono-carbono Fosfato de cálcio-colágeno	Boa biocompatibilidade, inércia, resistência à corrosão, alta força de tensão.	Material de fabricação incompatível	Válvula cardíaca artificial (carbono ou grafite pirolítico), implantes de juntas de joelho (fibra de carbono reforçada com polietileno de alta densidade).

Tabela 1 - Materiais usados como biomateriais. (Kawachi et al. 2000) (continuação)

Biomaterial	Vantagens	Desvantagens	Aplicações
Metais e ligas: Aço inoxidável Liga de cobalto cromo Ligas níquel-cromo	Alta força de tensão, alta resistência ao desgaste, alta energia de deformação.	Baixa biocompatibilidade, corrosão em meio fisiológico, perda de propriedades mecânicas com tecidos conectivos moles, alta densidade.	Fixação ortopédica (parafusos, pinos, placas, fios, hastes); implantes dentários.
Cerâmicas e vidros: Alumina Zircônia Carbono Fosfatos de cálcio Porcelana Vidros bioativos	Boa biocompatibilidade, resistência à corrosão, inércia, alta resistência à compressão.	Baixa força de tensão, baixa resistência mecânica, baixa elasticidade, alta densidade.	Ossos, juntas, dentes, válvulas, tendões, vasos sanguíneos, e traquéias artificiais.

Segundo Park et al. (2003), o uso dos biomateriais tornou-se prático após o desenvolvimento de técnicas cirúrgicas assépticas pelo Dr. J. Lister na década de 1860. Antes disto, os procedimentos cirúrgicos, com ou sem uso de biomateriais, não eram bem sucedidos por causa das inúmeras infecções. Muitos dos primeiros implantes foram utilizados nos ossos, as placas de reforço de ossos foram inicialmente utilizadas em 1900, para auxiliar na fixação de grandes ossos fraturados. Muitos destes dispositivos quebraram por causa das técnicas pouco sofisticadas de desenho, formas de conveniências geométricas dos modelos usados, aspectos como concentração de esforços nos diedros ou triedros vivos, que por não terem arredondamentos em sua extensão angular funcionando como forma de aliviar tensões e distribuir melhor os esforços, ficavam muito susceptíveis a fratura quando requerido por esforços repetitivos. Muitos destes dispositivos eram escolhidos por causa da sua resistência mecânica, porem, podiam apresentar corrosão, provocando reações adversas no corpo.

Com o advento dos aços inoxidáveis e as ligas de cobalto-cromo em 1930, com os quais, tornaram-se bem sucedidos os processos de fixação óssea. (Park et al., 2003)

Para Ratner et al. (1996) a ampla diversidade e sofisticação dos materiais utilizados atualmente na medicina e na biotecnologia, é testemunho dos significativos avanços tecnológicos

que têm ocorrido nos últimos 25 anos. Materiais e sistemas para uso biológico, têm sido sintetizados e fabricados em uma grande variedade de formas, incluindo sistemas compósitos e de recobrimento.

2.1.1 Biomateriais Metálicos

Os metais usados como biomateriais possuem uma atividade química próxima da inerte. Uma vez que os elétrons são independentes nos metais, eles podem transferir rapidamente uma carga elétrica e uma energia térmica, o que dependendo do uso, pode ser positivo ou negativo no uso como biomateriais. (Park et al., 2003)

A primeira liga especificamente desenvolvida para uso em humanos foi o aço ao vanádio ou “*vanadium steel*”, que foi usado para placas e parafusos de ossos fraturados. Muitos outros metais como ferro, cromo, cobalto, níquel, titânio, tântalo, nióbio, molibdênio e tungstênio, são utilizados na fabricação de ligas para implantes, os quais, podem ser tolerados pelo organismo, somente em pequenas quantidades.

A biocompatibilidade destes implantes metálicos é de particular importância, já que podem corroer no ambiente *in vivo*. As conseqüências da corrosão são: a desintegração do material, que vai enfraquecer o implante, e o efeito prejudicial dos produtos de corrosão nos tecidos ou órgãos circundantes. (Park et al., 2003)

2.1.1.1 Biomateriais metálicos odontológicos

A escolha por uma liga metálica para próteses odontológicas, depende de muitos fatores. O custo é uma consideração muito séria, devido ao alto preço do ouro. Outros fatores a ter em conta são a biocompatibilidade e a resistência à corrosão. Esses fatores em particular limitam o uso de ligas metálicas para próteses odontológicas, a escolha para uma aplicação específica é determinada inicialmente pelas propriedades mecânicas, como dureza, resistência mecânica e ductilidade. Devido à situação econômica e o incremento no preço do ouro, o uso destas ligas tornou-se impraticável e inacessível para a maior parte da população. (Novaes et al., 2004)

Segundo Naylor (1992) as ligas metálicas utilizadas na área odontologia são definidas de acordo com o sistema de classificação da *American Dental Association* (ADA) assim:

➤ **Metais nobres.** É um termo aplicado a metais resistentes à corrosão e à oxidação, devido ao fato deles serem inertes quimicamente. Existem pelo menos sete metais nobres

utilizados em odontologia, são eles o ouro e os seis membros do grupo da platina, platina (Pt), paládio (Pd), irídio (Ir), ósmio (Os), ródio (Rh) e rutênio (Ru). Alguns autores incluem a prata como material nobre, exceto quando é usado na cavidade bucal, já que este é um ambiente no qual ele tende a oxidar.

➤ **Metais não nobres.** Se um metal nobre não oxida, é esperado que o metal não nobre apresente alguma oxidação. O termo não nobre é uma designação alternativa aos termos “metal de base” ou “não precioso”, descritos a posteriori.

➤ **Preciosos.** É o termo aplicado a metais que devido a sua escassez, têm um alto valor comercial intrínseco, baseado na oferta e na demanda, e na sua composição. Exemplos deles são: ouro, prata, os seis elementos do grupo da platina, berílio, gálio e índio, entre outros. Pode-se dizer que todos os materiais nobres são preciosos, mas nem todos os preciosos são nobres.

➤ **Não preciosos.** Esta designação refere-se a aqueles metais ou ligas, que não são escassos e não possuem um alto valor. Este termo é muito utilizado no meio técnico, mas o termo correto deveria ser metais de base.

➤ **Metais de base.** Esta é a designação utilizada na odontologia, de preferência sobre os termos não preciosos e não nobres. Exemplos destes metais incluem: níquel, cromo, cobalto, e alumínio, entre outros.

2.1.1.2 Ligas metalocerâmicas

A popularidade das ligas de metais de base tem-se incrementado significativamente nas últimas décadas devido as suas propriedades mecânicas e baixo custo. Os potenciais riscos biológicos, e o baixo controle na formação do óxido de cromo durante a fusão, o qual resulta em uma baixa resistência na união, são as suas principais desvantagens. O titânio tornou-se popular graças as suas propriedades superiores como baixa densidade, alta resistência comparável com o aço inoxidável, propriedades químicas favoráveis como alta resistência à corrosão, e excelente biocompatibilidade. No entanto o problema do uso do titânio na área de restaurações metalocerâmicas acontece na fusão e na união metal/cerâmica. (Atsü et al., 2000)

A fusão do titânio requer equipamentos e procedimentos especiais, assim que métodos alternativos como eletro-erosão e *CAD-CAM* são freqüentemente utilizados. No primeiro processo o titânio não é produzido por fusão assim que a tendência à oxidação é praticamente

eliminada. Em adição a isso, para união metal/cerâmica, a baixa dilatação térmica do titânio exige cerâmicas especiais. A propensão à formação de camadas relativamente espessas e fracamente aderidas de óxido de titânio a temperaturas acima de 800°C aparentemente diminui a resistência da união, e requer a utilização de cerâmicas de baixa fusão. (Atsü et al., 2000)

As ligas a base de níquel-cromo utilizadas comercialmente no campo das próteses dentárias, são denominadas ligas metalocerâmicas, as quais, dentro da classificação da ADA correspondem ao grupo de metais de base, que são metais não preciosos ou não nobres. Estes materiais são química e metalurgicamente complexos que requerem procedimentos de laboratório mais precisos e complexos do que as ligas a base de ouro, especialmente no referente à fabricação e processo de fusão. É por isto, que em 1972 a ADA, propôs um programa de avaliação de todas as ligas alternativas às ligas de ouro, com o intuito de estabelecer as ligas que pudessem ser seguras desde o ponto de vista de biocompatibilidade e de propriedades físicas, químicas e mecânicas. (Naylor, 1992)

Na **Figura 1**, o diagrama ternário Ni-Cr-Mo e a localização das ligas Suprem Cast-SB e Suprem Cast-V utilizadas como infra-estrutura metálica nas próteses dentárias.

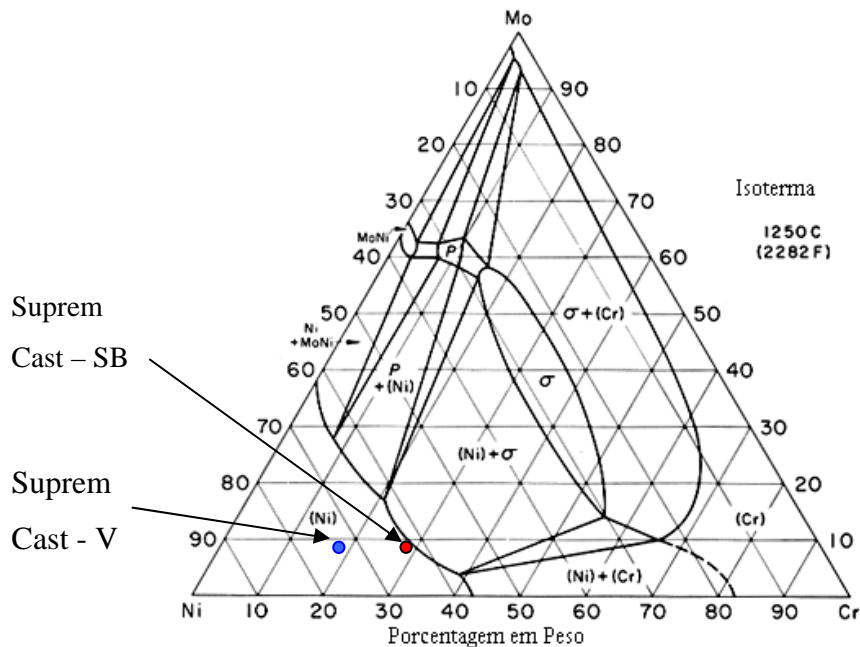


Figura 1 - Diagrama ternário Ni-Cr-Mo e localização das ligas metalocerâmicas CAST-SB (vermelho) e CAST-V (azul), na temperatura ambiente. (Metal Handbook, 1978)

A qualidade inferior dos metais não-nobres, quando comparados com as ligas a base de ouro, obriga a modificações qualitativas e quantitativas na sua composição química, igual ao que

nos procedimentos de fabricação e fundição e nas técnicas de laboratório, para poder atingir o objetivo de eventual substituição dos materiais nobres nas próteses dentárias. (Novaes et al., 2004)

Para Naylor (1992) existem pelo menos seis características que diferenciam uma liga metalocerâmica das ligas para pontes parcialmente removíveis.

- A liga metalocerâmica deve ser capaz de produzir uma camada de óxido ideal para permitir a união com a porcelana dentária.
- Deve ter um coeficiente de expansão térmica ligeiramente maior ao da porcelana dentária, para manter a união metal/cerâmica. Muitas das fraturas apresentam-se por incompatibilidades nos coeficientes de expansão térmica do metal e da porcelana.
- A faixa de fusão da liga deve ser maior o suficiente para que a porcelana possa atingir a sua temperatura de queima sem que o material de base funda.
- A liga deve suportar os esforços térmicos, presentes no instante em que a cerâmica atinge a temperatura de queima e no resfriamento da prótese, sem sofrer distorções ou deformações.
- Os primeiros quatro requisitos devem ser compatíveis e balanceados dependendo das necessidades técnicas do projeto. Sendo muito importante o equilíbrio entre a fusão, fluidez, acabamento resistência mecânica e propriedades térmicas.
- A liga fundida deve ser biocompatível. A segurança do técnico, do dentista e do paciente não deve ser posta em risco, especialmente se outras alternativas podem ser avaliadas.

2.1.1.3 Elementos constituintes das ligas metalocerâmicas

A ampla biossegurança das ligas de ouro e das ligas de titânio vê-se afetada na hora da eleição da infra-estrutura metálica devido ao alto custo do material e aos equipamentos especiais de manipulação e processamento respectivamente. No entanto, vários estudos reportam que algumas propriedades das liga Ni-Cr as tornam adequadas à união metal/cerâmica quando comparadas com as ligas à base de ouro. Não obstante têm sido alvo de investigações devido às reações biológicas adversas, especialmente a sensibilidade. (Bezzon et al.,2001)

- ***Níquel,***

É o elemento base das ligas metalocerâmicas por ter um coeficiente de expansão térmica ser próximo ao do ouro e provê resistência à corrosão. Infelizmente o níquel é um conhecido elemento sensibilizante. (Naylor, 1992)

➤ **Cromo**

É um agente de endurecimento por solução sólida que contribui na resistência à corrosão pela sua passivação natural nas ligas a base de níquel e cobalto. (Naylor, 1992; Eftekhari, 2003)

➤ **Molibdênio**

Melhora a resistência à corrosão localizada como *pitting* e corrosão por frestas, influencia na produção de óxidos, promove a formação de eutético com o níquel e é muito útil no ajuste do coeficiente de expansão térmica nas ligas Ni-Cr. (Naylor, 1992; Eftekhari, 2003; Bezzon et al., 2001)

➤ **Berílio**

Assim como o alumínio, o berílio diminui a faixa de temperaturas de fusão das ligas a base de níquel, melhora a fluidez da liga e o brilho, auxilia no endurecimento da liga, no refino do grão e ajuda no controle de formação de óxidos. Questiona-se o risco potencial à saúde dos técnicos e dos pacientes em contato com as ligas que contenham berílio. As ligas metalocerâmicas contêm uma porcentagem de berílio entre 0,5 e 2% W. (Naylor, 1992; Eftekhari, 2003)

2.1.2 Biomateriais Cerâmicos

Há pouco tempo atrás, o seu uso era limitado, devido a sua fragilidade, susceptibilidade a entalhes e micro-trincas, baixa resistência à tração e baixa resistência ao impacto. No entanto, nos últimos 30 anos, técnicas inovadoras de fabricação têm produzido materiais de alta tecnologia, também chamados de alto desempenho. Só em anos recentes, as cerâmicas e os seus compostos têm sido utilizados como suplementos ou reposições de partes do corpo humano, especialmente no tecido ósseo, denominando-se esta classificação como biocerâmicas. (Park et al., 2003)

Cerâmicos, vidros e vitro-cerâmicos incluem uma ampla faixa de compostos inorgânicos/não-metálicos. Vidros porosos insolúveis têm sido utilizados como contêineres de enzimas, anticorpos e antígenos, oferecendo as vantagens de resistência ao ataque microbial,

mudanças de pH, temperatura e solventes, requeridas para um rápido fluido. Também são amplamente usados no campo da odontologia e materiais de restauração. (Ratner et al., 1996)

Por serem relativamente inertes aos fluidos corporais, altamente resistentes à compressão e esteticamente agradáveis, são amplamente usados no campo da odontologia como coroas cerâmicas.

Os cerâmicos são compostos refratários e policristalinos, usualmente inorgânicos, onde se incluem, silicatos, óxidos metálicos, carbetos, hidratos e sulfetos. A diferença de metais e polímeros, os materiais cerâmicos são muito difíceis de conformar plasticamente devido a seu caráter atômico direcional e a sua pouca quantidade de sistemas de deslizamento. Este tipo de união atômica faz com que os cerâmicos sejam materiais pouco dúcteis, com deformação quase zero a temperatura ambiente, altas temperaturas de fusão e baixa condutividade elétrica e térmica.

Para Park et al. (2004) por conseqüência são muito susceptíveis a entalhes e microtrincas. Na ponta destas o valor dos esforços pode ser muitas vezes maior do que no material ao redor dela, resultando em uma concentração de esforços que enfraquece o material consideravelmente. Isto faz com que seja muito difícil prever o limite de tensão do material. Esta é a razão pela qual as cerâmicas têm uma resistência maior quando submetidas a esforços compressivos do que em esforços de tensão. A ausência de sistemas de escorregamento faz com que as cerâmicas sejam muito resistentes, inclusive em tensão, tanto que uma fibra cerâmica pode ter o dobro do limite de tensão de um aço de alta resistência (~7Gpa).

As propriedades desejadas nos materiais biocerâmicos são:

- Não tóxicos;
- Não carcinogênicos;
- Não alergênicos;
- Não inflamatórios;
- Biocompatíveis;
- Biofuncionais durante o tempo de permanência no corpo;
- Aparência natural e estética, como requerido no uso odontológico.

2.1.2.1 Biomateriais cerâmicos odontológicos

A cerâmica dentária é o material sintético que mais se aproxima da aparência natural do dente. Disponível numa ampla faixa de sombras e translucências, para obter naturalidade da restauração dental. Entretanto, a fragilidade característica nos materiais cerâmicos entra como fator de limitação, também como o desgaste no dente antagonista quando a superfície da cerâmica apresenta rugosidades.

Uma evolução irreversível nas técnicas de restauração dental vem sendo estabelecida pelo uso de materiais cerâmicos e compósitos. Esses novos materiais apresentam vantagens relativas, devidas ao ótimo desempenho das suas propriedades funcionais. Principalmente, estética, biocompatibilidade, resistência química e redução do peso das próteses. A questão da biocompatibilidade é essencial para prevenir reações adversas nos pacientes. As cerâmicas odontológicas utilizadas atualmente têm temperaturas de queima relativamente baixas, usualmente um pouco maiores do que 900°C e são resistentes à dissolução na boca. (Nóbrega et al. 2005, Ironside et al., 1998). Embora a grande vantagem das restaurações cerâmicas seja sua estética, apresentam também radiopacidade, condutibilidade térmica e coeficiente de expansão térmica semelhante ao dos dentes, estabilidade de cor superior a das resinas compostas, resistência à compressão e alta resistência à abrasão.

Para Nóbrega et al. (2005), desde a introdução do sistema de cerâmica fundida sobre metal, no início da década de sessenta, a demanda pela cerâmica como material de restauração dental vem crescendo. Estimativas de 1990 indicam que 70% das coroas dentais restaurativas, colocadas por dentistas, têm cerâmica como um dos seus componentes. Esta popularidade pode ser resultado da excelente qualidade estética obtida pela cerâmica.

Para Nóbrega et al. (2005), as cerâmicas dentais podem ser classificadas assim:

- Pelo tipo: Cerâmica feldspática, cerâmica reforçada com leucita, cerâmica aluminosa, de alumina, de alumina infiltrada com fase vítrea, de espinélio infiltrado com vidro e vitro-cerâmicas;
- Pelo uso: Em dentaduras, restaurações metalocerâmica, blocos, coroas e pontes;
- Pelo método de processamento: Sinterização, consolidação por fluxo viscoso e usinagem;
- Pelo material do núcleo: Metal fundido, metal forjado, vitro-cerâmica, cerâmica aluminosa, de alumina e a cerâmica para o sistema CAD-CAM.

O sucesso na construção dos dentes com cerâmicas, além das características estéticas, está relacionado com a alta resistência à degradação química deste material, no agressivo meio bucal. Resultando em próteses duráveis, biocompatíveis e resistentes ao ataque microbiano e variações de pH. (Nóbrega et al., 2005)

As cerâmicas dentárias de fato são vidros, não-cristalinos e por convenção ou conveniência são simplesmente chamadas como cerâmicas. Uma vez que seu principal componente é o feldspato, são chamadas de cerâmicas feldspáticas ou dentárias. (Naylor1992)

Com o objetivo principal de obter uma cor similar à do dente natural e uma opacidade que possa cobrir a infra-estrutura metálica; são adicionados vários óxidos metálicos aos pós-cerâmicos. Compostos químicos, chamados modificadores, são misturados às cerâmicas para obter propriedades físicas específicas.

Para Naylor (1992), as cerâmicas não variam somente na composição química, mas também no seu uso. Adicionalmente, nem todas as cerâmicas feldspáticas são projetadas para união metal/cerâmica. O que todas as cerâmicas dentárias têm em comum e o que as diferenciam das cerâmicas tradicionais, é a sua dependência no feldspato. É ele quem forma a matriz vítrea, a qual adicionada aos outros componentes, cria vários tipos de cerâmicas para diferentes aplicações. Estas diferenças na composição produzem diferentes propriedades e determinam como as cerâmicas feldspáticas são classificadas, segundo se observa na **Tabela 2**.

Tabela 2 - Classificação das cerâmicas dentárias. (Naylor 1992)

Classificação	Temperatura de Queima (°C)
Alta-fusão	1.288 -1.371
Média-fusão	1.093 -1.260
Baixa-fusão	871 -1.066

Cada um dos três tipos de cerâmicas tem as suas propriedades únicas, mas as de alta e média-fusão são similares em composição e microestrutura. Em termos de uso as dentaduras postiças são elaboradas com cerâmicas de alta-fusão, enquanto que as cerâmicas de média-fusão são usualmente utilizadas na fabricação de pontes pre-fabricadas. As cerâmicas de baixa-fusão são especificamente formuladas para união de metal/cerâmica na produção de próteses dentárias.

Conseqüentemente, estas diferem muito, em termos de composição e propriedades físicas, das de alta e média-fusão. (Naylor 1992)

2.1.2.2 Composição das cerâmicas dentárias

A qualidade de qualquer cerâmica dentária depende da seleção dos seus componentes, a correta proporção de cada um deles e do controle do processo de cocção. Só os compostos mais puros são utilizados na sua fabricação, devido aos exigentes requisitos de cor, tenacidade, insolubilidade e translucidez, assim como as características desejáveis de resistência mecânica e expansão térmica. (Cadafalch, 2003)

Os principais componentes das cerâmicas dentárias incluem minerais cristalinos, como feldspato, quartzo, alumina e talvez caulim em uma matriz vítrea. A proporção exata de cada um destes componentes varia com o tipo de cerâmica (alta, média ou baixa-fusão) e da marca comercial fabricante, mas em geral os limites de composição são conhecidos. (Naylor 1992)

➤ Feldspato

O Feldspato ($K_2O-Al_2O_3-6SiO_2$ e $Na_2O-Al_2O_3-6SiO_2$) é o constituinte primário responsável da matriz vítrea. Não se encontra puro em estado natural, mas é a mistura de duas substâncias: aluminossilicato potássico ($K_2O-Al_2O_3-6SiO_2$, também chamado ortoclásio ou feldspato potássico) e o alumino silicato sódico ($Na_2O-Al_2O_3-6SiO_2$, também conhecido como albita ou feldspato sódico) a quantidade de cada um deles difere de um lote para outro de material. (Naylor 1992)

É o mineral que mais comumente aparece na formação de rochas, e constitui de 50-60% da crosta terrestre. No seu estado mineral o feldspato é cristalino e opaco, apresenta uma cor indefinida entre cinza e rosa. A sua estrutura pertence ao marco dos silicatos, os quais derivam do SiO_2 , nele os íons Si^{4+} são trocados por íons Al^{3+} e a valência é equilibrada por íons Na^+ , K^+ ou Ca^+ . Funde a $1300^\circ C$ entra em fase vítrea e a menos que seja sobreaquecido mantém a sua forma sem se arredondar, propriedade muito conveniente quando utilizado nas próteses metal-cerâmica. Os principais contaminantes são o ferro e a mica, deles o mais importante a ser eliminado é o ferro já que os óxidos metálicos são fortes agentes pigmentadores das cerâmicas. (Cadafalch, 2003)

Para Tsetsekou et al. (2002), à temperatura ambiente, a estrutura do feldspato consiste em leucita tetragonal, uma fase de aluminossilicato potássico, embebida em uma matriz vítrea feldspática. Estas cerâmicas diferem em composição e estrutura das cerâmicas tradicionais tri-axiais que contêm mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}2\text{SiO}_2$) no lugar da leucita ($\text{K}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-}4\text{SiO}_2$).

➤ **Sílica**

A sílica é outro dos componentes importantes das cerâmicas dentárias onde são utilizados cristais puros de quartzo (SiO_2), coisa que não acontece em outros tipos de cerâmicas. Deve ser finamente moído e permanece inalterado nas temperaturas de queima da cerâmica, conferindo estabilidade à massa durante o aquecimento atuando como suporte dos componentes. (Cadafalch, 2003)

➤ **Caulim**

O caulim ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-}2\text{H}_2\text{O}$) é o elemento que oferece opacidade à cerâmica, quando molhado apresenta textura de uma massa, proporcionando à cerâmica características de maleabilidade necessárias para o modelamento da peça. Na natureza, produz-se pela ação de fatores meteorológicos no feldspato, onde as águas ácidas eliminam o silicato e o potássio solúvel. Neste processo o resíduo fica depositado nas margens e fundo dos depósitos de água, só o caulim mais puro é utilizado nestas cerâmicas. (Cadafalch, 2003)

➤ **Pigmentos**

Os pigmentos oferecem à cerâmica as características finais de cor e são conhecidos pelo nome de fritas, são adicionados em pequenas quantidades unicamente para obter uma coloração similar ao dente natural. Alguns dos óxidos utilizados são o óxido de titânio que oferece os tons amarelo-marrom, de urânio para a coloração amarelo-laranja, de ferro e níquel para o marrom, de cobalto para o azul e de cobre e cromo para o verde. Antigamente era utilizado o óxido de urânio para dar o efeito de translucidez, mas pela radiação foi substituído por terras lantânidas, a opacidade é fornecida pelo óxido de estanho. (Cadafalch, 2003)

O coeficiente de expansão térmica, a resistência à flexão, o módulo de elasticidade e a microdureza são algumas das propriedades afetadas pela microestrutura e os processos térmicos nestes materiais. (Tsetsekou et al., 2002)

2.1.2.3 Microestrutura das cerâmicas dentárias

A cerâmica dentária é um material composto de fases heterogêneas. Apresenta uma fase cristalina e outra fase vítrea ao seu redor. O feldspato, quando misturado com vários outros óxidos metálicos e queimado na alta temperatura, pode dar origem a uma fase cristalina chamada leucita, juntamente com uma outra fase vítrea vítrea, denominada fase eutética. Esta fase promove a coalescência das partículas do pó cerâmico quando sinterizadas no estado sólido. Isto é, a fase líquida envolve as partículas remanescentes, formando um sólido denso através de um processo que é chamado de sinterização por fase líquida. (Nóbrega et al., 2005)

Para Nóbrega et al. (2005), ao iniciar o resfriamento das cerâmicas feldspáticas, ocorrem trocas iônicas entre os átomos dos diferentes elementos colocados em contato. Essas trocas vão ocasionar um rearranjo eletrônico, buscando a eletro-neutralidade do material até atingir seu nível de energia interna mínimo, ou, energia de equilíbrio. A partir do núcleo formado, este novo arranjo promove o crescimento dos grãos do mineral cristalino chamado leucita ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$), originando a fase cristalina, a qual pode ser identificada no diagrama ternário da **Figura 2**.

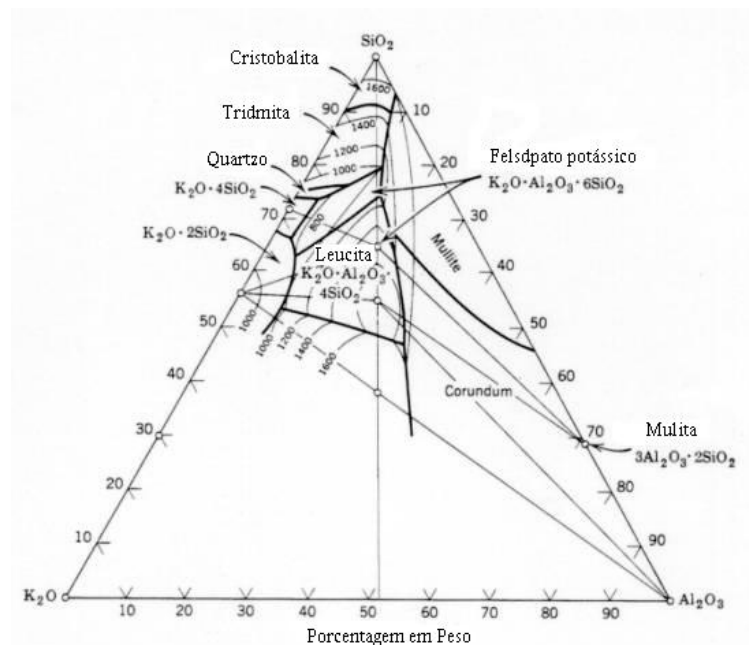


Figura 2 - Diagrama de equilíbrio ternário $SiO_2-Al_2O_3-K_2O$ (Nóbrega et al., 2005).

Muito tem sido escrito sobre o bom desempenho das propriedades das cerâmicas. Entretanto, existem dois problemas noticiados sobre seu comportamento no meio bucal. A sua

fragilidade, ocasionando fraturas catastróficas, e o potencial abrasivo (rugosidade) de sua superfície, que acarreta o desgaste do dente antagonista. A fratura é geralmente atribuída à rápida propagação de trincas, através do volume de material cerâmico, geralmente começando num defeito ou falha do material. O aumento da tenacidade à fratura é objetivo das técnicas recentemente desenvolvidas, que empregam cerâmicas contendo dispersão de partículas de óxidos reforçadores como Al_2O_3 , ZrO_2 e MgO , ou mesmo cerâmicas a base desses óxidos.

2.2 Processos de União

Muitos dos produtos usados na sociedade moderna são conformados por dois ou mais componentes individuais. Grande parte deste trabalho requer uniões permanentes das partes para produzir elementos estruturalmente resistentes (Schwartz, 1987). Nas aplicações de engenharia podem ser utilizados materiais metálicos, cerâmicos, poliméricos ou madeira, sendo necessário em muitos casos a utilização de componentes formados pela união de vários destes materiais. Para que estas uniões cumpram os requisitos básicos de resistência devem ser geradas por processos de união que promovam a formação de ligações químicas físicas e/ou mecânicas. (Nascimento, 2001)

Os processos de união que resultam na formação de ligações químicas e físicas, tem como força motora o princípio termodinâmico da minimização da energia do sistema. Através da redução da energia superficial dos componentes, onde duas superfícies são eliminadas para formar uma só. No caso de materiais quimicamente diferentes forma-se então um gradiente de potencial químico na interface entre os dois materiais. (MORI, 2003)

Diversos tipos de uniões são requeridos nos processos de fabricação de ferramentas de usinagem, indústria eletrônica, automobilística, biomédica e de construção, envolvendo inclusive junções entre materiais de naturezas diferentes como representado na **Figura 3**.

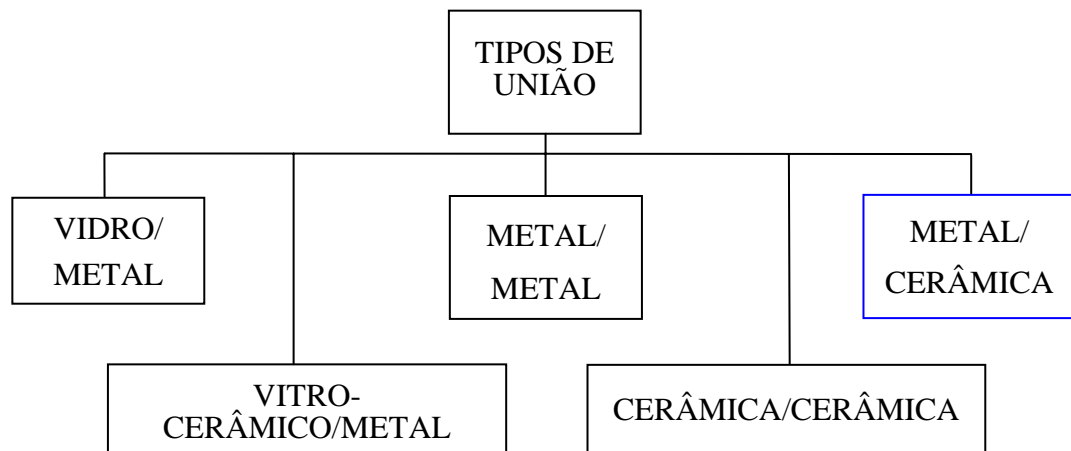


Figura 3 - Tipos de uniões (Nascimento 1997)

A união Vidro/Metal iniciou-se no ano 1800 com a lâmpada incandescente, onde o bulbo de vidro era unido a um metal formando um contato elétrico. Este tipo de união teve um grande desenvolvimento nos anos 50 e 70 sendo amplamente utilizado na indústria eletrônica, médica e bélica. (Nascimento ,1997)

A união Vitro-Cerâmico/Metal permite uma junta com maior confiabilidade do que a união Vidro/Metal já que apresentam uma maior resistência, tenacidade e compatibilidade dos coeficientes de expansão térmica dos dois materiais. A união Metal/Metal resume-se nos processos de soldagem, os quais são amplamente difundidos na fabricação e manutenção industrial. Dois métodos extensivamente empregados na união cerâmica/cerâmica são aqueles por fricção e por ultra-som, podendo também ser realizada por ligação química nas fases sólida (difusão, ou reação química através da interface), ou líquida (Machado, 1996). A principal utilização destas uniões é basicamente a fabricação de montagens com geometria complexas a partir de elementos de geometrias simples ou na recuperação de cerâmicos que sofreram falha em serviço. (Nascimento ,1997).

A união metal/cerâmica oferece vantagens que fazem com que seja amplamente aplicada; características como: alta resistência mecânica, temperatura de serviço da junta produzida, simplicidade e disponibilidade de equipamentos, excelente condutividade térmica e elétrica, custo reduzido, além de manter intactas as propriedades do metal e da cerâmica (Schwartz, 1987). Permitindo obter um componente híbrido com o melhor de cada material, podendo ser

usado como revestimento cerâmico em substrato metálico e uniões metal/cerâmica. Este tipo de compósitos geralmente vem reforçados com whiskers, particulados ou fibras cerâmicas em uma matriz metálica ou cerâmica, cuja produção pode ser feita por metalurgia do pó ou processos de infiltração; apresentando excelentes características mecânicas; mas devido ao fato de terem dimensões nanométricas, são absorvidos facilmente pelo organismo, alojando-se nas vias respiratórias e provocando serias lesões por sua difícil eliminação. (Nascimento, 1997)

2.2.1 Uniões Metalocerâmicas

Durante muitos anos as próteses metaloplásticas foram utilizadas com sucesso na resolução protética dos mais diversos casos. Porém, com a introdução da técnica metalocerâmica na década de 50 a utilização das próteses metaloplásticas caiu em desuso devido entre outros fatores, à característica de união entre o metal e as resinas que era apenas do tipo mecânico. (Novaes et al, 2004)

O maior problema com a união mecânica é a ocorrência de microinfiltração na interface resina/metálico, o que ocasiona a entrada de fluídos orais, retenção de bactérias e microorganismos com subsequente descoloração, mau odor e deterioração da porção estética da prótese. (Scolaro et al., 2002)

Uma das aplicações tecnológicas em que existe a necessidade de compatibilidade entre um material cerâmico e um material metálico é na confecção de restaurações odontológicas do tipo metalocerâmica. Neste caso, uma cerâmica é fundida sobre um substrato metálico para obtenção da prótese dentária. O requisito fundamental para o sucesso da união metal/cerâmica é a adequação dos coeficientes de expansão térmica dos dois materiais, devendo ficar muito próximo um do outro, de modo a se obter um estado compressivo de tensões adequado na camada cerâmica, incrementando a sua resistência mecânica, como se ilustra na **Figura 4**.(Nascimento, 2001)

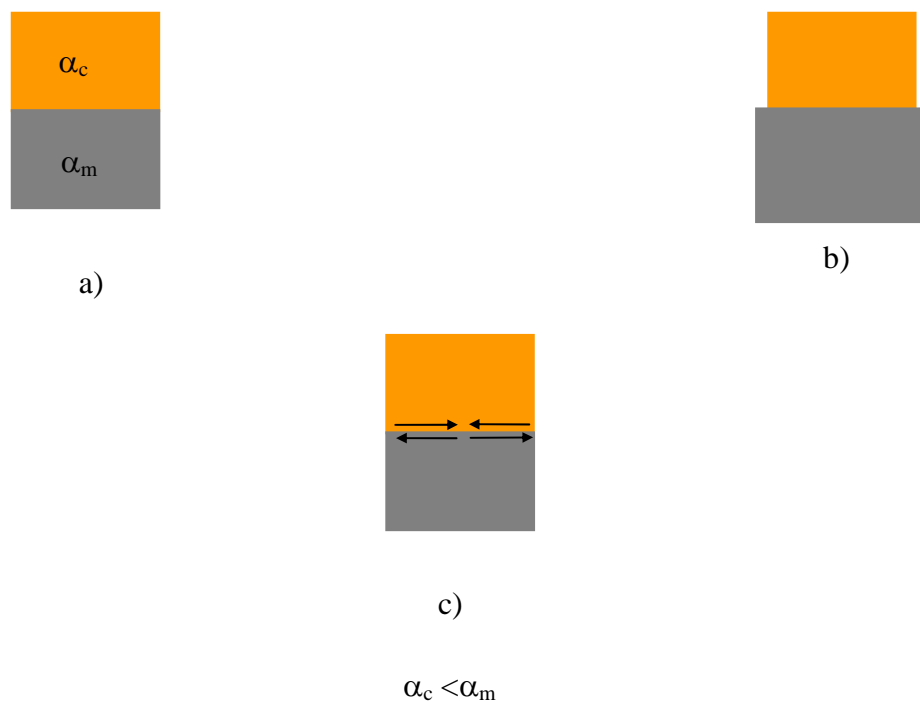


Figura 4 - Estado de tensões na união metal/cerâmica. a) Temp. Ambiente, b) Temp. de brasagem, c) Temp. após brasagem (Nascimento, 2001).

As próteses metalocerâmicas vêm sendo massivamente empregadas há três décadas. Atualmente, estão sendo utilizados muitos recursos para obter uniões mais precisas, devido à introdução de novos materiais, técnicas mais apuradas, e especialmente a uma aproximação mais científica dos processos de fabricação. (Novaes et al, 2004; Tsetsekou et al, 2002)

A cerâmica usada como material de restauração odontológica apresenta excelente estética e a sua biocompatibilidade é maior do que o metal no meio bucal. A técnica metalocerâmica ou cerâmica fundida sobre metal, como também é conhecida, é o método mais largamente utilizado para compensar a natureza extremamente frágil do material cerâmico. O sucesso dos conjuntos metalocerâmicos depende do controle e da compreensão dos mecanismos envolvidos nesta união e na possibilidade de adequação das propriedades de cada um dos materiais, de forma a se obter a estabilidade do conjunto.

É fundamental que a expansão térmica da liga metálica seja compatível à da cerâmica, pois, caso contrário, na etapa de resfriamento do conjunto metalocerâmico, após a fusão da cerâmica sobre o metal, irá desenvolver um estado de tensões residuais na interface

metal/cerâmica que poderá levar ao trincamento do material cerâmico. Em geral, objetiva-se uma liga metálica com coeficiente de expansão térmica ligeiramente superior ao do material cerâmico, visando ter nele, após o resfriamento do conjunto um estado de tensões de compressão, aumentando assim a resistência da união. A qual é por si só, extremamente importante, pois toda a restauração estará comprometida se a união falhar mecanicamente. (Naylor, 1992)

Na **Figura 5** representa-se esquematicamente as curvas características da expansão térmica das ligas Ni-Cr e cerâmicas comerciais disponíveis para próteses dentárias. A expansão térmica da liga metálica é praticamente linear no intervalo de temperatura de processo, já que estas ligas são austeníticas desde a temperatura de solidificação até a temperatura ambiente, não apresentando transformação de fases. A curva da cerâmica odontológica é característica do estado vítreo, apresentando ponto de transição e de amolecimento. (Rollo et al., 1999)

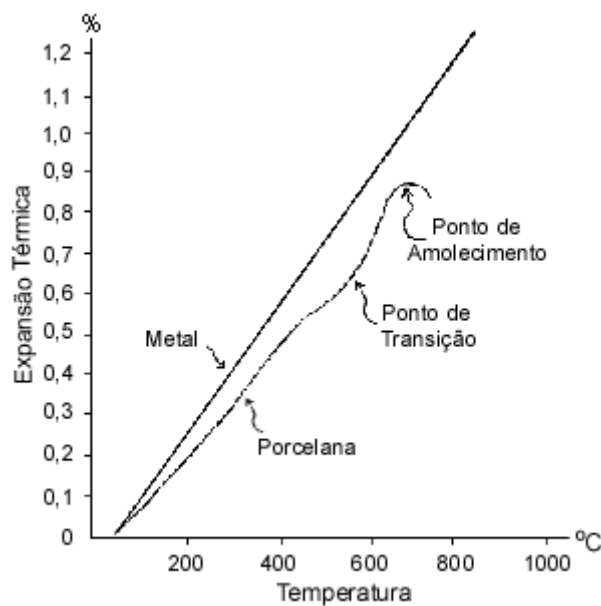


Figura 5 - Curvas esquemáticas de expansão térmica das ligas metálicas e as cerâmicas dentárias (Rollo et al., 1999).

Tendo em consideração a baixa expansão térmica da fase vítrea, em contraste com a leucita, o coeficiente de expansão térmica da cerâmica pode ser ajustado pela quantidade desta, presente na sua microestrutura. Portanto, o papel da leucita na expansão da cerâmica dentária é o resultado da combinação de seu alto coeficiente de expansão térmica e sua mudança de volume. Segundo a literatura tem sido relatado também, que com um incremento da leucita de 10% a

30%, dobra-se a resistência à flexão da cerâmica, incrementando-se de 34.1 a 68.8 MPa. (Tsetsekou et al., 2002)

2.2.2 Brasagem

A brasagem é um dos processos de união mais antigos. Estima-se que há 2800 anos ou mais, a brasagem foi inicialmente utilizada na fabricação de peças ornamentais de ouro.

Denomina-se brasagem, o grupo de processos que realizam a união de materiais através da fusão de um metal de adição, cuja linha líquidus é superior a 450°C, mas inferior às linhas sólidas dos materiais base, os quais permanecem no estado sólido. (Welding Handbook V.3, 1980)

Para entender este método de união, é necessário compreender como solidificam os metais e as suas ligas; um metal puro funde (e solidifica) numa temperatura específica. Entretanto, a fusão (e solidificação) completa de uma liga geralmente ocorre num intervalo de temperatura, no qual coexistem as fases sólida e líquida. (Welding Handbook V.2, 1980)

Para Machado (1996) este intervalo de temperatura é muito importante, porque dele depende o desenho da união, em especial a distância entre as faces da junta. Para distâncias pequenas, o metal de adição deve fundir em um intervalo estreito de solidificação, sendo geralmente o inverso para distâncias grandes.

Segundo SCHWARTZ (1987), para que a brasagem seja satisfatória, devem-se aplicar três princípios básicos:

- As partes devem ser unidas sem que os materiais de base atinjam a temperatura sólida;
- A liga de adição deve ter uma temperatura líquidus superior a 450°C;
- A liga de adição deve ter molhabilidade suficiente para se espalhar pela superfície do material de base a ser unida, por meio de forças capilares.

2.2.2.1 Brasagem a vácuo

O desenvolvimento de novas técnicas de brasagem, como brasagem em vácuo, têm tomado muita força no campo da união de materiais. Esta técnica foi inicialmente utilizada, possivelmente por acidente, já que as primeiras tentativas foram para montagem de válvulas eletrônicas, que têm vácuo no interior. (Schwartz, 1987)

Por meio da brasagem em alto vácuo, em uma atmosfera livre de gases oxidantes, pode-se obter um produto superior, com alta resistência, ductilidade e homogeneidade, podendo ser mais econômico que outras técnicas de brasagem. (Nascimento, 2001)

2.2.2.2 Molhabilidade

A molhabilidade de um sólido por um líquido está relacionada com a reatividade superficial entre os componentes e depende das magnitudes das suas tensões superficiais. Quando a energia de atração entre o sólido e o líquido é proveniente de forças de origem física reversíveis, como as forças de van der Waals a molhabilidade é denominada como física. A molhabilidade química é caracterizada pela reação entre as duas superfícies, sólido e líquido, e as ligações entre elas são de caráter forte. Graças a estas forças existe uma grande diferença entre os dois tipos, sendo que a molhabilidade física uma magnitude de 1 a 10 J/mol, e a química de 10 a 100 J/mol. (Nascimento, 2001)

Por convenção, quando se fala de molhabilidade o termo superfície é aplicado para a interação entre uma fase condensada, como líquido ou sólido, e uma fase gasosa, já o termo interface, se aplica para sistemas de fases condensadas, como sólido-sólido, sólido-líquido, e líquido-líquido. (Mori, 2003)

As moléculas e os átomos localizados na superfície e nas interfaces do material têm uma energia e reatividade significativamente maior do que aqueles localizados no centro. A energia armazenada na interface é denominada, energia interfacial ou superficial (J/m^2). (Mori, 2003)

2.2.3 União Metal/Cerâmica

Em muitos casos as cerâmicas não são molhadas pelos metais em estado líquido, isto em função, da relativamente alta estabilidade das superfícies cerâmicas: a interface cerâmica/vapor é muito mais estável do que a interface cerâmica/líquido. Conseqüentemente, nas uniões metal/cerâmica o material de aporte deve ser modificado quimicamente para promover a molhabilidade ou afinidade físico-química entre os dois materiais.

Adicionando elementos quimicamente ativos na fase líquida, melhora-se a molhabilidade dos metais no substrato cerâmico por duas razões:

- A energia de formação para a interface metal/cerâmica é reduzida pela contribuição negativa da energia livre de Gibbs da reação entre o substrato cerâmico e o metal ativo.
- Se o produto da reação tem as propriedades certas, isto é, se as suas propriedades eletrônicas são tais que a reação de interface metal/produto é energeticamente favorável, será molhado pelo material de adição líquido. (Arróyave et al., 2003)

Na odontologia as ligas metálicas são muito utilizadas no campo das próteses dentárias. Os estudos preliminares das possíveis aplicações odontológicas encontram-se em uma área ativa de pesquisa dentro da eletroquímica, e como problema mais importante neste contexto temos a corrosão das ligas, por ação da saliva do meio. Geralmente, a resistência à corrosão e a biocompatibilidade de qualquer liga no ambiente oral, são de particular importância devido à possibilidade de formação de produtos de corrosão tóxicos, alergênicos e incluso carcinogênicos.

As ligas mais interessantes para aplicações dentárias são as baseadas no níquel, como as ligas Ni-Cr-Mo. O Cromo, como elemento de liga, é usado para formar uma camada passiva na superfície do metal para protegê-lo da corrosão. O Molibdênio é adicionado para melhorar a resistência à corrosão localizada, como *pitting* e corrosão por frestas (*crevice corrosion*). (Naylor, 1992)

Um elemento frequentemente utilizado neste tipo de ligas é o Berílio, o qual diminui o ponto de fusão da liga, promovendo uma maior fluidez do metal líquido. Isto facilita a formação de óxidos, os quais lideram uma melhoria na adesão das cerâmicas dentárias. Além disso, pequenas quantidades de berílio favorecem o refino de grão e aumentam a dureza. No entanto, a adição de berílio nas ligas dentárias é questionável, devido a razões toxicológicas. (Eftekhari, 2003)

2.2.3.1 Mecanismos de junção metal/cerâmica

Para Naylor (1992), pelo menos quatro teorias têm sido propostas para explicar o processo que lidera a união metal/cerâmica:

➤ Forças de van der Waals

A atração entre átomos que estão em contato íntimo, porém, sem troca de elétrons é chamado de forças de van der Waals. Estas forças secundárias são geradas mais pela atração

física entre as partículas carregadas do que por uma troca ou compartilhamento de elétrons, como acontece nas ligações químicas primárias, covalente e iônica, sendo geralmente fracas, já que todas as cargas positivas e negativas presentes nestes átomos são satisfeitas em uma simples molécula. (Richerson, 1992)

O acabamento superficial tem muito a ver com a resistência final da união, desde o ponto de vista de forças de van der Waals, já que se a superfície estiver limpa e livre de agentes contaminantes, maiores serão as chances de promover este tipo de ligação. Isto pode ser obtido pelo jateamento com alumina em pó, que além de eliminar sujeira, maximiza a superfície de contato, facilitando a união metal/cerâmica por forças desta natureza. No entanto, inclusive sob ótimas condições, as forças de van der Waals são sem dúvida os menores contribuintes em todo o processo de união. (Naylor, 1992)

➤ *Retenção mecânica*

Segundo Naylor (1992), a área de contato de uma liga metalocerâmica com a cerâmica dentária deve ter inúmeras irregularidades microscópicas, para que esta possa fluir dentro delas, garantindo uma maior área de contato entre os dois elementos provendo retenção micro-mecânica. Estas irregularidades são produzidas por jateamento com óxido de alumínio, que além de eliminar irregularidades superficiais (concentração de tensões), remove também contaminantes presentes. A retenção mecânica da cerâmica ao metal, é muito similar ao processo pelo qual a tinta se adere à madeira, no qual, depois de terminada e limpa a madeira, uma capa fina de tinta é aplicada para selar a superfície e assim poder iniciar o processo de pintura final. Neste caso, a tinta primária tem a mesma função do opaco, que preenche as irregularidades superficiais no metal, iniciando o processo de união metal/cerâmica, e serve como fundo para o desenvolvimento da cor final, diminuindo a absorção e reflexos de luz pelo metal.

Apesar de ser um fenômeno presente na união, a contribuição da retenção mecânica pode ser relativamente limitada. Já que cerâmicas dentárias não precisam de uma área rugosa para aderir-se ao metal. De fato, as cerâmicas dentárias aderir-se-ão a superfícies polidas, mas alguma rugosidade no metal é muito efetiva para incrementar a força de união. No entanto, observa-se que a retenção mecânica por si só, não é suficiente para explicar completamente como a cerâmica se adere à infra-estrutura metálica. (Naylor, 1992)

➤ *Forças de compressão*

As cerâmicas em geral, são muito mais resistentes quando submetidas a esforços de compressão do que esforços de tensão, portanto, se o coeficiente de expansão térmica do substrato metálico for maior do que o da cerâmica depositada nele, esta será submetida a esforços de compressão durante o resfriamento.

Existem dois tipos de construções metal-cerâmica nas próteses dentárias, as que recobrem completamente a infra-estrutura metálica e as que são parcialmente recobertas pela cerâmica. Nas primeiras, a teoria da união por compressão, é muito mais marcada do que nas segundas, segundo se mostra na **Figura 6** e **Figura 7**, respectivamente. No resfriamento das próteses completamente revestidas, o metal contrai mais rapidamente do que a cerâmica, a qual oferece uma resistência à contração graças a seu menor coeficiente de expansão térmica. Esta diferença nas taxas de contração, cria esforços de tensão na infra-estrutura metálica, e corresponde aos esforços de compressão na cerâmica. (Naylor, 1992)

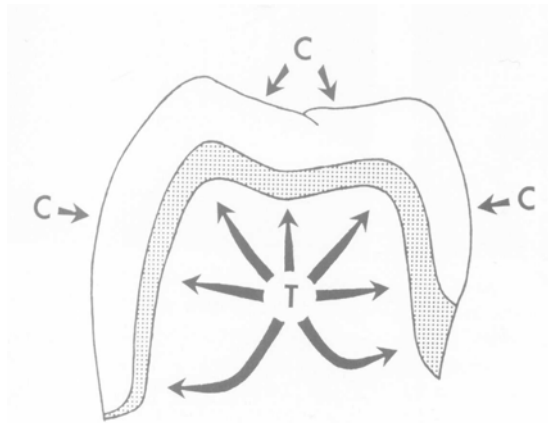


Figura 6 - Desenho das tensões no sistema metal/cerâmica completamente revestido. (T) infra-estrutura metálica em tensão, (C) cerâmica em compressão. (Naylor 1992)

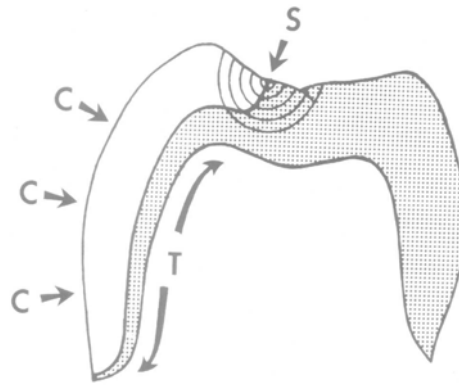


Figura 7 - Desenho do comportamento dos esforços em próteses parcialmente revestidas, (S) Stress, (C) Compressão, (T) Tensão. (Naylor 1992)

As próteses parcialmente revestidas podem não ter uma área de união metal/cerâmica o suficientemente alta como para exercer forças significativas de união por compressão, tal e como acontece nas próteses completamente revestidas. Apesar disso, são desenhos muitos bem sucedidos, especialmente para restaurações posteriores. Razão pela qual, não se pode afirmar que o efeito envolvente seja o tipo de fenômeno predominante na união. (Naylor, 1992)

➤ *União química direta*

Muitos especialistas estão de acordo em que o mecanismo mais significativo para a junção metal/cerâmica é a ligação química entre a cerâmica dentária e os óxidos da superfície metálica da infra-estrutura.

Uma das hipóteses é que a capa de óxido está unida firmemente no metal em uma face, enquanto a outra face é unida à cerâmica, formando um sanduíche entre a infra-estrutura e a cerâmica dentária. Esta teoria não é desejada, porque se a capa de óxido for muito espessa pode debilitar a união da cerâmica com o metal. A segunda, e mais provável das hipóteses, sugere que a capa de óxido dissolve, ou é dissolvida pela capa de opaco. A cerâmica então fica em contato atômico com a superfície do metal, graças a uma molhabilidade melhorada e uma ligação química direta, já que o metal e a cerâmica trocam elétrons. Como observado na **Figura 8** (Naylor, 1992)

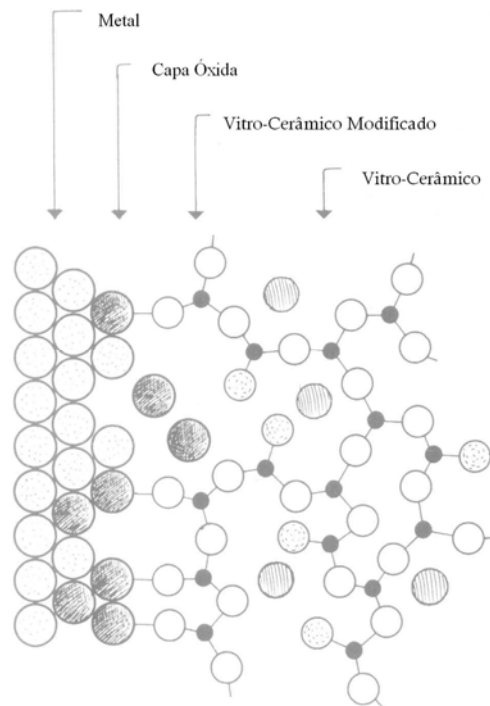


Figura 8 - Perfil de camadas na união, onde a camada óxida do metal está quimicamente unida à cerâmica produzindo uma zona de vidro-cerâmico modificado. (Naylor, 1992)

Desde um ponto de vista químico, as ligações iônicas e covalentes são contempladas, mas é necessário somente um filme monomolecular de óxidos pra que a união seja possível. A relação entre a superfície do metal, a capa de óxidos e a cerâmica dentária, é ainda um tanto desconhecida, mas é aceito que o enlace químico é o principal mecanismo de união metal/cerâmica. Nem todas as teorias aceitam o efeito das quatro, mas muitos autores na literatura, concordam que seja a união química direta o mecanismo predominante e mais importante de todos. (Naylor, 1992)

2.2.4 Processo Convencional de Junção Metal/Cerâmica para Próteses Dentárias

O processo convencional de junção metalocerâmica realizado no laboratório protético compreende as seguintes etapas:

2.2.4.1 Desgaseificação

O termo desgaseificação ou *degassing* em inglês, é um termo utilizado por anos e descreve o procedimento recomendado para limpar o metal de restos orgânicos e remover gases retidos na superfície como hidrogênio, daqui a raiz desgas. Neste processo térmico são removidos os contaminantes que não puderam ser eliminados com a limpeza físico-química de ultra-som com acetona e depois com o jato de alumina. No processo convencional, esta etapa também é conhecida como processo de oxidação, já que é aqui que o metal é oxidado superficialmente para permitir a união do metal com a cerâmica. Estes óxidos são responsáveis pela união química dos dois materiais. (Naylor, 1992)

2.2.4.2 Aplicação e queima do opaco e a cerâmica

Nesta etapa do processo o material cerâmico é depositado na infra-estrutura metálica; uma vez que estes materiais são vendidos na forma de um pó muito fino é necessária a adição de água destilada para deixar a cerâmica maleável e pronta para aplicação.

Este processo requer uma alta destreza manual já que grande parte da qualidade final do produto depende desta etapa. É seguida uma série de passos para a obtenção de uma camada uniforme, com a espessura e cor exigidas pelo modelo do dentista o qual depende das necessidades específicas do paciente.

O procedimento de aplicação do opaco e da cerâmica é descrito a seguir:

- Com a ajuda de um pincel úmido com água destilada capilariza-se o pó cerâmico,
- Mistura-se do pó até obter uma pasta homogênea e consistente,
- Aplicação com pincel da mistura na área de trabalho,
- Secar por um tempo de 5 minutos,
- Ciclo de queima no forno, de acordo com as recomendações do fabricante.

O ciclo de queima do opaco difere um pouco do da cerâmica em termos de temperatura de queima e tempos de secagem, tal como se pode observar na **Tabela 3**.

Tabela 3 - Ciclos térmicos do opaco e da cerâmica (Ceramco, S.D.)

Processo	Tempo (min)		Temperatura (°C)		Taxa de aquecimento (°C/min)
	Secagem	Pré-aquecimento	Idle	T máxima	
Opaco	3	3	650	970	70
Cerâmica	5	5	650	940	55

2.3 Técnicas de Deposição do Titânio

Para Nascimento (2001), a deposição do titânio na interface de união metal/cerâmica é utilizada quando se quer executar uma união pelo processo de brasagem sem a utilização de ligas com metal ativo, oferecendo um custo menor. Estas técnicas de deposição estão sendo amplamente estudadas e o método de aplicação utilizado depende da microestrutura final desejada, equipamentos disponíveis, e finalidade da união.

2.3.1 Deposição Química

Também conhecidos como CVD (*Chemical Vapour Deposition*) caracterizam-se pela presença de reações químicas heterogêneas na superfície do substrato, não precisam de ambientes de baixa pressão, o gás na câmara de reação encontra-se em torno de 10^3 a 10^4 Pa. É necessária a utilização de um reator com características especiais devido ao fato da deposição ser realizada a uma temperatura em torno dos 1000°C no substrato, obtendo em geral um revestimento de boas qualidades.

2.3.2 Processo Mo-Mn

Neste, os pós metálicos são sinterizados na superfície do substrato, sendo bastante difundido nos processo de brasagem. Utilizado especialmente para substratos cerâmicos como a alumina, que graças a sua alta temperatura de fusão a deposição é efetuada com metais refratários. O tungstênio e o molibdênio são amplamente utilizados em função do seu baixo coeficiente de expansão térmica.

2.3.3 Deposição Física

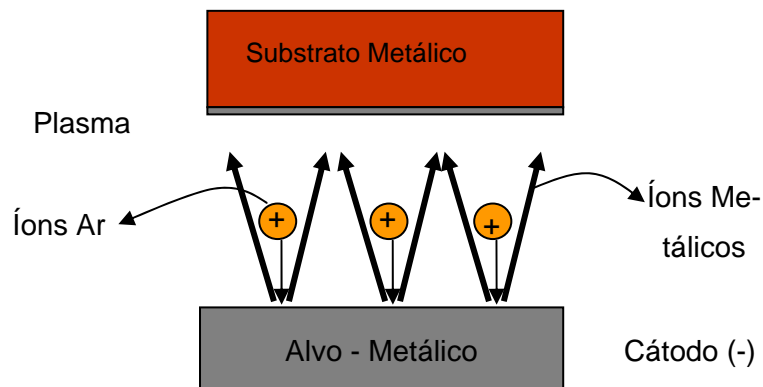
Também conhecidos como PVD (*Physical Vapour Deposition*), têm como principal característica a produção e transporte do vapor até o substrato, os quais são efetuados por meios físicos, sendo realizado em ambientes de baixa pressão. Os principais métodos físicos de deposição são:

Ion Plating: (IP), processo no qual o metal a depositar é vaporizado e ionizado, sendo depositado no substrato com o auxílio de uma alta aceleração.

Arc Ion Plating: (AIP), é uma variação do IP, neste processo uma fonte de corrente contínua e uma alta tensão de trabalho aumentam a ionização do metal, obtendo uma eficiência de deposição maior.

Magnetron Sputtering: (MS), processo mediante o qual um gás ionizado através de uma fonte de corrente contínua ou de radiofrequência é acelerado em direção de um alvo metálico (cátodo), desprendendo átomos da superfície do mesmo devido ao intenso bombardeamento de partículas, os quais são depositados na forma de um filme fino na superfície do substrato devido às diferenças de potencial. Neste processo também são emitidos elétrons secundários da superfície do alvo metálico.

Um campo magnético paralelo à superfície limita o movimento dos elétrons secundários à vizinhança do alvo, os magnetos são posicionados de forma tal que um pólo é situado no eixo do alvo e outro é localizado no lado externo do mesmo, com ímãs em forma de anel. Ao serem capturados os elétrons, aumenta-se a probabilidade de colisão elétron-átomo. O aumento da eficiência de ionização forma um plasma denso na região próxima do alvo metálico. Isto, produz um aumento da intensidade do bombardeio no alvo, provocando um maior número de átomos desprendidos e, por conseguinte, uma deposição maior no substrato, processo pode ser observado na **Figura 9** - Desenho esquemático do processo da metalização por *magnetron sputtering*.



**Figura 9 - Desenho esquemático do processo da metalização por *magnetron sputtering*.
(Nascimento, 2001)**

2.3.4 Deposição Mecânica

Este processo foi patenteado pelo *Forschungszentrum Jülich* da República Federal da Alemanha. Nele a principal característica é a simplicidade operacional, rapidez e custo reduzido. Foi desenvolvido inicialmente para metalização de alumina com geometria cilíndrica ou superfície plana, mas já está sendo testado em zircônia. (Nascimento, 2001).

Consiste basicamente em atritar um material metálico reativo como o titânio, na superfície do substrato. O atrito necessário para a deposição é obtido com máquinas-ferramentas convencionais que geram um movimento relativo sob pressão, entre as duas superfícies, tal e como se mostra na **Figura 10**.

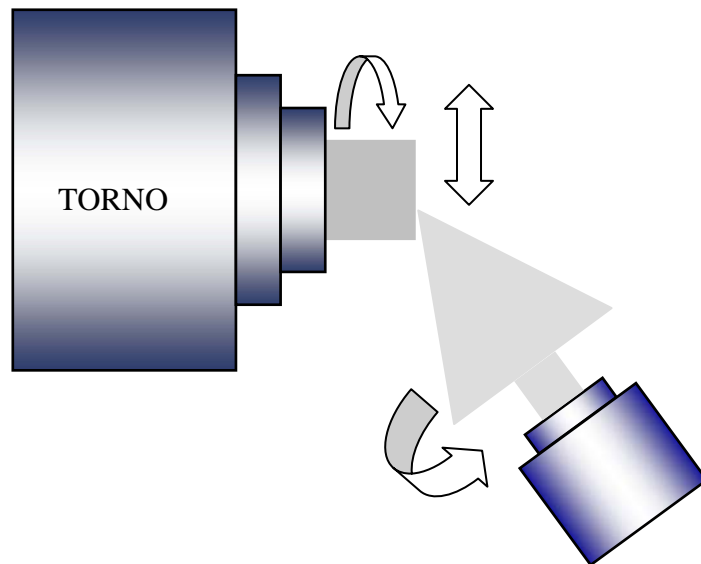


Figura 10 - Desenho da deposição mecânica em corpos-de-prova cilíndricos.

(Nascimento, 2001)

O titânio e as suas ligas caracterizam-se pelas suas pobres propriedades tribológicas, isto é, um elevado coeficiente de atrito e um severo desgaste abrasivo. A explicação metalúrgica para este fenômeno radica na sua estrutura cristalina, estrutura eletrônica, e principalmente, na formação de óxidos na superfície, o que explica o grande interesse nos tratamentos superficiais das ligas de titânio. O desgaste adesivo consiste na perda de massa entre duas superfícies, devido à adesão de asperezas duras em uma das superfícies (rugosidade), ou pela presença de partículas livres abrasivas ou engastadas em uma das superfícies. É especialmente severo e está presente em qualquer sistema onde não exista lubrificação entre dois corpos e contato direto. (Nascimento, 2001)

As principais vantagens do processo de deposição mecânica são:

- Revestimento elaborado com equipamentos convencionais e em uma única etapa;
- Não precisa substâncias químicas, pelo qual atende melhor as exigências ambientais;
- O material de revestimento é de fácil consecução, não requer forma ou acabamento especial;
- A aplicação pode ser restrita à área de brasagem;

- Fácil automatização e mão-de-obra não especializada;
- Economia na aplicação, graças a sua simplicidade e rápida execução;
- Aplicação em pequenos e grandes lotes de peças.

2.4 Oxidação do Titânio

Devido à elevada atividade do titânio puro, existe uma forte tendência à sua oxidação na temperatura de brasagem, já que óxido de titânio, TiO_2 , é estável, e mesmo submetido a um alto vácuo de $3,0 \times 10^{-5}$ mbar, apresenta um potencial de oxigênio maior do que o valor de equilíbrio que evitaria a formação do óxido ($PO_2=1,0 \times 10^{-19}$ mbar). É aqui que as ligas de titânio têm um papel relevante, já que sua atividade é menor do que o titânio puro, permitindo a execução da brasagem em temperaturas maiores, sem a formação excessiva de óxidos no mesmo nível de vácuo. Em geral, quanto maior a temperatura maior é a molhabilidade da cerâmica, portanto, menor poderá ser a espessura da camada de titânio; provocando também um aumento na cinética das reações químicas na formação da camada de reação. Pelo qual seria interessante utilizar ligas Ti-Ni e Ti-Cu para evitar a formação excessiva de óxidos de titânio durante o processo de brasagem. (Nascimento, 2001)

2.5 Fatores que Influenciam à Falha da União

As falhas nas uniões metal/cerâmica são de fato, um problema que pode ser relacionado a múltiplos fatores. A otimização da união exige conhecimento dos fenômenos de falha.

A falha nos sistemas metal/cerâmica não é de surpreender se considerarmos que os dois materiais são de naturezas diferentes, o ponto mais relevante é a diferença entre os valores de coeficientes de expansão térmica de cada componente da junta. Quando a cerâmica feldspática é resfriada, os cristais de leucita contraem mais do que a matriz vítrea ao redor, isto desenvolve esforços tangenciais compressivos em sua superfície, provocam micro-trincas internas e ao redor dos cristais. (Özcan, 2003)

Para Herrmann et al. (1992) os esforços periódicos e repetitivos do processo de mastigação concentram-se na ponta da trinca induzindo ao seu crescimento. O crescimento gradual destas ocorre se o esforço excede o esforço da união. Segue-se o crescimento catastrófico instável, o qual pode resultar na perda da prótese dentária. A trinca pode levar tempo para ser formada, mas uma vez que ela é gerada ela representa um risco significativo para a

resistência e durabilidade do elemento. Unicamente as trincas que atingirem o umbral de severidade causarão falhas. Para cerâmicas dentárias atingirem uma alta resistência e durabilidade, é necessário que existam mecanismos de prevenção de crescimento de trincas quando submetidas a esforços baixos.

Alguns estudos atribuem parte das falhas a fatores ambientais, especialmente à umidade, evidenciam que existe uma redução de 20 a 30% da resistência da união metal/cerâmica quando submetida a ambientes úmidos, já que a ligação dos silicatos na matriz vitro-cerâmica é susceptível à hidrólise por umidade ambiental quando o material é submetido a esforços mecânicos. O ambiente úmido e corrosivo do ambiente bucal das próteses metal-cerâmica pode provocar o fenômeno de fadiga estática que causa a propagação de fraturas ao longo das micro-trincas, resultando na falha do sistema. (Özcan, 2003)

A ligação silício-oxigênio se torna mais fraco na interface metal/cerâmica na presença de umidade, instando à falha pela propagação na ponta da trinca. No ambiente da cavidade oral, a influência da umidade e fadiga, provocada pelas cargas cíclicas do processo de mastigação, são considerados os principais fatores de geração de falhas na união, uma vez que as ligações químicas na ponta da trinca se enfraquecem. (Özcan, 2003, Herrmann et al., 1992)

A razão mais freqüente de falha neste tipo de elemento é a apresentada no interior da cerâmica. Os pequenos riscos apresentados na superfície da maioria dos materiais, as vezes se comportam como concentradores de tensões, cujas pontas são tão estreitas quanto o espaçamento entre átomos dentro do material. Por tanto a concentração dos esforços nas pontas destas ranhuras é tal que atinge a resistência teórica do material em cargas relativamente baixas. Se a concentração de esforços na ponta da trinca é mantida, esta vai percorrendo o material até a fratura. A formação das micro-trincas no interior da cerâmica pode ser causada também pela condensação, fusão ou sinterização da cerâmica sobre o metal devido às diferenças entre os coeficientes de expansão térmica entre os dois materiais. (Özcan, 2003)

Segundo Özcan (2003) a fadiga mecânica na cerâmica é governada por vários mecanismos relacionados com as propriedades e características do material, como microestrutura, comprimento das trincas, tenacidade à fratura, também como a intensidade dos esforços aplicados. A falha por fadiga vem precedida da combinação dos processos de geração e propagação de trincas, ocorrendo finalmente a fratura do material.

É bem conhecido que a tenacidade à fratura vê-se altamente diminuída quando o material é submerso, inclusive na água. Obviamente no ambiente oral este efeito será muito mais forte,

uma vez que este contem vários agentes corrosivos. A intensidade do esforço na ponta da trinca depende de dois fatores a estrutura do material e a geometria da peça. Nos materiais compósitos, o poder de penetração da ponta da trinca depende do material embebido na matriz, que no caso da cerâmica dentária é a leucita. Quanto menor forem estes cristais melhor será a resposta ao crescimento da trinca. (Herrmann et al., 1992)

Tanto as cerâmicas cristalinas quanto as amorfas, na temperatura ambiente, quase sempre fraturam antes que possa acontecer qualquer deformação plástica por causa da aplicação de uma carga de tração. (Callister, 2000)

O processo de fratura frágil nestes materiais, consiste na nucleação e propagação de trincas na área transversal à carga aplicada. Sendo que nas cerâmicas cristalinas o crescimento da trinca acontece geralmente a través dos grãos, e ao longo dos planos de clivagem, ou planos de maior densidade atômica. (Callister, 2000, Richerson , 1992)

Outras causas freqüentes de falhas são os erros técnicos durante a fabricação, presença de poros que diminuem significativamente a resistência do material cerâmico, deficiência no desenho na infra-estrutura metálica, coeficientes de dilatação térmica incompatíveis, defeitos ou heterogeneidades no material, excesso de cerâmica, forças oclusais, ou traumas são também causas de falhas no material. Com o intuito de minimizar a formação de trincas, é recomendada a fabricação com espessuras constantes no material, eliminar no desenho qualquer ângulo agudo que possa atuar como concentrador de tensões diminuindo as possibilidades de propagação de trincas na cerâmica. (Özcan, 2003)

Segundo Brown (1996) os fabricantes das cerâmicas modernas, conscientes da natureza frágil inerente a elas, têm descoberto várias formas de impedir a propagação de trincas. Com esse intuito, reforços com alumina dispersa foram desenvolvidos inicialmente. No entanto, existem limitações devido à natureza opaca da alumina, que diminui significativamente a estética final do produto.

As trincas que geram falha catastrófica nucleiam na interface interna. A alta resistência do centro do corpo cerâmico pode prevenir o crescimento de trincas. Outros intentos de inibição de trincas incluem empilhamento iônico a baixa temperatura, um processo no qual, átomos pequenos, como o sódio, presentes na superfície da cerâmica são trocados por átomos maiores, como o potássio, por imersão do material sólido em nitrato de potássio fundido. Isto produz esforços compressivos na superfície, os quais bloqueiam o crescimento de qualquer trinca. (Brown, 1996)

Para unir cerâmicas frágeis à rígida e resistente infra-estrutura metálica, cerâmicas especiais têm sido desenvolvidas com características de expansão térmicas que combinam com o metal. Isto evita altos esforços interfaciais que são criados no resfriamento. (Brown, 1996)

Capítulo 3

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para atingir os objetivos do estudo, foram planejados e efetuados uma de série de experimentos seqüenciais; iniciando com o processo de preparação da superfície das amostras, de forma a definir qual o estado mais adequado para a aplicação do filme de titânio na ligas metálicas Ni-Cr-Mo. O titânio foi depositado utilizando duas técnicas, deposição mecânica e deposição por *magnetron sputtering*, caracterizando depois a qualidade dos filmes obtidos.

Posteriormente foi depositado o opaco na superfície preparada das amostras efetuando as queimas respectivas, deixando o material pronto para aplicação e queima da cerâmica, finalizando com a caracterização microestrutural e a análise mecânica das uniões metal/cerâmica.

Todo o planejamento experimental foi executado em base às informações tecnológicas disponíveis, a cerca dos parâmetros dos processos de aplicação dos filmes de titânio e brasagem metal/cerâmica.

Os corpos-de-prova metálicos foram divididos em dois grupos, ligas Ni-Cr-Mo com berílio e ligas Ni-Cr-Mo sem berílio. Cada um destes grupos foi subdividido em 4 subgrupos, dependendo do processo de brasagem e deposição do filme de titânio. Na **Tabela 4** apresenta-se em detalhe os subgrupos e a quantidade de amostras avaliadas na caracterização.

Tabela 4 - Detalhe de subgrupos de estudo para comparação das duas ligas estudadas

PROCESSO DE PREPARAÇÃO DE SUPERFÍCIE	AMOSTRAS PARA ANÁLISE METALOGRÁFICA		AMOSTRAS PARA ENSAIOS MECÂNICOS DE FLEXÃO	
	Sem Berílio	Com Berílio	Sem Berílio	Com Berílio

Deposição mecânica do titânio com brasagem em atmosfera de argônio.	2	2	4	4
Deposição do titânio por <i>magnetron sputtering</i> com brasagem em atmosfera de argônio.	2	2	4	4
Preparação de superfície padrão com processo convencional de brasagem	2	2	4	4
Preparação de superfície padrão deposição mecânica de titânio e processo convencional de brasagem	2	2	4	4

Da análise final destes subgrupos pretende-se:

- Determinar a influência do titânio na brasagem metal/cerâmica odontológica
- Estabelecer a influência do processo de deposição de titânio.
- Determinar a influência do berílio
- Determinar a influência do processo de brasagem.

3.1 Materiais

Os materiais utilizados no estudo são produtos comerciais típicos do mercado da indústria odontológica atual, visando uma maior compreensão e semelhança com os processos tradicionais de confecção de próteses dentárias.

3.1.1 Ligas Metálicas

Na **Tabela 5** são apresentadas as propriedades físicas, fornecidas pelo fabricante (Talladium do Brasil), dos dois tipos de ligas utilizadas no trabalho.

Tabela 5 - Propriedades e características das ligas metálicas. (Talladium do Brasil S.D.)

CARACTERÍSTICAS E PROPRIEDADES	LIGA SUPREM CAST-SB (Ni-Cr-Mo Sem Berílio)	LIGA SUPREM CAST-V (Ni-Cr-Mo Com Berílio)
Coeficiente de expansão térmica W(m ² .K)	14,07 (25-500°C)	13,4 (25-500°C)
Peso específico	8,3 (g/cm ³)	7,9(g/cm ³)
Alongamento	3%	7%
Intervalo de fusão	1301-1364°C	1165-1207°C
Composição Química (%Peso)		
Ni	61	73
Cr	25	41
Mo	10,5	8,5
Si	1,5	-
Ti	<1	-
Al	-	1,7
Be	-	1,8

Segundo as recomendações do fabricante, no procedimento para a criação da camada de óxido no processo convencional de brasagem na liga Suprem Cast-SB (sem berílio), a peça é colocada, sob um ambiente de baixo vácuo (33mb), a uma temperatura de 650°C aumentando até a temperatura até 980°C a uma taxa de 32°C/min, em seguida é liberado o vácuo e a peça resfriada. Após este procedimento deve realizar-se uma limpeza com jato de alumina. O processo de criação da camada óxida na liga Suprem Cast-V a peça é levada a 650°C sob vácuo e depois a uma temperatura de 1.035°C a uma taxa de aquecimento de 40°C/min. Após atingir a temperatura máxima, é liberado o vácuo e resfriada a peça. Neste tipo de liga não é necessário o

jato de alumina após o processo térmico, mas se o material apresentar manchas escuras é recomendado repetir o processo.

3.1.2 Opaco e Cerâmica

Estes dois materiais são fabricados pela empresa Ceramco3, a classificação normalizada é tipo A3, classificação dada dependendo do grau de brilho e cor da condição final do produto.

Estas cerâmicas pertencem ao grupo de cerâmicas dentárias de baixa fusão, isto é, a faixa de temperaturas de queima vai desde 871°C até 1066°C. São especialmente formuladas para se unirem à infra-estrutura nas próteses metal-cerâmica, motivo pelo qual diferem muito das cerâmicas de alta e meia fusão, ao respeito de composição química e propriedades físicas.

3.2 Métodos

3.2.1 Corpos-de-Prova

Foram projetados dois tipos de corpos-de-prova, como observado na **Figura 11**, de modo a possibilitar a avaliação da resistência mecânica (através do ensaio mecânico de flexão a três pontos) e a caracterização microestrutural da união por meio de um corte perpendicular à superfície da união metal/cerâmica.

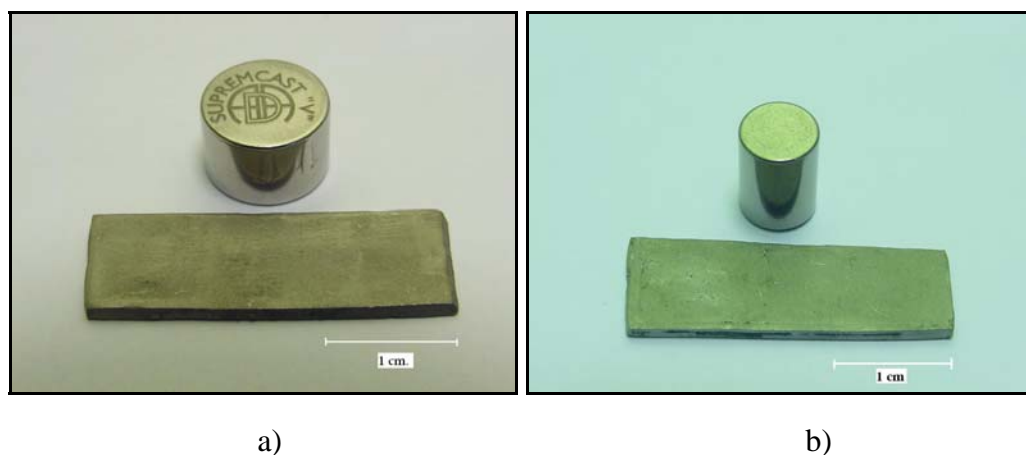


Figura 11 - Fotografias dos corpos-de-prova confeccionados, a) suprem CAST V; b) SUPREM CAST SB.

3.2.1.1 Corpos-de-prova cilíndricos

Foram desenhados corpos-de-prova cilíndricos de modo a aproveitar o formato original de fábrica da liga, para poder avaliar completamente a interface foram fabricados sanduíches metal-cerâmica-metal como mostrado na **Figura 12**.

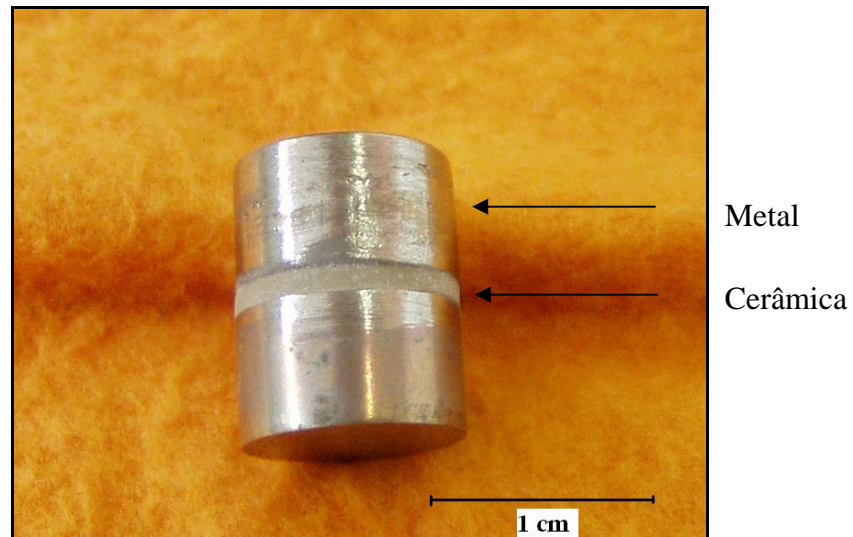


Figura 12 - Esquema de corpos-de-prova metal-cerâmica-metal brasados para posterior ensaio de flexão.

3.2.1.1.1 Preparação de superfície

Os corpos-de-prova metálicos foram preparados por meio de lixamento em politriz, das duas superfícies planas dos cilindros para garantir:

- Paralelismo das superfícies planas, conseqüentemente uma superfície de brasagem horizontal e,
- Homogeneidade de todos os corpos-de-prova, nas áreas efetivas de contato na união metal/cerâmica, visando repetitividade nos resultados obtidos.

O lixamento da superfície de trabalho foi seqüencial com lixas 80, 220, 320, 500, 800 e 1000 mesh, fazendo posteriores metalizações de titânio em cada uma delas, e verificando por meio de, estereoscópio e microscopia eletrônica de varredura a superfície mais adequada para o

revestimento, visando obter uma superfície homogênea e com a menor distribuição e tamanho de defeitos possível.

Depois do lixamento dos corpos-de-prova, submeteram-se algumas amostras a jateamento com pó de alumina de $50\mu\text{m}$. Compararam-se visualmente no final, os resultados obtidos nos dois processos de preparação de superfície, com lixamento e jateamento com alumina.



Figura 13 - Cilindros metálicos com preparação de superfície pronta para deposição do opaco, metalização mecânica (esq.) e jateamento de alumina (dir)

Alguns destes corpos-de-prova depois de realizado o processo de brasagem, fraturaram espontaneamente após sair do forno, razão pela qual foram desenhados novos corpos-de-prova com o intuito de impedir este fenômeno provocado pela ausência de uma área para eliminação dos gases provocados pela evaporação da água destilada utilizada na modelagem da cerâmica. Em condições normais de fabricação a cerâmica fica exposta ao meio de trabalho no forno, provocando uma rápida eliminação de vapor de água, os quais são impedidos de sair nos corpos-de-prova cilíndricos, situação que pode ser claramente observada na porosidade formada nas superfícies fraturadas dos corpos fraturados, como mostra a **Figura 14**.

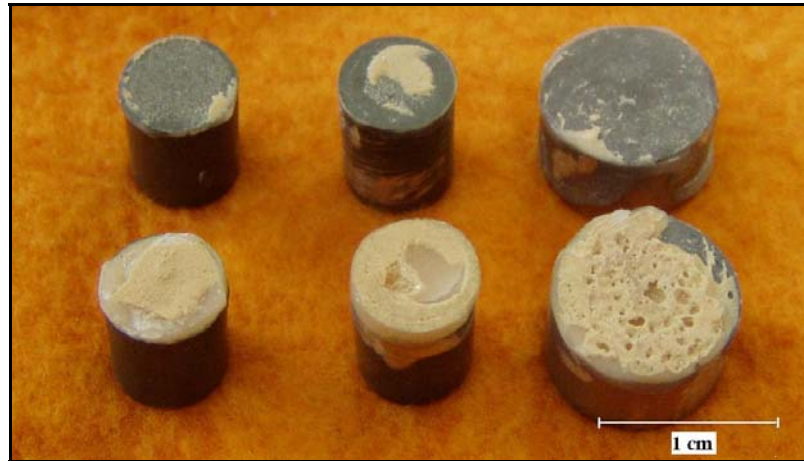


Figura 14 - Detalhe das superfícies de fratura dos corpos-de-prova cilíndricos.

3.2.1.2 Corpos-de-prova laminares

Por causa das falhas apresentadas nos corpos-de-prova cilíndricos, foi proposto um novo desenho de corpo de prova laminar, de forma tal que pudesse ser evitada a causa destes problemas, possibilitando também a caracterização microestrutural e os testes mecânicos de flexão a três pontos.

Estes corpos-de-prova foram fabricados a partir da fusão das ligas comerciais pelos processos convencionais de fundição por cera perdida, utilizados na indústria odontológica, o qual é descrito a seguir e observado na **Figura 15**:

- Construção e escultura em cera do modelo requerido;
- Inclusão do modelo de cera no revestimento refratário de gesso no interior de um anel metálico;
- Extração da cera por fusão, deixando o molde pronto para recepção do material metálico;
- O metal líquido é depositado dentro do molde de gesso. Uma vez injetado todo o material metálico é acionado o dispositivo centrífugo que junto com um sistema adequado de canais de alimentação, garante a penetração total do metal no molde, permitindo a obtenção de uma cópia fiel da peça requerida,
- O conjunto é submerso na água, para dissolver o gesso e extrair a peça metálica, é eliminado o material em excesso, como rebarbas e canais de entrada;
- Preparação superficial por médio de jato de alumina.



Figura 15 - Fotografia da árvore de corpos-de-prova laminares após a fabricação por fundição a cera perdida

Nos corpos-de-prova de formato laminar, ver **Figura 16** desenhou-se uma área de 15 x 5 mm no centro do corpo-de-prova de dimensões 30 x 10 mm, nesta área foi efetuada a deposição do titânio, a aplicação do opaco e da cerâmica odontológica.

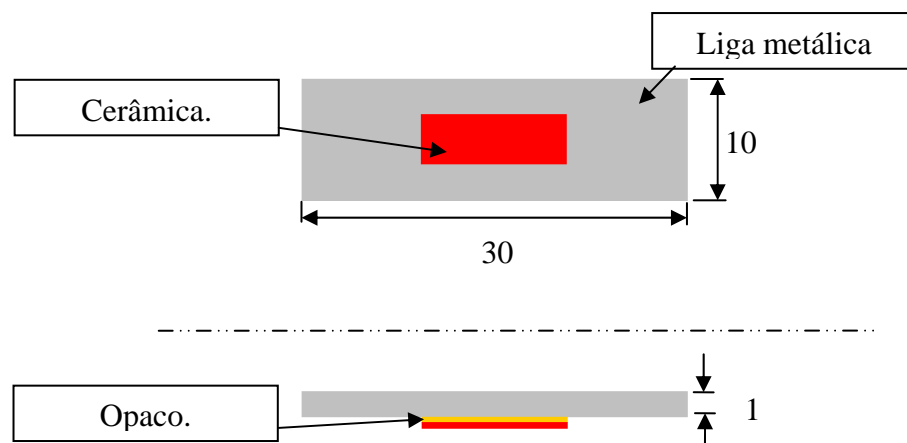


Figura 16 - Formato dos corpos-de-prova laminares. Medidas em milímetros.

3.2.2 Deposição do Filme de Titânio.

Esta etapa do processo teve como objetivo principal, recobrir com um filme de titânio as superfícies metálicas a serem brasadas. Os processos utilizados para esta deposição foram:

- Deposição mecânica e,
- Deposição por *magnetron sputtering*.

3.2.2.1 Deposição mecânica

A metalização mecânica foi realizada segundo as pesquisas de Nascimento (2001). Por meio deste sistema deposita-se o metal ativo por atrito da superfície de trabalho com um cone de titânio. A peça cilíndrica a ser metalizada é fixada na placa do torno sob uma rotação de 600 rpm e é atritada ao cone de titânio que é fixado em uma retificadora manual, girando com rotação contrária, e a uma velocidade de 27.000 rpm, durante um período de 30s, conforme ilustrado na **Figura 17**.

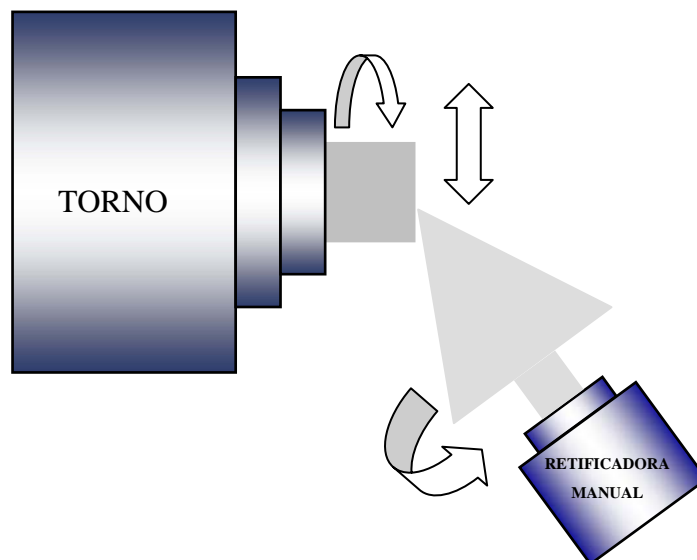


Figura 17 - Desenho da metalização mecânica nos corpos-de-prova cilíndricos. (Nascimento, 2001)

Nos corpos-de-prova laminares a metalização foi realizada com o substrato metálico estático e com a retificadora manual, em uma rotação de 27.000 rpm, atrita-se o titânio na

superfície do material, deslocando esta nos dois sentidos até cobrir a área de trabalho, como se aprecia na **Figura 18**

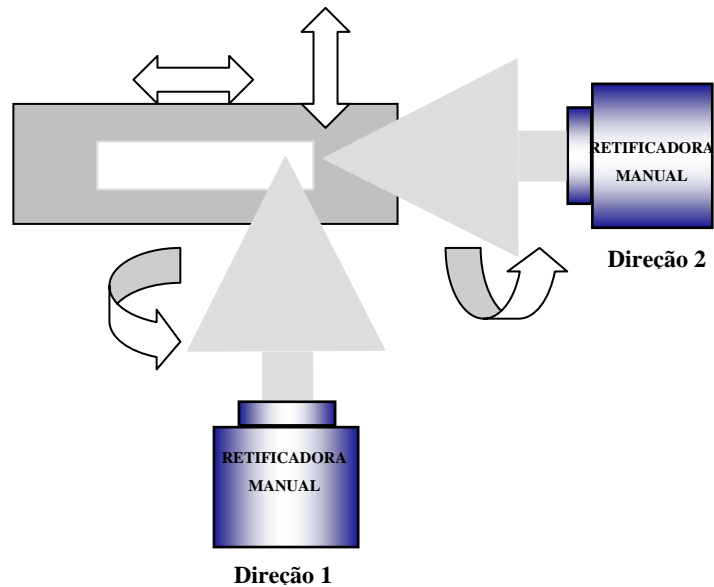


Figura 18 - Desenho da metalização mecânica nos corpos-de-prova laminares.

As ponteiros foram desenhadas de forma cônica para garantir que a superfície de contato entre os corpos é a menor possível, isto com o objetivo de reduzir o tamanho dos defeitos no filme depositado, além de minimizar os erros de posicionamento do material. As ponteiros de metalização foram usinadas sempre que visível variação geométrica na ponta. Observar **Figura 19**

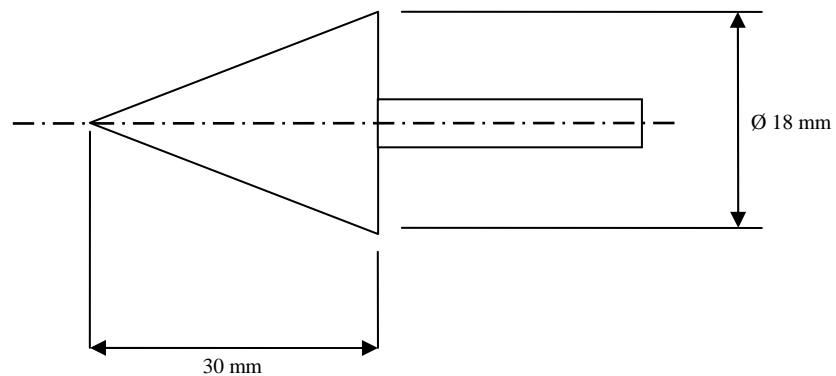


Figura 19 - Formato dos cones de titânio para deposição.

3.2.2.2 Deposição por magnetron sputtering

Para produção de filmes mais finos de titânio utilizou-se o reator de plasma da UDSC/Joinville gentilmente cedido pelos professores Joel R Muzart (*in memoriam*) e Luis César Fontana.

Os parâmetros de deposição do filme de titânio por *magnetron sputtering* na superfície dos corpos-de-prova são mostrados na **Tabela 6**, os valores tabelados são baseados na experiência do operador do equipamento e foram estabelecidos para atingir uma espessura aproximada de 1,0 μm na superfície de trabalho das ligas Ni-Cr-Mo.

Tabela 6 - Valores de processo de Magnetron Sputtering

Alvo	Titânio
Gás	Argônio
Pressão	0,4Pa
Temp. substrato	300°C
Condições de descarga no alvo	780V 0,8A
Polarização do substrato	100V
Distância tela-alvo	20mm
Tempo de deposição	33min

3.2.3 Ensaios de Seleção de Atmosfera de Queima de Opaco

Para a seleção da atmosfera de queima do opaco foi utilizado um forno tubular modelo TU-3513 com controle de atmosfera fabricado pela empresa Jung e com uma temperatura máxima de trabalho de 1200°C.

Estes testes foram efetuados para determinar qual atmosfera era a mais adequada para evitar a oxidação dos filmes depositados de titânio. Testaram-se então, atmosferas de argônio comercial 4,8 e argônio ultra-puro 5,0 analítico. Fez-se avaliação visual das superfícies obtidas e comparou-se a presença e quantidade de óxidos de titânio na superfície.

3.2.4 Desgaseificação

É a etapa inicial do processo de aplicação da cerâmica no metal, na qual o material metálico é submetido a um aquecimento a 220°C numa atmosfera controlada de argônio, com o intuito de eliminar a umidade, gases e outros contaminantes da superfície metálica, preparando-o para a aplicação e queima do opaco.

3.2.5 Aplicação e Queima do Opaco

O opaco foi aplicado sobre a amostra de acordo com as recomendações do fabricante e da experiência do técnico protético. Neste procedimento, o opaco em pó é umedecido com água destilada até atingir um estado pastoso, ideal para a aplicação do material na infra-estrutura metálica.

A seguir, o processo detalhado de aplicação e queima do opaco em pó:

- Criação de vácuo por meio de uma bomba mecânica até -980 mbar,
- Purga com argônio,
- Criação de vácuo até -980 mbar,
- Injeção de argônio, até atingir uma pressão positiva de 295 mbar,
- Aquecimento do corpo-de-prova metálico para eliminação de gases retidos na liga, até uma temperatura de 220°C,
- Resfriamento do corpo-de-prova metálico,
- Aplicação da camada de opaco para primeira queima,
- Criação de vácuo por meio de uma bomba mecânica até -980 mbar,
- Injeção de argônio,
- Criação de vácuo até -980 mbar,
- Injeção de argônio, até atingir uma pressão positiva de 295 mbar,
- Aquecimento até 970°C,
- Resfriamento até temperatura ambiente,
- Repetição do procedimento de aplicação de opaco para a segunda queima.

3.2.6 Seleção da Atmosfera de Brasagem

Fizeram-se três testes de atmosferas de brasagem em três fornos diferentes: inicialmente foi utilizado um forno de alto vácuo, marca GERO, modelo HTK 8 MO, garantindo durante todo o processo uma pressão menor a $2,0 \times 10^{-4}$ mbar., posteriormente foi utilizado um forno de alto vácuo LEYBOLD-HERAEUS PD 1000 AZw, a uma pressão máxima de trabalho de $3,0 \times 10^{-4}$ mbar e, finalmente, um forno tubular com atmosfera controlada de argônio ultra-puro e pressão positiva de 295mb, marca JUNG modelo TU-3513.

Antes de realizar o processo de brasagem todos os corpos-de-prova foram limpos em banho de acetona no equipamento de ultra-som para garantir que as superfícies estivessem livres de sujeira que pudesse alterar a condição final da união.

3.2.7 Caracterização Microestrutural das Uniões

A caracterização microestrutural foi realizada por meio um sistema digital de aquisição de imagens, estereoscópio Olympus SZ-CTV e microscopia eletrônica de varredura (Phillips XL-30).

As amostras foram cortadas perpendicularmente à superfície brasada com um disco de corte adiantado, posteriormente embutidas em resina de cura a frio; a preparação da superfície foi realizada com lixas de SiC, em uma seqüência 220, 320, 400, 600, 1200 e 2000 mesh, e um polimento final com alumina de $1\mu\text{m}$. O perfil da superfície de estudo se mostra na **Figura 20**

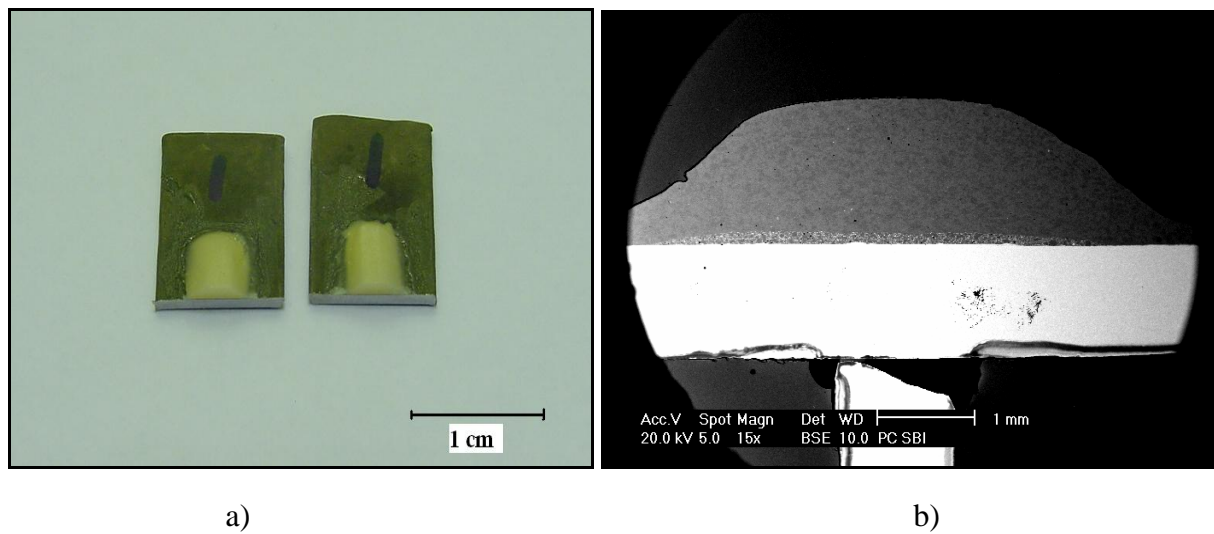


Figura 20 - Fotografias de detalhe do corte transversal dos corpos-de-prova a) corte transversal da amostra, b) micrografia do perfil de corte, onde pode ser observada a união da infra-estrutura metálica e a cerâmica. (MEV)

3.2.8 Ensaios Mecânicos

Para determinar a resistência mecânica das uniões foi efetuado o ensaio de flexão em três pontos, implementado em uma máquina universal de ensaios, Emic DL-200. As condições de execução dos ensaios foram: velocidade de avanço do pistão atuador 0,1mm/seg., e temperatura ambiente 20°C. A **Figura 21** representa a configuração do dispositivo montado para a realização do ensaio.

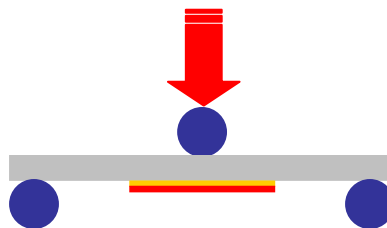


Figura 21 - Desenho do ensaio mecânico de flexão a três pontos nos corpos-de-prova laminares.

Foram ensaiadas mecanicamente 4 amostras de cada subgrupo fabricado, destes resultados foi calculada a média da resistência para cada grupo.

3.2.8.1 Método de cálculo

Uma vez obtidos os dados de avanço e força de cada uma das quatro amostras de cada processo, foi calculado o valor do esforço máximo no qual ocorreu a fratura do corpo cerâmico. Para tal fim, foi considerado o corpo de prova como uma viga e sobre ele realizados todos os cálculos de resistência de materiais que levassem a uma resposta confiável do esforço máximo.

Pelo fato da aplicação da cerâmica ter sido realizada por meios manuais existem diferenças de forma e dimensões entre os corpos-de-prova avaliados, para normalizar o processo de medição e obter um resultado que compreenda a média de todas as medidas obtidas, foi realizado o seguinte procedimento de medição em todos os corpos-de-prova avaliados mecanicamente.

Devido ao fato do corpo de prova não ser simétrico, foi necessário calcular a linha neutra, localizada no plano em que o somatório dos esforços de tensão e compressão têm valor zero. A **equação 1** mostra como foi calculada a linha neutro do corpo de prova.

$$A_m \left(\frac{h_m}{2} \right) + A_c \left(\frac{h_c}{2} + h_m \right) = h_x (A_m + A_c) \quad (1)$$

Onde:

A_m Área transversal do metal

A_c Área transversal da cerâmica

h_m altura metal

h_c altura da cerâmica

h_x altura da linha neutra corrigida

Para o cálculo das áreas foram tiradas fotografias no estereoscópio com um aumento de 10 vezes, nas quais foi calculada a área transversal do elemento cerâmico e do substrato metálico. Com o intuito de simplificar e normalizar estes cálculos o corpo cerâmico foi dividido em três partes, sendo dois triângulos e um retângulo no meio deles, tal como se observa na

Figura 22. Tomando como referência a largura (b) da cerâmica calcula-se a base de cada triângulo como 27% de b e a base do retângulo como o restante 46% de b .

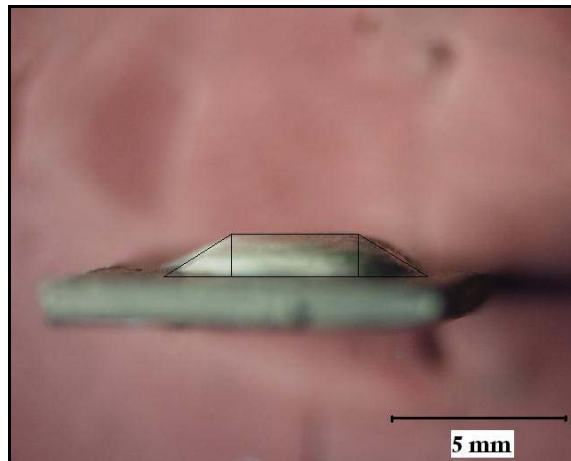


Figura 22 - Fotografia com desenho esquemático para cálculo da área transversal efetiva da cerâmica.

Pelo fato de se ter dois materiais de natureza e comportamento mecânico tão diferente em um mesmo corpo-de-prova, há necessidade de se corrigir a área do elemento cerâmico para poder calcular os esforços como se todo o elemento fosse de um mesmo material. Este fator de correção n é calculado a partir da relação dos módulos de elasticidade dos dois materiais. Ver equação 2 (Timoshenko, 1966) e **FIGURA 23**.

$$E_m = n \times E_c \quad (2)$$

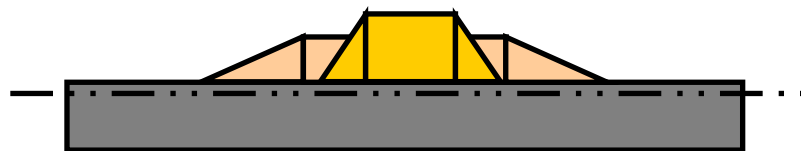


Figura 24 – Desenho da área corrigida da cerâmica para os cálculos de resistência flexural

Esse valor n vai determinar a área corrigida da cerâmica e do momento de inércia do corpo de prova no momento de calcular a resistência final. Uma vez obtidos e corrigidos os valores das áreas dos elementos, foi calculado o eixo de inércia no centróide de cada um deles, e deslocando-o até a linha neutra do corpo de prova, para desta forma calcular a resistência máxima na superfície da cerâmica, a partir da **equação 3** (Timoshenko, 1966).

$$\sigma = \frac{(f \times l / 4) * (ht - hx)}{n * I_{xx}} \quad (3)$$

onde:

f é a força máxima aplicada

l é a distancia entre os suportes inferiores do dispositivo de flexão

I_{xx} momento de inércia do corpo de prova na linha neutra. (Beer et al., 1980)

n é o fator de correção em função dos módulos de elasticidade.

A força máxima foi calculada a partir dos gráficos tensão x deslocamento obtidos em cada corpo de prova, onde a linha apresenta uma mudança notória na trajetória devido à fratura da cerâmica.

3.2.9 Líquidos Penetrantes

O ensaio de líquidos penetrantes foi realizado para avaliar as fraturas apresentadas nos corpos-de-prova após o ensaio de flexão. As tintas utilizadas foram: penetrante visível VP-31, revelador D 70 e Removedor/Limpador, todos da marca Metal-Chek. Seguiu-se o seguinte procedimento recomendado pelo fabricante:

- Limpeza das superfícies de estudo com solvente para remover sujeiras e gorduras depositadas;
- Aplicação da tinta penetrante; deixou-se atuar por um tempo de 15 minutos;
- Remoção do excesso de penetrante;
- Aplicação do revelador;
- Análise dos resultados;

- Limpeza das amostras.

Capítulo 4

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são abordados os parâmetros de processo e a sua influência na interface metal/cerâmica obtida, é detalhada a análise de parâmetros como atmosfera de brasagem, influência do filme de titânio, influência do elemento de liga berílio, e processo de brasagem.

4.1 Caracterização dos Filmes de Titânio Depositados.

Os filmes de titânio obtidos pelos dois métodos de deposição foram avaliados por microscopia eletrônica. As maiores diferenças entre os filmes obtidos nos dois processos de deposição, radicam na textura superficial, sendo a rugosidade obtida na deposição mecânica bem mais marcada do que no processo de *magnetron sputtering*, como pode ser observado na **Figura 25**. pó análise visual, na deposição mecânica observa-se uma maior rugosidade, as descontinuidades no filme são maiores e em maior número do que aquelas obtidas pelo processo de *Magnetron Sputtering*, onde a superfície é homogênea e praticamente livre de defeitos ou descontinuidades.



Figura 25 - Comparação das superfícies dos corpos-de-prova após a deposição de titânio. *Magnetron sputtering* (sup.) e mecânica (inf.)

As espessuras dos dois tipos de filmes demonstraram ter uma variação entre 1,1 μm e 1,3 μm para a deposição mecânica e de 0,7 μm a 1 μm na deposição por plasma. Evidenciando espessuras da mesma ordem nos dois processos . Observar **Figura 26**.

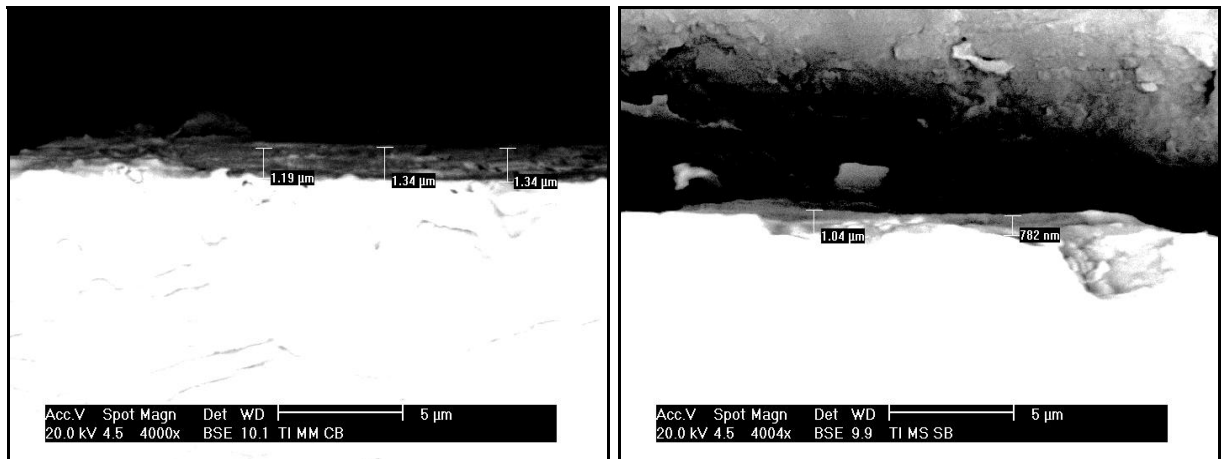


Figura 26 – Faixa de espessuras do filme de titânio obtido pelo processo de deposição mecânica (esq) e processo de *magnetron sputtering* (dir). (MEV)

Apesar das espessuras obtidas estarem próximas nos dois processos, a economia do processo de deposição mecânica é bem mais vantajosa e simples do que na deposição por plasma, já que os tempos de metalização são menores e os equipamentos utilizados são mais simples e de fácil consecução e manuseio.

4.2 Avaliação Microestrutural da União

As uniões obtidas pelo processo de brasagem foram caracterizadas a modo de obter informações da influência da presença e tipo de aplicação do filme de titânio, da composição da liga metálica e do processo de brasagem executado, na interface da união meta/cerâmica.

Observou-se uma boa aderência entre os componentes, com uniões livres de trincas, descontinuidades ou defeitos na interface.

4.2.1 Efeito da Atmosfera de Queima do Opaco

Foram testados dois tipos de atmosfera no forno tubular Jung modelo TU-3513, para queima do opaco sobre o substrato metálico. O resultado de tal avaliação derivou na escolha da atmosfera de argônio ultra-puro 5,0 analítico como a melhor opção para os testes já que visualmente não foi observada a presença de óxidos superficiais nas amostras recobertas com titânio aquecidas até a temperatura de brasagem. Na **Figura 27** observa-se a aparência final do opaco aplicado no substrato metálico.

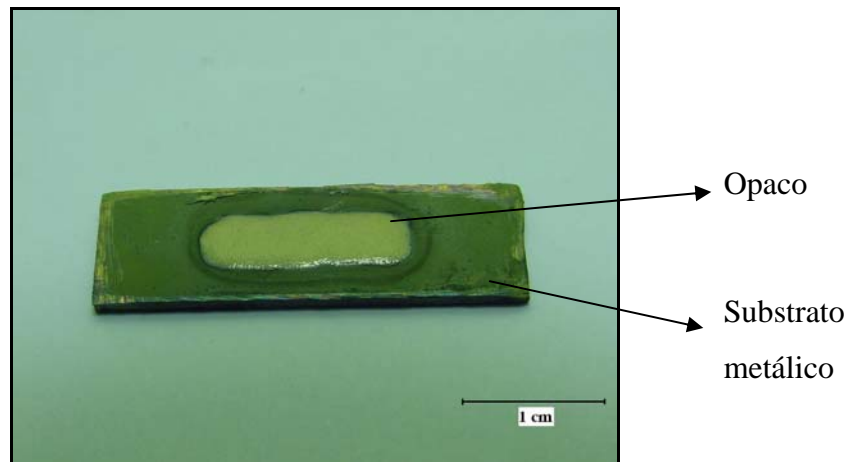
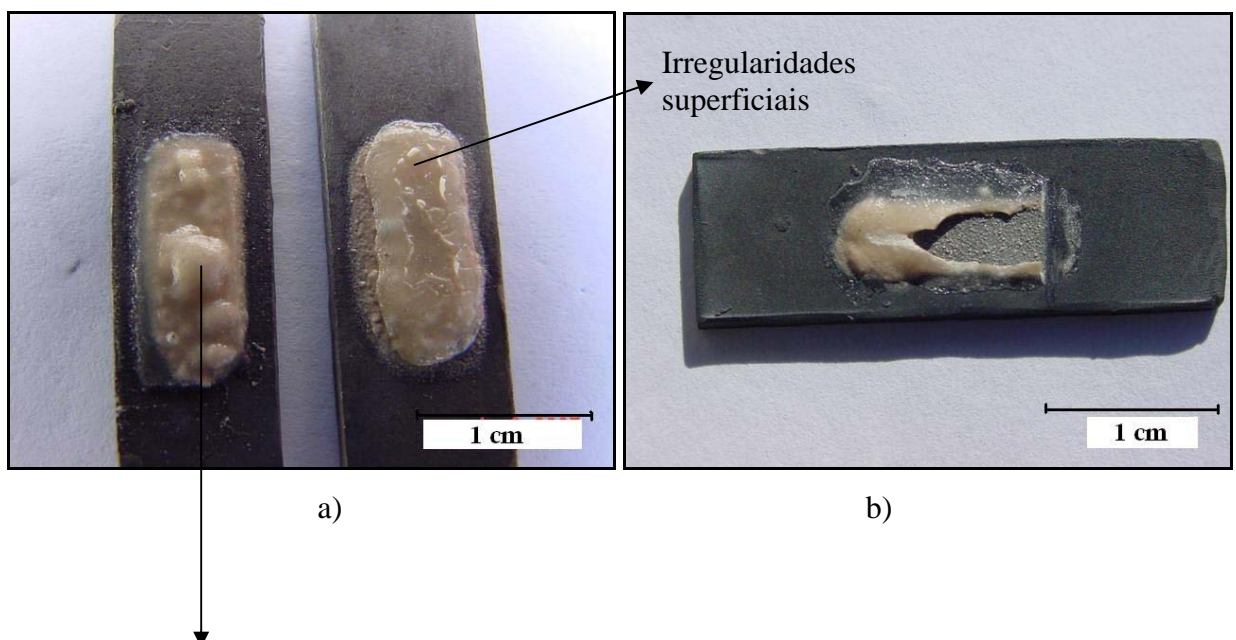
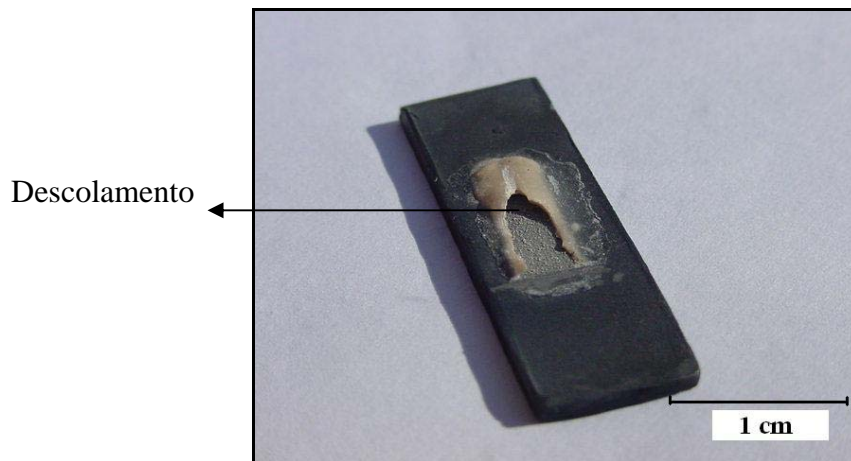


Figura 27 - Aparência final do opaco aplicado em atmosfera de argônio sobre o substrato metálico

4.2.2 Efeito da Atmosfera de Brasagem

A brasagem sob vácuo teve resultados bastante negativos, visto que, apresentaram-se em algumas das amostras descolamento na interface metal/opaco, formação de borbulhas no interior da cerâmica e irregularidades superficiais. A cerâmica também apresentou uma maior transparência, situação que para fins odonto-estéticos não é ideal. O alto vácuo deste tipo de fornos produz sucção do material cerâmico particulado causando dos defeitos nomeados anteriormente. Exemplos de amostras obtidas por este processo de brasagem podem ser observadas na **Figura 28**.





c)

Figura 28 - Aparência final da brasagem em alto vácuo, a) Presença de porosidades internas e irregularidades superficiais, b) Descolamento na interface metal/opaco e c) Vista frontal do descolamento na interface metal/opaco

Por esta razão optou-se pela atmosfera de argônio, a qual apresentou resultados satisfatórios e com uma boa aparência final da cerâmica, livre de irregularidades e de borbulhas internas e sem descolamentos na interface. Isto devido a que os níveis de vácuo utilizados e a posterior pressão positiva de argônio não descolam o material cerâmico particulado antes da brasagem. Os resultados finais de cor e rugosidade são próximos aos obtidos nos processo convencionais de fabricação no laboratório protético, como se mostra na **Figura 29**. A totalidade das amostras avaliadas microestrutural e mecanicamente foram brasadas nesta atmosfera de argônio.

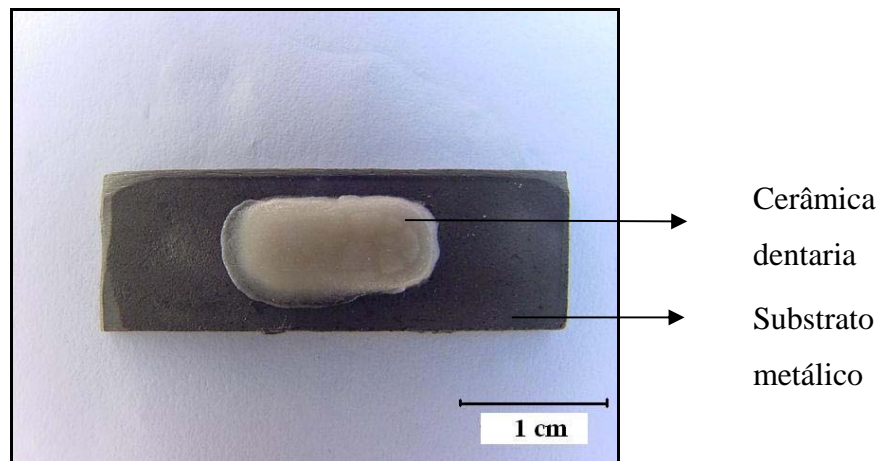


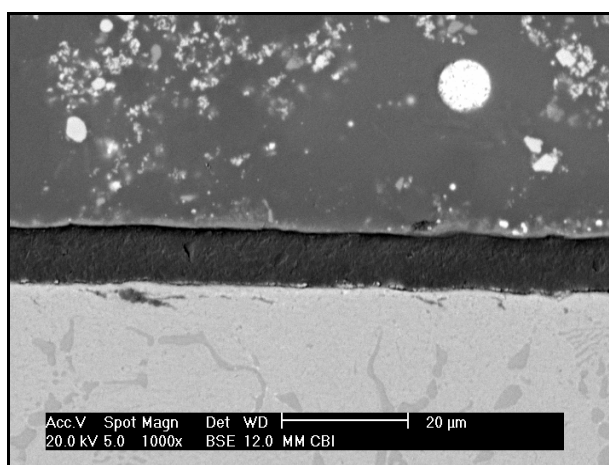
Figura 29 - Aparência final da brasagem em atmosfera de argônio ultra-puro

4.2.3 Observações sobre a microestrutura da área de interface

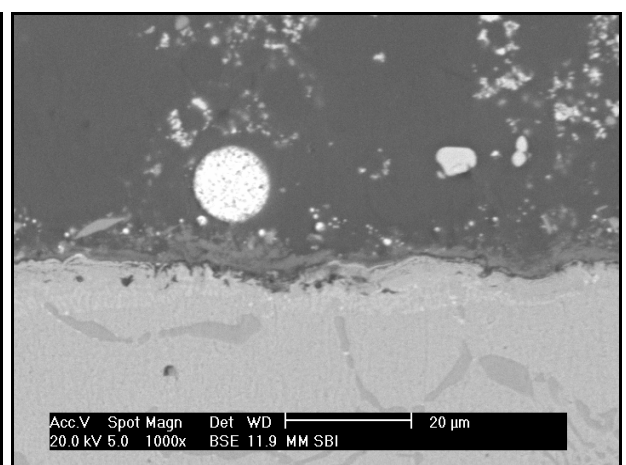
Nas micrografias obtidas por microscopia eletrônica observa-se o filme de titânio, não se pode afirmar que exista uma camada de reação entre ele e os materiais em contato direto, é dizer com a liga metálica e com a cerâmica. Pode-se ver detalhadamente que a união do titânio com o material de base e com a cerâmica é constante e homogênea tanto na deposição mecânica quanto na deposição por plasma. Ver a) b)

Figura 30 e a) b)

Figura 31.



a)



b)

Figura 30 - Micrografias do filme de titânio depositado mecanicamente, a) Liga Suprem Cast V e b) Liga Suprem Cast SB.

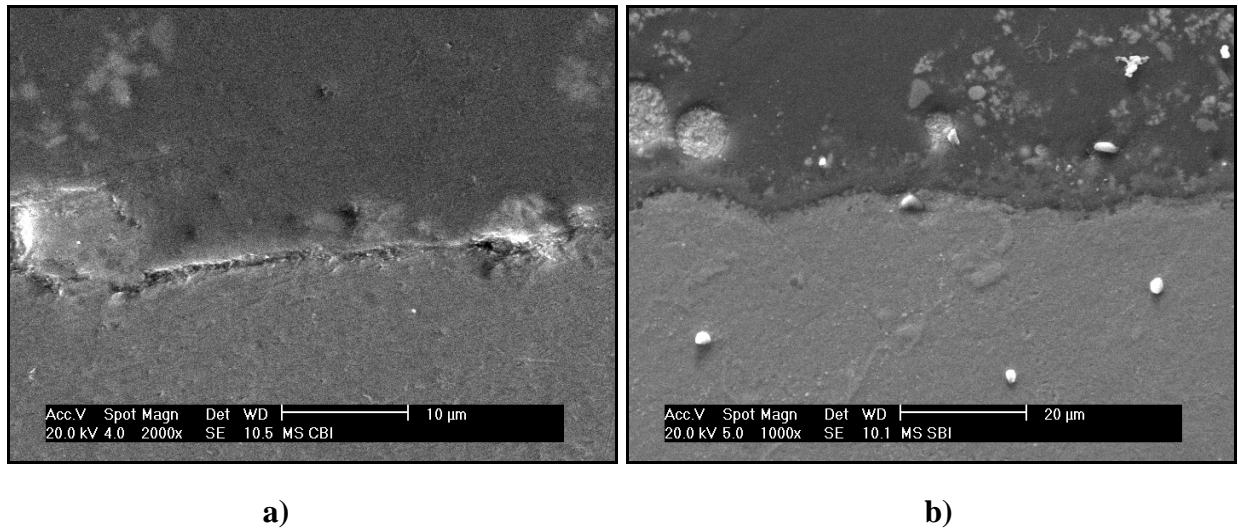


Figura 31 - Micrografias do filme de titânio depositado por *magnetron sputtering*, a) Liga Suprem Cast V e b) Liga Suprem Cast SB.

Na amostra metalizada mecanicamente e brasada em atmosfera de argônio com material de base sem berílio, observou-se a formação de cristallitos cerâmicos na interface titânio/opaco.

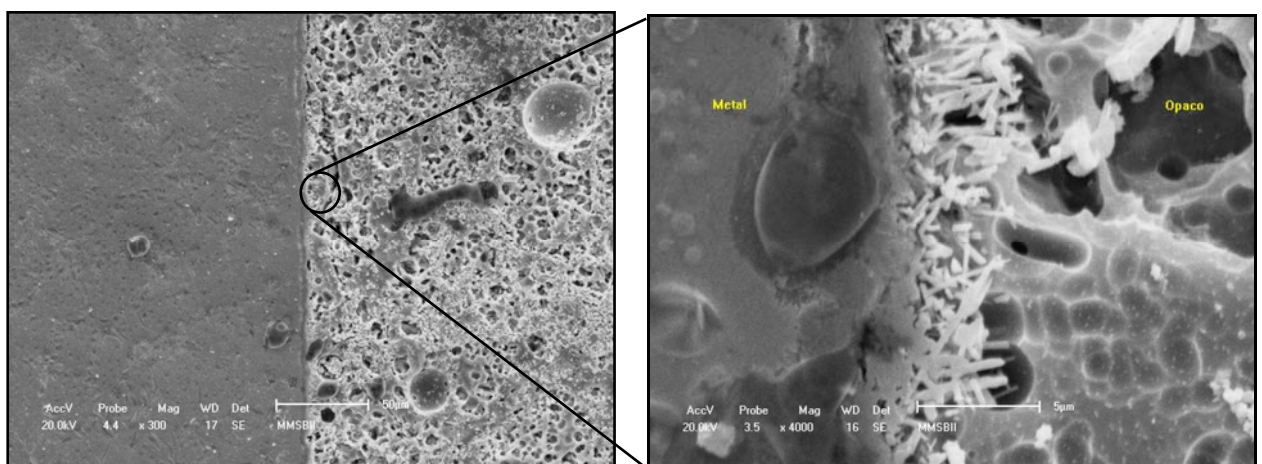
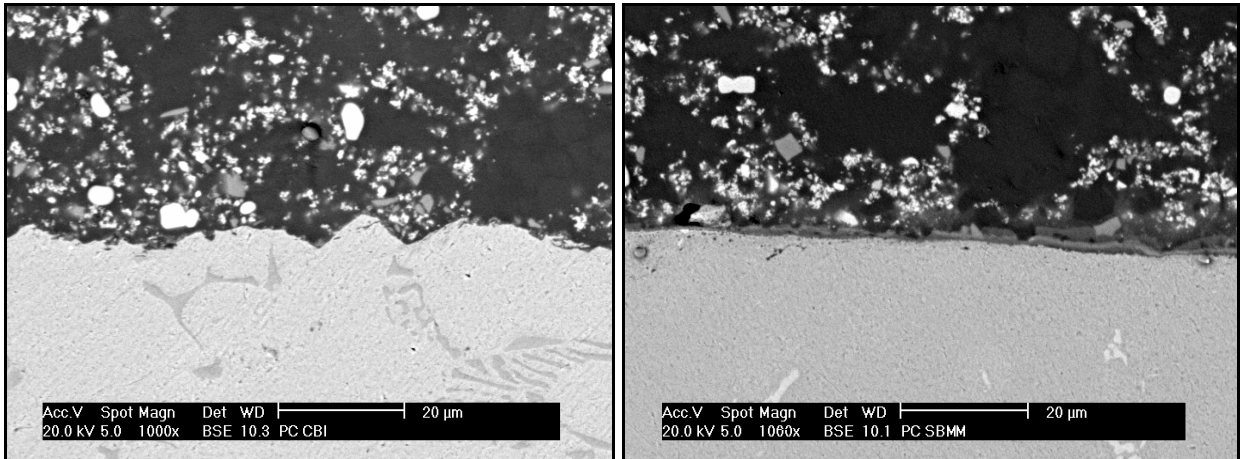


Figura 32 - Presença de cristallitos cerâmicos na interface Ti/Opaco na amostra brasada em atmosfera de argônio com metalização mecânica e liga sem berílio. Fotografia geral da interface (esq.) e detalhe dos cristallitos (dir.)



a)

b)

Figura 33 - Fotografias da interface metal/cerâmica brasadas pelo processo convencional.

a) Sem camada de titânio e b) com metalização mecânica.)

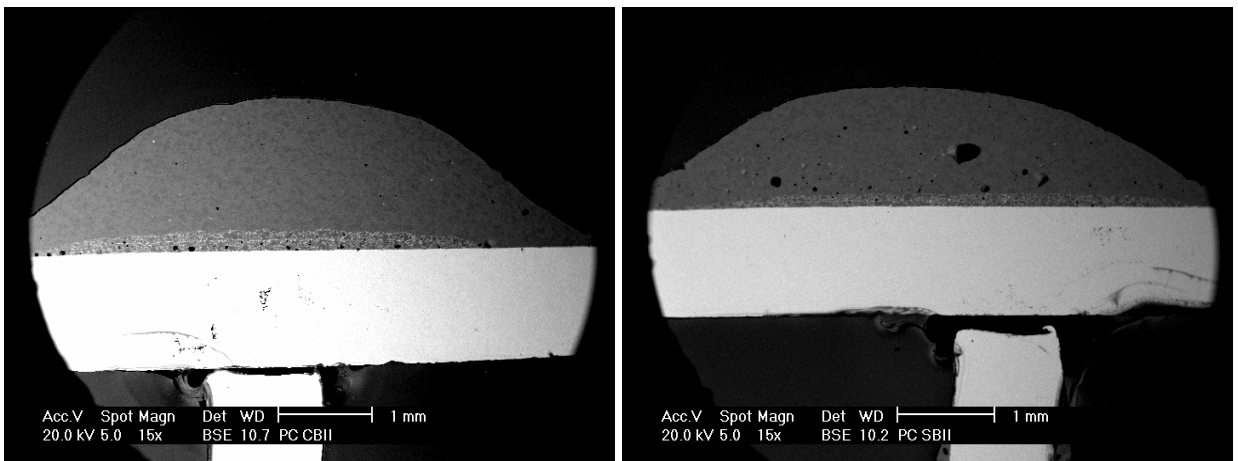


Figura 34 - Porosidades típicas do processo de brasagem convencional

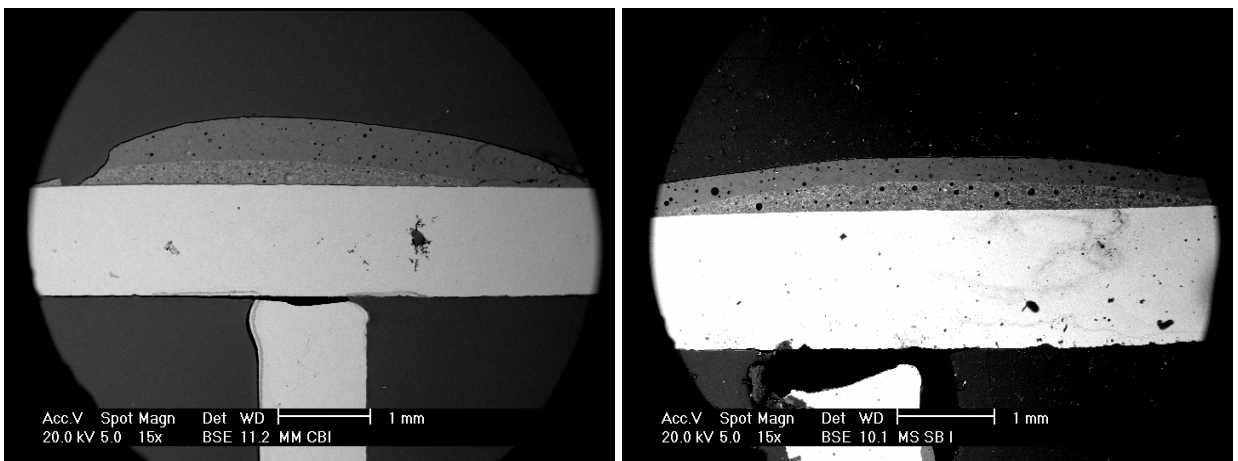


Figura 35 - Porosidades típicas do processo de brasagem em argônio

Como pode ser observado nas **Figura 34, Figura 35** a) b)

Figura 36 nos processo convencional de brasagem apresenta-se uma quantidade menor de poros do que na brasagem em atmosfera de argônio, mas no primeiro processo observa-se uma concentração de poros na interface metal/cerâmica, detalhado na **Figura 37**, e um grande poro no corpo-de-prova com liga sem berílio.

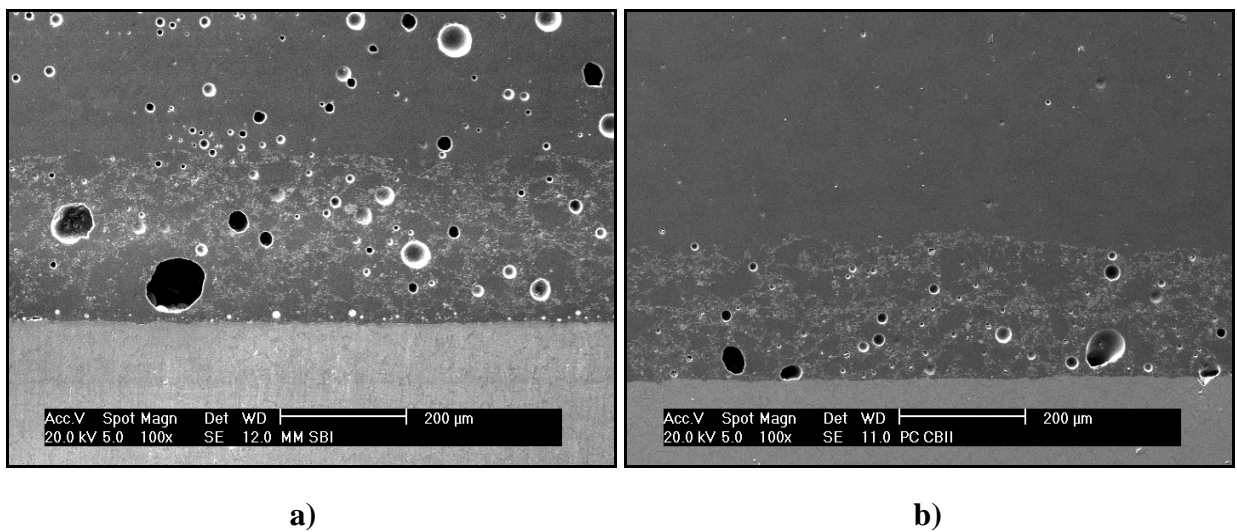


Figura 36 - Comparação da distribuição dos poros na região da interface nos dois processos de brasagem, a) em atmosfera de argônio e b) processo convencional.

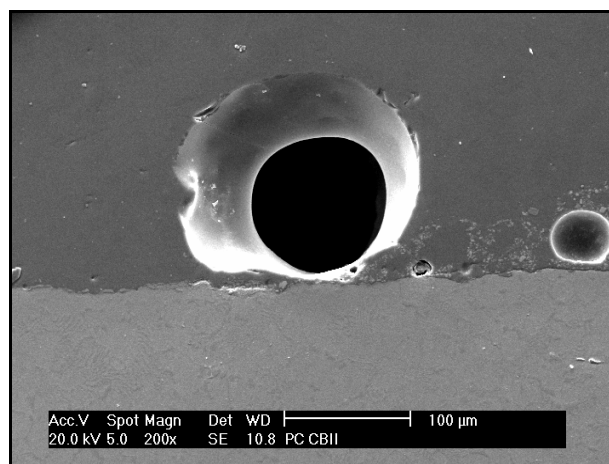


Figura 37 - Detalhe de poro na interface metal/cerâmica no processo convencional de brasagem

4.3 Resistência Mecânica à flexão

Na **Tabela 7** são apresentados os resultados da resistência à flexão das uniões brasadas e posteriormente são comparados os parâmetros de processo e composição química das ligas utilizadas.

Tabela 7 - Resultados de resistência à flexão

Atmosfera de Brasagem		Designação	Deposição do titânio	Liga	Tensão de Ruptura (MPa)
Valor padrão de comparação	Processo convencional	PCCB	Sem	Com Berílio	31 ± 3
Valor padrão de comparação	Processo convencional	PCSB	Sem	Sem Berílio	31 ± 1
Processo convencional		PCCBMM	Mecânica	Com Berílio	35 ± 3
Processo convencional		PCSBMM	Mecânica	Sem Berílio	33 ± 3
Brasagem argônio		MMCB	Mecânica	Com Berílio	32 ± 3
Brasagem argônio		MMSB	Mecânica	Sem Berílio	26 ± 3
Brasagem argônio		MSCB	<i>Magnetron sputtering</i>	Com Berílio	34 ± 5
Brasagem argônio		MSSB	<i>Magnetron sputtering</i>	Sem Berílio	24 ± 2

Não se dispõe de dados de resistência para este tipo de corpo-de-prova na literatura, para o material cerâmico, achou-se uma resistência em torno de 60 a 70 MPa (Araújo 2003). Razão pela qual, adotou-se como padrão de comparação os valores obtidos no processo convencional de brasagem, amostras denominadas PCCB e PCSB como visto na **Tabela 7**

Uma primeira verificação observada no processo convencional de brasagem é que a liga Suprem Cast SB, sem berílio, apresentou idênticos valores de resistência à flexão do que a liga Suprem Cast V, com berílio, resultado que complementa a tendência médica e comercial de utilização de ligas livres de berílio, devido aos riscos potenciais à saúde que este elemento envolve. Na **Figura 38** pode ser observado que o melhor resultado nas amostras com berílio foi o processo PCCBMM e o menor foi o processo PCCB, resultado que podem ser considerados idênticos; já nos resultados nas amostras sem berílio, pode ser observada uma diferença considerável nos resultados obtidos, sendo o melhor deles o obtido no processo PCSBMM e o menor no MSSB. Também pode ser observado que, os resultados obtidos no processo convencional de brasagem são praticamente iguais quando comparadas as amostras com e sem berílio.

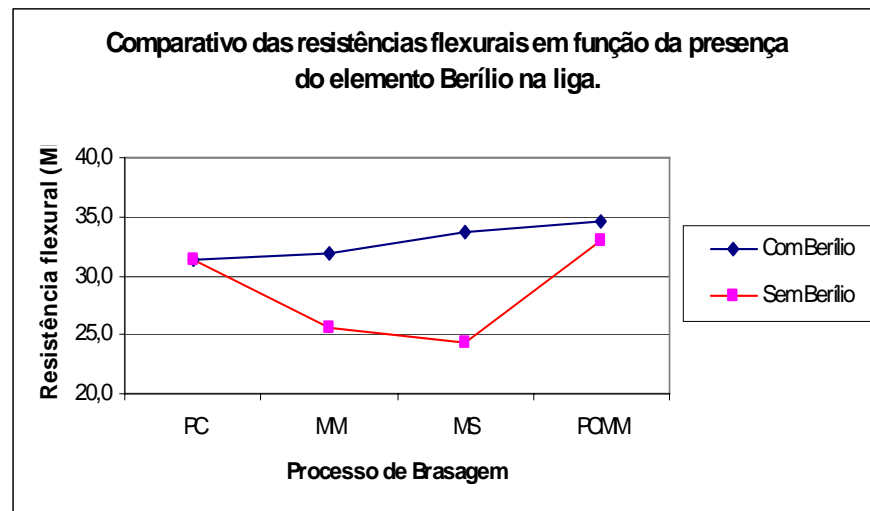


Figura 38 - Gráfico comparativo das resistências flexurais em função da presença do elemento Berílio na liga.

Quando comparados os valores de resistência do processo convencional de brasagem, verificou-se uma tendência de melhora na resistência com a metalização mecânica, como pode

ser observado na **Figura 39**; isto somado a os resultados obtidos nos estudos realizados por Buschinelli et al (2005), donde o titânio melhora o comportamento nos testes de tribocorrosão dos sistemas metalocerâmicos, diminui a taxa de corrosão e aumenta a vida útil do produto, gera uma grande vantagem em futuras aplicações das uniões metalocerâmicas produzidas por este processo.

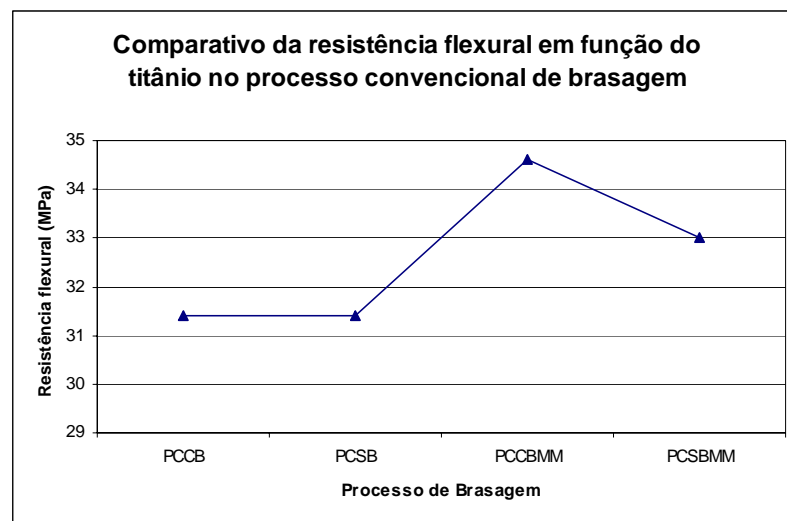


Figura 39 - Diagrama comparativo da resistência flexural em função do titânio no processo convencional de brasagem

Analisando os resultados obtidos das amostras com metalização mecânica no processo de brasagem em argônio, pode ser observada claramente uma diferença na resposta que depende do material de base. Isto é, existe uma queda sensível na resistência flexural, da ordem de 6MPa, das ligas Suprem Cast-SB metalizadas mecanicamente e brasadas em atmosfera de argônio se comparada com os valores padrão e com os obtidos no processo convencional com metalização mecânica. O mesmo comportamento das liga Suprem Cast-SB é observado no processo de brasagem em atmosfera de argônio com deposição de titânio por magnetron sputtering, evidenciando uma queda na resistência da ordem de 9MPa, como se observa na **Figura 40**.

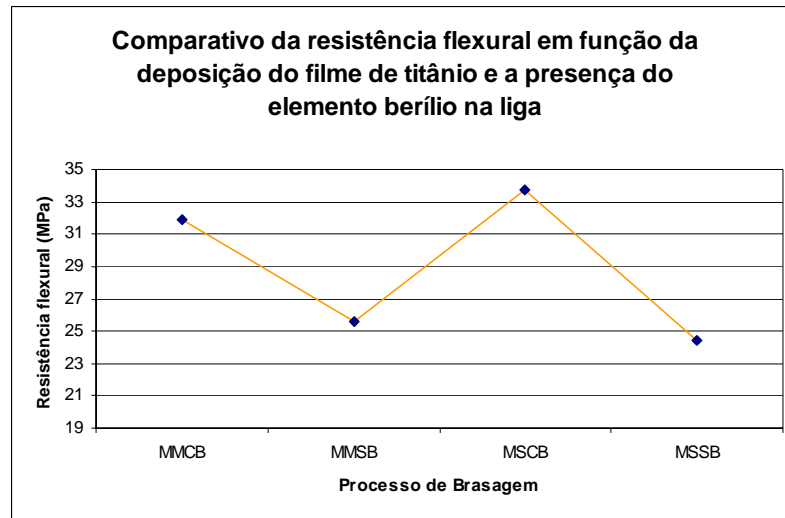


Figura 40 - Diagrama comparativo da resistência flexural em função da deposição de titânio e a presença do elemento berílio na liga

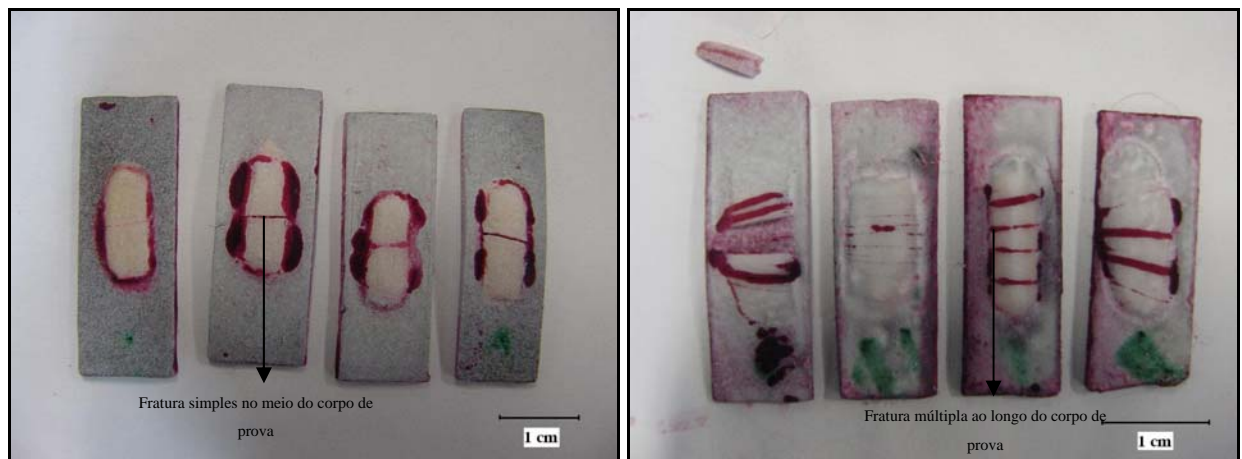
Quando comparados os resultados de resistência mecânica das ligas com berílio, obtidos nos dois processos de brasagem, observou-se que todos se encontram dentro dos mesmos limites de resistência, na ordem de 32MPa em média. Tanto para as uniões com filme de titânio quanto para as que não.

Ao serem comparados os resultados de resistência mecânica das ligas sem berílio, dos dois processos de brasagem utilizados, pôde-se observar uma diminuição sensível da resistência nas uniões realizadas no processo de brasagem em atmosfera de argônio. Esta diminuição foi atribuída à composição química das ligas, combinado com a adição de titânio, mais do que à atmosfera de brasagem como pôde ser observado na **Figura 38**

4.3.1 Relação entre Resistência à Flexão e Tipo de Fratura

Após os ensaios de flexão, realizou-se o ensaio não-destrutivo de líquidos penetrantes, como o qual evidenciaram-se dois tipos diferentes de fratura na cerâmica tal como visto na **a) processo convencional)** **b) brasagem em argônio**

Figura 41.



a) processo convencional)

b) brasagem em argônio

Figura 41 - Fotografias dos dois tipos de fraturas presentes na cerâmica, a) fratura simples no processo convencional e b) fratura múltipla na brasagem em argônio

Determinou-se que estes tipos de fratura dependem do processo de brasagem realizado, sendo a fratura simples característica do processo de brasagem convencional no forno protético, e a fratura múltipla apresenta-se unicamente nos corpos-de-prova brasados em atmosfera de argônio. Os resultados dos tipos de fratura são resumidos na **Tabela 8**.

Tabela 8 - Quantificação dos tipos de fratura apresentados na cerâmica

Processo de Brasagem		Amostras que apresentaram fratura simples	Amostras que apresentaram fratura múltipla
Brasagem em argônio	MMCB	1	3
	MMSB	0	4
	MSCB	1	3
	MSSB	1	3
Processo convencional	PCCB	4	0
	PCSB	4	0
	PCCBMM	4	0
	PCSBMM	4	0

As fraturas simples dos corpos-de-prova brasados pelo processo convencional apresentam também um comportamento característico nas curvas de Resistência flexural X Deslocamento, apresentados na **Figura 42**, onde pode ser observado o ponto de inflexão bem marcado na curva do gráfico no momento da fratura.

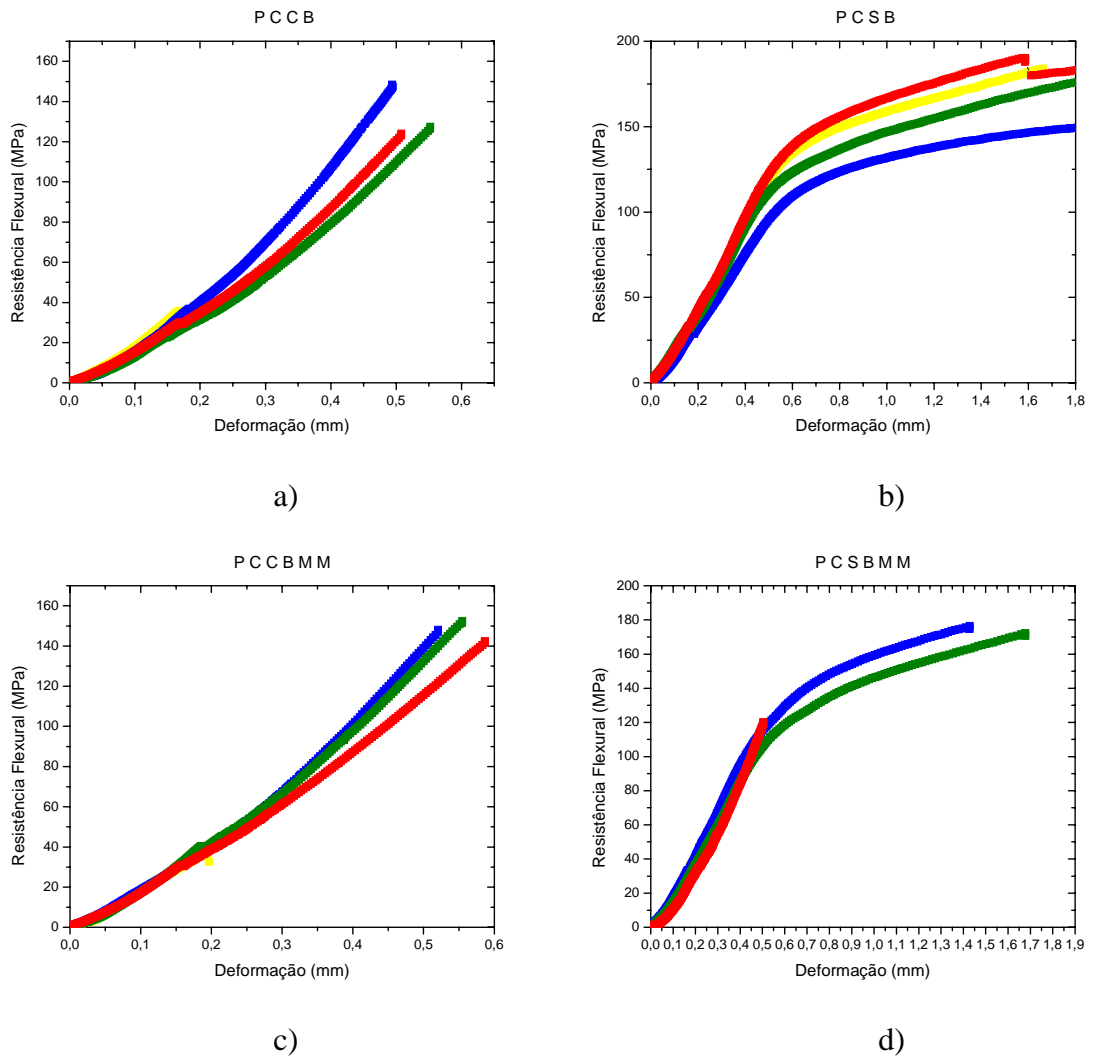


Figura 42 - Gráficos de Resistência flexural X Deformação das uniões brasadas por processo convencional de brasagem e donde o fenômeno de fratura simples é característico. a) com berílio, b) sem berílio, c) metalização mecânica com berílio e d) metalização mecânica sem berílio.

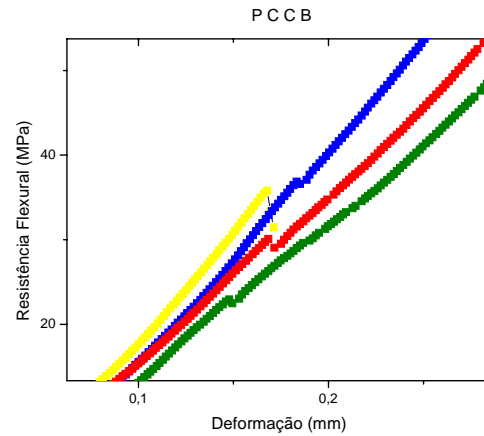
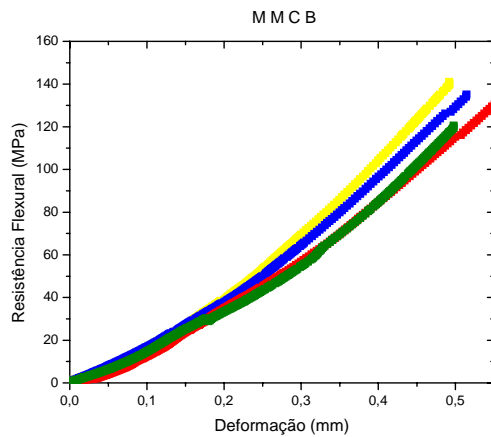
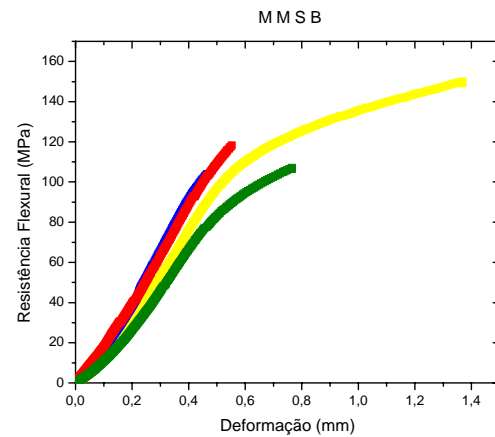


Figura 43 – Detalhe da área de fratura dos gráficos de Resistência flexural X Deformação das uniões brasadas por processo convencional de brasagem e donde o fenômeno de fratura simples é característico.

Há diferença do comportamento da curva nos processos de brasagem em atmosfera de argônio, visto que, na linha do gráfico a fratura não é tão marcada quanto nos gráficos dos processos convencionais de brasagem, nestes, ela se apresenta de uma forma mais gradativa e sutil, como se mostra na **Figura 45 e Figura 44**.



a)



b)

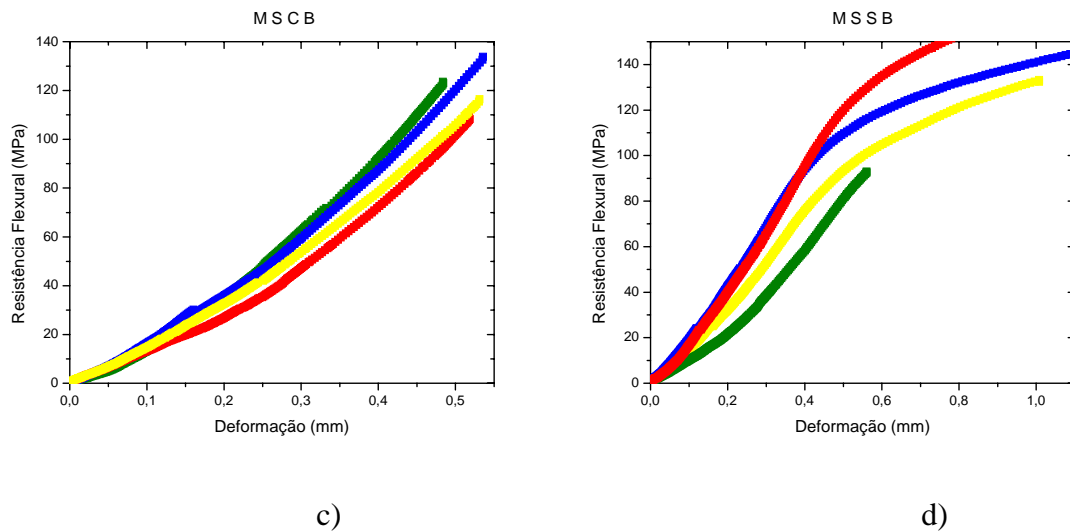


Figura 45 - Gráficos de resistência flexural X deslocamento das uniões brasadas por processo de brasagem em atmosfera de argônio e donde se apresenta o fenômeno de fratura múltipla. a) metalização mecânica com berílio, b) metalização mecânica sem berílio, c) *magnetron sputtering* com berílio e d) *magnetron sputtering* sem berílio.

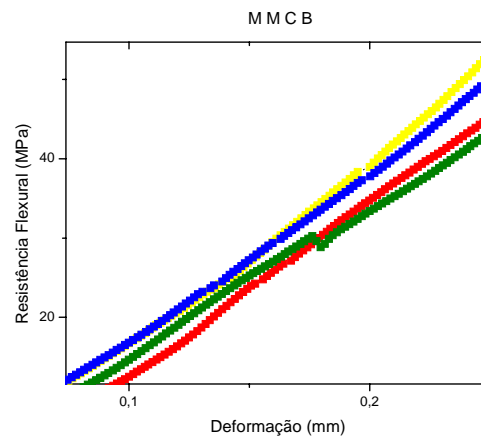


Figura 46 - Detalhe da área de fratura dos gráficos de Resistência flexural X deslocamento das uniões brasadas por processo de brasagem em atmosfera de argônio e donde se apresenta o fenômeno de fratura múltipla.

Estas diferenças no modo de fratura em função do processo de brasagem, podem ser explicadas a partir das características técnicas de cada um deles. No processo de brasagem

convencional a taxa de aquecimento dos corpos-de-prova durante a brasagem são de 70°C/min para a queima do opaco e 55°C/min para a queima da cerâmica, muito altos se comparados com a máxima taxa de aquecimento do forno Jung no processo de brasagem em atmosfera de argônio, que é de 16°C/min. A taxa de resfriamento não é controlada, mas é muito mais severa no primeiro processo do que no segundo.

Poder-se-ia dizer que no processo de fraturas múltiplas existe uma resistência menor do que no processo de fraturas simples. Este fato pode ser atribuído à diferença entre os dois padrões de aquecimento e resfriamento, visto que existe uma disparidade entre as taxas de aquecimento dos fornos utilizados e no fato de ter uma porosidade notoriamente menor no processo convencional de brasagem quando comparado com o processo de brasagem em atmosfera de argônio.

Capítulo 5

5 CONCLUSÕES

As análises dos resultados obtidos no estudo permitem formular as seguintes conclusões:

- Os corpos-de-prova cilíndricos confeccionados inicialmente para o estudo demonstraram não ser adequados para o estudo devido à falta de uma superfície adequada para a eliminação do vapor de água gerado no aquecimento.
- Os corpos-de-prova em forma de placas demonstraram ser ideais para o estudo metalográfico e de resistência flexural.
- A alternativa de brasagem em atmosfera de argônio utilizada no estudo, a pesar de não ser empregada atualmente na indústria odontológica, demonstrou ser viável desde o ponto de vista técnico, evidenciando ter um bom comportamento nos resultados finais no referente à estética, características metalográficas e mecânicas do produto final, protegendo satisfatoriamente da oxidação o filme de titânio depositado.
- A resistência mecânica obtida pelo processo de brasagem em atmosfera de argônio com deposição de um filme de titânio é do mesmo nível daquela obtida pelo processo convencional.
- A atmosfera de alto vácuo, inicialmente planejada para brasagem dos corpos-de-prova não é a indicada para este tipo de materiais, já que foi causa de porosidade excessiva e descolamento da interface metal/opaco, devido à extração repentina dos gases retidos na cerâmica.

- A deposição do filme de titânio com a técnica de *magnetron sputtering* apresentou uma camada mais homogênea e livre de defeitos, mas não evidenciou uma diferença significativa na resistência mecânica final quando comparada com a obtida com a camada de titânio depositada mecanicamente, a qual tem uma maior heterogeneidade superficial.
- No processo de brasagem com atmosfera de argônio e filme de titânio, foi visível uma queda significativa na resistência mecânica obtida com o uso das ligas sem berílio, quando comparada com os resultados obtidos com a liga Suprem Cast-V, tanto na deposição mecânica quanto na deposição via *magnetron sputtering* do filme de titânio.
- Apesar de apresentarem valores de resistência similares, os dois processos de brasagem utilizados evidenciaram números de fratura diferentes donde o processo convencional de brasagem mostra uma fratura única e simples, enquanto o processo de brasagem com atmosfera de argônio apresenta fratura múltiplas.

6 SUGESTÕES

- Estudar o efeito da atmosfera da brasagem de argônio com as taxas de aquecimento utilizadas no processo convencional de brasagem.
- Verificar se com este novo processo apresentam-se os mesmos tipos de fratura apresentados neste estudo.
- Relacionar os tipos de fratura com a porosidade obtida com este processo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARAÚJO J.L.N., *Análise in vitro da rugosidade superficial apresentada pelas porcelanas omega 900e vitadur alpha após a utilização de três diferentes sistemas de poliment.*, Dissertação de mestrado universidade de São Paulo, 2003.

ARRÓYAVE R., Eagar T. W., *Metal Substrate Effects on the Thermochemistry of Active Brazing Interfaces*. Department of materials science and engineering, Massachusetts Institute of Technology. Acta materialia 2003.

ATSÜ S., Berksum S., *Bond Strength of Three Porcelain to Two Forms of Titanium Using Two Firing Atmospheres*, the journal of prosthetic dentistry, 2000.

BEER F.P., Johnston E.R., *Mecânica Vetorial para Engenheiros*, McGraw-Hill, 3ª edição, 1980.

BEZZON O.L., Ribeiro R.F., Rollo J.M., Crosara S., *Castability and Resistance of Ceramometal Bonding in Ni-Cr and Ni-Cr-Be Alloys*, the journal of prosthetic dentistry, 2001.

BROWN D., *Dental Materials*, Materials World, Vol. 4 no. 5 pp. 259-61 May 1996

BUSCHINELLI A.J.A., Rocha L.A., Nascimento R.M., Martinelli A.E., Souza J.C., Araújo A.A., *Mechanical Metallization of NiCr with Ti for Odontological Joints*, anais do congresso europeu de materiais, resumo, 2005

CADAFALCH J. C., *Caracterización Microestructural y Mecánica de Materiales en Base a Cerámica Elaborados por la Tecnología CAD-CAM para su Utilización en Prótesis Odontológica*, Tesis Doctoral, Universidad de Barcelona, 2003

CALLISTER W.D., *Material Science and Engineering: An Introduction*, John Wiley and Sons Inc, 2000.

CERAMCO3, *Material Safety Data Sheet*, product identification, 2001

CERAMCO3, *Manual de Instruções de Uso do Fabricante*. S.D.

EFTEKHARI A., *Fractal Study of Ni-Cr-Mo Alloys for Dental Applications: Effect of Beryllium*. Electrochemical research center applied surface science 2003.

HERRMANN M., Rottenegger R., Tinschert J., Marx R., *The Effect of Corrosive Environment on the Porcelain-to-Metal Bond, A Fracture Mechanism Investigation*, dent matter, 1992

IRONSIDE J.G., Swain M.V., *Ceramics in Dental Restorations – A Review and Critical Issues* Journal of the Australasian Ceramic Society, Vol. 34 no. 2, pp. 78-91 (1998).

KAWACHI E Y, Bertran C A, Dos Reis R R, Alves O L, *Biocerâmicas: Tendências e Perspectivas de uma Área Interdisciplinar*, instituto de química UNICAMP, 2000.

MACHADO, I.G., *Soldagem e Técnicas Conexas: Processos*, Palloti, 1996.

METALS HANDBOOK, ASM International, 1978

MORI, R.N., *Estudo da Metalização e dos Parâmetros de Brasagem em Uniões Al_2O_3/Al_2O_3 e $Al_2O_3/Fe-Ni-Cr$* . Dissertação de mestrado, UFSC, 2003.

NASCIMENTO R.M. *Uniões Al_2O_3/Al_2O_3 e $Fe-Ni-Cr/Al_2O_3$ Produzidas por Brasagem com Metal Ativo*, dissertação de mestrado UFSC, 1997

NASCIMENTO, R.M., *Metalização Mecânica de Al_2O_3 para Brasagem Metal/Cerâmica*, tese de doutoramento, UFSC, 2001.

NAYLOR, W.P., *Introduction to Metal Ceramic Technology*, quintessence publishing Co. 1992.

NÓBREGA M. C., João M, La Croix S.P., *Prensagem Uniaxial de Cerâmica Dental*, medcenter, 2005.

NOVAES O. K. A., Neisser M. P., Souza P.C.R., Bottino M. A., *Mechanical Properties and Microstructural Analysis of a NiCr Alloy Cast Under Different Temperatures*, Braz J Oral Sci. January/March 2004 - Vol. 3 - Number 8.

O'BRIEN W.J., RYGE G., *Materiais Dentários*, interamericana, 1978.

Özcan M, *Fracture Reasons in Ceramic-Fused-to-Metal Restorations*, Journal of Oral Rehabilitation Volume 30 Issue 3 Page 265 - March 2003

PARK J.B., Bronzino J.D., *Biomaterials Principles and Applications*, crc press 2003.

PATTON W.J., *The Science and Practice of Welding*, Prentice-Hall Inc, 1967.

RATNER B.D., Hoffman A.S., Schoen F.J., Lemons J.E., *Biomaterials Science an Introduction to Materials in Medicine*, Elsevier Academic Press, 1996.

RICHERSON D.W., *Modern Ceramics Engineering*, Second Edition, Marcel Dekker Inc. 1992

ROLLO J. M., ROSSITTI S. M., *Restauração Metalocerâmica: um Estudo Comparativo da Compatibilidade Térmica de Ligas Ni-Cr e Porcelanas Odontológicas*, Revista de Odontologia da Universidade de São Paulo. 1999.

SCHWARTZ M. M., *Brazing* ASM International, 1987.

SCHWARTZ M.M., *Modern Metal Joining Techniques*, John wiley and sons, 1969.

SCOLARO j. M, Valle A. L. *Resistência de União Entre Cerâmico e Metal: uma Comparação Utilizando Três Tipos de Tratamento Superficial do Metal e Ciclagem Térmica*, Rev FOB v.10, n.1, p.43-49, jan./mar. 2002.

TIMOSHENKO S.P., *Resistência dos Materiais*, tradução da Terceira Edição, Ao Livro Técnico S.A., 1966.

TSETSEKOU A., Papadopoulos T., Adamopoulos O., *Microstructure Effect on the Properties of a Commercial Low-Fusing Dental Porcelain*, journal of materials science, materials in medicine 13, 2002.

WELDING HANDBOOK, *Welding Processes Arc Welding and Gas Welding and Cutting, Brazing, and Soldering*, AWS, volume 2 seventh edition, 1980.

WELDING HANDBOOK, *Resistance and Solid-State Welding and Other Joining Process*. AWS, volume 3 seventh edition 1980.

http://www.rafe.com.br/sql_encyclopedia/encic.asp acesso 21/10/2005

<http://www.azom.com/> acesso desde 26/07/2004

<http://www.webelements.com/> acesso desde 30/06/2004

<http://www.sciencedirect.com/> acesso desde 11/2003

<http://www.periodicos.capes.gov.br/> acesso desde 11/2003

http://www.infosolda.com.br/liquidos_penetrantes.htm acesso 20/09/2005

<http://www.lenntech.com/espanol/tabla-periodica.htm> acesso desde 20/05/2005

<http://www.talladium.com.br/> acesso desde 05/2004

http://www.ceramco.com/prod_porcelain_c3.shtml acesso desde 05/2004

<http://www.infomet.com.br> acesso desde 08/2004

<http://www.rc.unesp.br/igce/petrologia/nardy/bdleucita.html> acesso 10/2005