

# Universidade do Estado do Rio de Janeiro

Centro de Ciência e Tecnologia Faculdade de Engenharia

André Rocha Pimenta

Influência de tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas e metalúrgicas em liga odontológica à base de níquel-cromo

Rio de Janeiro 2009 André Rocha Pimenta

# Influência de tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas e metalúrgicas em liga odontológica à base de níquel-cromo.

Dissertação apresentada, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Mecânica dos Sólidos.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Marilia Garcia Diniz

Rio de Janeiro 2009

## CATALOGAÇÃO NA FONTE

### UERJ / REDE SIRIUS / BIBLIOTECA CTC/B

P644 Pimenta, André Rocha. Influência de tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas e metalúrgicas em liga odontológica à base de níquel-cromo / André Rocha Pimenta. - 2009. 118 f.
Orientador: Marilia Garcia Diniz. Dissertação (Mestrado) – Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Faculdade de Engenharia.
1. Engenharia Mecânica. 2. Metais – Tratamento térmico - Dissertações. 3. Ligas de níquel-cromo– Dissertações. I. Diniz, Marilia Garcia. II. Universidade do Estado do Rio de Janeiro. III. Título.

Autorizo, apenas para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação, desde que citada a fonte.

Assinatura

Data

André Rocha Pimenta

# Influência de tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas e metalúrgicas em liga à base de níquel-cromo.

Dissertação apresentada, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Mecânica dos Sólidos.

Aprovado em: 25 de novembro de 2009.

Banca Examinadora:

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Marilia Garcia Diniz (Orientadora) Faculdade de Engenharia - UERJ

Prof. Dr. Francisco José Da Cunha Pires Soeiro Faculdade de Engenharia - UERJ

Prof. Dr. Mauro Sayão de Miranda Faculdade de Odontologia - UERJ

Prof. Dr. Ivan Guillermo Solórzano Naranjo Departamento de Engenharia de Materiais - PUC Rio

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Lavinia Maria Sanabio Alves Borges Faculdade de Engenharia Mecânica - UFRJ DEDICATÓRIA

À minha família pela dedicação, compreensão e estimulo.

#### AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Nadia Maria Rocha Pimenta e José Maria Paolucci Pimenta, pelos anos de dedicação a minha educação e pelo exemplo de vida.

Aos meus irmãos, Bruno Rocha Pimenta e Bárbara Rocha Pimenta, pelos anos de convivência e companheirismo.

A minha orientadora, professora Marilia Garcia Diniz, pelo estímulo e dedicação a minha formação.

Aos meus alunos, fonte de motivação para dedicar-me aos estudos.

A todos os meus familiares pela ajuda e anos de convivência.

A todos aqueles que estiveram em minha vida durante esses anos de estudos, e partilharam noites e finais de semana de intensa leitura e confecção de trabalhos.

Em especial ao meu Pai, José Maria Paolucci Pimenta, pelo exemplo de pessoa, profissional e professor, que guia todos os meus passos.

#### RESUMO

PIMENTA, André Rocha. Influência de tratamento térmico nas propriedades mecânicas e metalúrgicas em liga odontológica à base de níquel-cromo. Rio de Janeiro. 2009. 118f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.

É crescente a preocupação com o desenvolvimento de materiais adequados a trabalharem interagindo com o corpo humano. Diversas pesquisas têm sido realizadas no desenvolvimento de biomateriais aplicáveis na odontologia, este empenho é justificável pelo grande número de intervenções cirúrgicas para extração de dentes realizadas em todo o mundo. Durante o processo de fabricação de reconstruções dentárias, que utilizam sistemas metalocerâmicos, é utilizado um tratamento térmico que tem a função de promover a adesão da porcelana ao metal. Entretanto, sabe-se que tratamentos térmicos podem alterar a microestrutura do material metálico, modificando suas propriedades. Este trabalho avaliou as modificações causadas em propriedades mecânicas e microestruturais da liga à base de níquel (FIT CAST-SB) utilizada para fins odontológicos, quando a mesma é submetida ao tratamento térmico para adesão da porcelana (denominado de "queima"). A liga foi inicialmente fundida através da técnica de centrifugação e cera perdida. Posteriormente, um grupo de amostras (grupo TT) foi submetido ao tratamento térmico de queima para adesão da porcelana e o outro grupo (grupo F), permaneceu apenas submetido ao processo de fundição. Os grupos F e TT foram submetidos a ensaio de tração. Nos grupos F e TT, e no material como recebido pelo fabricante (grupo CR), foram realizados ensaios de microdureza e caracterização microestrutural, esta ultima através da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os grupos F e CR foram submetidos à análise química quantitativa (em um espectrômetro de emissão atômica) e semi-quantitativa por um sistema de Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) acoplado ao MEV, sendo que esta ultima técnica também foi aplicada ao grupo TT. A técnica de tratamento digital de imagem foi aplicada às micrografias dos grupos F e TT, para a determinação de possíveis modificações quantitativas nas fases presentes, antes e após o tratamento térmico. Todos os resultados dos ensaios foram submetidos ao teste de hipótese nula (H<sub>0</sub>), para a distribuição t de Student. Concluiu-se que, para as amostras testadas, o limite de resistência foi superior ao fornecido pelo fabricante, respectivamente 559,39 e 545,55 MPa para os grupos F e TT, contra 306 MPa do fabricante. Enguanto o limite de escoamento foi ligeiramente inferior, 218,71 e 240,58 MPa para os grupos F e TT, respectivamente, contra 258 MPa do fabricante. Os resultados de microdureza ficaram entorno de 70HV, superior aos 21HV fornecido pelo fabricante. Pode-se afirmar, com 95% de confiabilidade, que não houve variação nas propriedades mecânicas e na microestrutura (quantidades de fases presentes e tamanho) antes e após a queima para adesão da porcelana, para os corpos de prova testados. A microestrutura da liga, guando observada em MEV no modo elétrons retroespalhados (modo BSE), é formada por uma matriz de estrutura dendrítica e coloração cinza, uma segunda fase interdendrítica de coloração branca e aspecto rendilhado, e precipitados de coloração preta, apresentando também porosidades.

Palavras-chaves: Ligas de níquel; Biomaterial; Ligas odontológicas; Queima da porcelana.

#### ABSTRACT

There is a growing concern with the development of suitable materials for interactive working with the human body. Many searchs have been carried in the development of biomaterials for odontology applications and this dedication is justifiable for the large number of surgical interventions for tooth extractions in the entire world. During the manufacturing process of dental reconstructions, which use metal-ceramic systems, a heat treatment is used to promote adhesion of the porcelain in the metal. However, it is known that heat treatment can change the metallic materials microstructure, changing their properties. This work evaluated the mechanical properties and microstructural changing of the nickel base alloy (FIT CAST-SB) used in odontology, when the alloy is submitted to the heat treatment for the porcelain adhesion (demented of "firing"). First the alloy was cast using the technical of centrifugation and lost-wax. After that, one samples group (TT group) was submitted for porcelain firing heat treatment and another group (F group), remained only cast. The F and TT groups were submitted to tensile test. The F and TT groups, and the material as received by the manufacturer (CR group), were submitted to microhardness test and microstructural characterization, this latter using scanning electron microscopic. The F and CR groups were submitted to quantitative chemical analysis (atomic emission spectroscopy) and semi-quantitative by Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) in the MEV, and this last technique was applied to TT group too. The digital images process technique was applied to micrographics of F and TT groups, to determine the changes in the material phases before and after heat treatment. All results were submitted to the hypothesis test of Student's t-distribution. For the samples tested, it was concluded that the tensile strength was higher then the manufacturer information, respectively 559,39 and 545,55 MPa for F and TT groups, against 306 MPa informed by the manufacturer. However, the yield point was slightly lower, 218,81 and 240,58 MPa for F and TT groups, respectively, against 258 informed by the manufacturer. The microhardness results were about 70HV, higher than 21HV informed by the manufacturer. It was concluded, with 95% of confiability, that there was no mechanical properties and microstructure (percent and size of the phases) changes, before and after porcelain firing, in the specimens used. The alloy microstructure, when observed by scanning electron microscopy (SEM) in backscattered electron mode (BSE mode) is formed by a matrix with dendritc structure and gray color, a second phase interdendritc with white color and lacy appearance, and black precipitates, and porosity are also found.

Keywords: Nickel alloy; Biomaterials; Dental alloy; Porcelain firing.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 01 -	Diagrama de equilíbrio da liga Ni-Cr	9
Figura 02 -	Diagrama de equilíbrio da liga Cr-Mo-Ni para temperatura de 1200°C4	0
Figura 03 -	Diagrama de equilíbrio da liga Cr-Mo-Ni para temperatura de 600°C4	0
Figura 04 -	Microestrutura da liga Wiron 99, como recebida, ataque: água régia,	
	microscopia óptica, 500X4	2
Figura 05 -	Microestrutura da liga Wiron 99, fundida a 1420°C, ataque: água régia,	
	microscopia óptica, 500X (P = precipitado; Po = porosidade)42	2
Figura 06 -	Microestrutura liga VeraBond, ataque: ácido nítrico e ácido acético	
	proporção: 1:1, microscopia óptica, 400X. Seta branca: matriz; seta	
	preta: fase lamelar4	3
Figura 07 -	Microestrutura liga Cast-V, ataque: ácido nítrico e ácido acético	
	proporção: 1:1, microscopia óptica, 400X. Seta branca: matriz; seta	
	preta: fase lamelar4	3
Figura 08 -	Microestrutura liga Tilite, ataque: ácido nítrico e ácido acético proporção:	
	1:1, microscopia óptica, 400X. Seta branca: matriz; seta preta: fase	
	lamelar44	4
Figura 09 -	Microestrutura da liga Matchmate, como fundida, ataque: eletrolítico em	
	ácido sulfúrico 10%, microscopia óptica4	5
Figura 10 -	Microestrutura da liga Matchmate, após a queima para coloração da	
	porcelana, ataque: eletrolítico em ácido sulfúrico 10%, microscopia	
	óptica4	5
Figura 11 -	Microestrutura da liga Dsign 10, como fundida, ataque: eletrolítico em	
	ácido sulfúrico 10%, microestrutura óptica4	6
Figura 12 -	Microestrutura da liga Dsing 10, após a queima para colocação da	
	porcelana, ataque: eletrolítico em ácido sulfúrico 10%, microscopia	
	óptica4	6
Figura 13 -	Micrografias em MEV e EDS correspondente para a liga Matchmate	
	antes (A) e após a queima para porcelana (B)4	7
Figura 14 -	Micrografias em MEV e EDS correspondente para a liga Dsing 10 antes	
	(A) e após a queima para porcelana (B)4	8

Figura 15 - Microestrutura da liga Litecast, antes da queima para adesão da
porcelana, ataque: NHO <sub>3</sub> e HCL, proporção: 1:4, microscopia óptica,
500X49
Figura 16 - Microestrutura da liga Litecast, após a queima para adesão da porcelana,
ataque: NHO $_3$ e HCL, proporção: 1:4, microscopia óptica, 500X50
Figura 17 - Microestrutura da liga NPXIII, antes da queima para adesão da
porcelana, ataque: eletrolítico em ácido oxálico 10%, microscopia óptica,
500X
Figura 18 - Microestrutura da liga NPXIII, após a queima para adesão da porcelana,
ataque: eletrolítico em ácido oxálico 10%, microscopia óptica, 500X51
Figura 19 - Taxa de corrosão das ligas níquel-cromo de acordo com o percentual de
cromo52
Figura 20 - Diferentes taxas de corrosão na liga Dsing 10, de acordo com o
percentual de cromo e molibdênio53
Figura 21 - Forno para tratamento térmico (aplicações odontológicas) PHOENIX
QUICK COOL
Figura 22 - Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) da etapa de oxidação do
tratamento térmico59
Figura 23 - Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) das etapas opac I e opac II do
tratamento térmico59
Figura 24 - Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) da etapa dentina I do tratamento
térmico60
Figura 25 - Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) da etapa dentina II do
tratamento térmico60
Figura 26 - Diferença entre conectividade (ou vizinhança) 4 e 864
Figura 27 - Gráficos tensão x deformação dos cinco corpos de prova do grupo F67
Figura 28 - Gráficos tensão x deformação dos cinco corpos de prova do grupo TT .67
Figura 29 - Gráfico com os limites de resistência para os grupos F e TT69
Figura 30 - Gráfico com os limites de escoamento para os grupos F e TT69
Figura 31 - Gráfico dos valores de dureza, comparando os resultados dos grupos
CR, F e TT73
Figura 32 - Aspecto microestrutural da amostra 01 do grupo F, aumento 100X, MEV,
modo BSE

, C
5
^
C
7
1
7
3
3
9
9
С
C
1
1
2
3
4
4
5
5
6
6

Figura 53 - Os pontos 1, 2 e 3 indicam as regiões onde foram realizados os testes de
EDS sobre a microestrutura na condição TT88
Figura 54 - Espectro do EDS do ponto 1 da Figura 5388
Figura 55 - Espectro do EDS do ponto 2 da Figura 5388
Figura 56 - Espectro do EDS do ponto 3 da Figura 5389
Figura 57 - O ponto 1 indica a região onde foi realizado o teste de EDS do espectro
da Figura 5889
Figura 58 - Espectro do EDS do ponto 1 da Figura 57. O pico de energia referente
ao titânio mostra-se intenso90
Figura 59 - O ponto 1 indica a região onde foi realizado o teste de EDS do espectro
da Figura 6090
Figura 60 - Espectro do EDS, do ponto 1 da Figura 59. Trata-se de um poro, uma
vez que o espectro obtido é semelhante ao da liga como um todo90
Figura 61 - Imagem exemplo para o uso do ImLab no processamento digital. MEV,
modo BSE, aumento 750X92
Figura 62 - Imagem da Figura 61 após comando Crop do ImLab93
Figura 63 - Imagem da Figura 62 após Pseudo Colors Hues94
Figura 64 - Imagem da Figura 62 após Pseudo Colors Black Body94
Figura 65 - Histograma da imagem da Figura 6295
Figura 66 - Imagem da Figura 62 após filtro Circular Mean ser passado três vezes.96
Figura 67 - Histograma da imagem da Figura 6696
Figura 68 - Imagem da Figura 66, após segmentação no tom 70. Comando
<i>Threshold</i> , do ImLab97
Figura 69 - Pequenas regiões pretas inseridas por equivoco na segmentação da fase
preta97
Figura 70 - Imagem da Figura 68, após comando Prune para objetos menores que 5
pixels
Figura 71 - Imagem exemplo onde se faz necessária a utilização do comando Fill
Holes
Figura 72 - Imagem da Figura 66 após segmentação no ponto mínimo do seu
histograma99
Figura 73 - Imagem da Figura 72 após comando <i>Close</i> 100
Figura 74 - Ilustração da importância do comando Close100
Figura 75 - Imagem da Figura 73 após comando Fill Holes101

Figura 76 - Imagem da Figura 75 após comando Prune101
Figura 77 - Imagens das Figuras 76 e 62 somadas102
Figura 78 - Quantificação dos objetos pretos, excluindo aqueles que tocam a borda
da imagem. Comando Find Regions, Touching Border False
Figura 79 - Quantificação dos objetos brancos, excluindo aqueles que tocam a borda
da imagem. Comando Find Regions, Touching Border False
Figura 80 - Quantificação dos objetos pretos, incluindo aqueles que tocam a borda
da imagem. Comando Find Regions, Touching Border True104
Figura 81 - Quantificação dos objetos brancos, incluindo aqueles que tocam a borda
da imagem. Comando Find Regions, Touching Border True104
Figura 82 - Gráfico com os valores percentuais das quantidades de matriz cinza para
os grupos F e TT106
Figura 83 - Gráfico com os valores percentuais das quantidades de segunda fase
branca (interdendrítica) para os grupos F e TT106
Figura 84 - Gráfico com os valores percentuais das quantidades de regiões pretas
para os grupos F e TT107
Figura 85 - Percentagem dos tamanhos da fase branca, entre 25 e 600 $\mu$ m <sup>2</sup> 108
Figura 86 - Percentagem dos tamanhos da fase branca, entre 3 e 26 µm <sup>2</sup> 109

### LISTA DE TABELAS

Tabela 01 ·	<ul> <li>Grupos de materiais metálicos para uso odontológico29</li> </ul>
Tabela 02 ·	- Tipos de ligas com alto teor de elementos nobres
Tabela 03 ·	- Limite de resistência de ligas Ni-Cr, fundidas por diferentes processos 37
Tabela 04 ·	- Alongamento de ligas Ni-Cr, fundidas por diferentes processos
Tabela 05 ·	- Microdureza de ligas Ni-Cr, fundidas por diferentes processos
Tabela 06 ·	- Composição química da liga FIT CAST-SB Plus, dados fornecidos pelo
	fabricante55
Tabela 07 ·	- Propriedades mecânicas da liga FIT CAST-SB Plus, dados fornecidos
	pelo fabricante55
Tabela 08 ·	- Resultado da análise química65
Tabela 09 ·	- Resultados dos ensaios de tração para o grupo F66
Tabela 10 ·	- Resultados dos ensaios de tração para o grupo TT66
Tabela 11 ·	- Comparação entre as composição químicas das ligas Tilite Star e FIT-
	CAST SB
Tabela 12 ·	- de f e t calculados e valores de $f_c$ e $t_c$ tabelados para os resultados de LE
	e LR70
Tabela 13 ·	- Resultados dos ensaios de microdureza para o grupo CR71
Tabela 14 ·	- Resultados dos ensaios de microdureza para o grupo F71
Tabela 15 ·	- Resultados dos ensaios de microdureza para o grupo TT72
Tabela 16 ·	- Valores de f e t calculados e valores de $f_c$ e $t_c$ tabelados para os
	resultados dos ensaios de microdureza74
Tabela 17 ·	<ul> <li>Comparação entre as composições químicas das ligas Matchmate e FIT-</li> </ul>
	CAST SB91
Tabela 18 ·	<ul> <li>Percentagem das regiões presentes nas amostras do grupo F105</li> </ul>
Tabela 19 ·	- Tabela 19 – Percentagem das regiões presentes nas amostras do grupo
	TT105
Tabela 20 ·	- Valores de f e t calculados e de $f_{\rm c}$ e $t_{\rm c}$ tabelados para os resultados da
	análise quantitativa das fases presentes108

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	Amostra
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ADA	American Dental Association
Ag	Prata
AI	Alumínio
ALCAP	Cerâmicas de Fosfato de Cálcio e Alumínio
Au	Ouro
Be	Berílio
BSE	Elétrons Retroespalhados
С	Carbono
°C	Graus Celsius
c/	Com
Со	Cobalto
Cr	Cromo
СР	Corpo de Prova
CR	Como Recebido
Cu	Cobre
Dr	Doutor
EDS	Espectroscopia por Dispersão de Energia
F	Fundido
f	Valor de f calculado para a distribuição F
f <sub>c</sub>	Valor de f critico, tabelado para a distribuição F
Fe	Ferro
Ga	Gálio
GLP	Gás Liquefeito de Petróleo
HCL	Ácido Clorídrico
HNO <sub>3</sub>	Ácido Nítrico
ΗV	Dureza Vickers
HV10	Dureza Vickers com força de ensaio de 98,07N
HV0,1	Dureza Vickers com força de ensaio de 0,9807N
In	Índio

lr	Irídio
ISO	International Standard Organization
LE	Limite de Escoamento
LR	Limite de Resistência
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
min	Minutos
mL	Mililitros
Мо	Molibdênio
MPa	Mega Pascal
N	Newton
Nb	Nióbio
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora
Ni	Níquel
0	Oxigênio
oxi-GLP	Oxigênio e Gás Liquefeito de Petróleo
Р	Precipitados
Pd	Paládio
Po	Porosidade
Pt	Platina
RGB	Red Green Blue
Rh	Ródio
S	Segundos
s/	Sem
t	Valor de t calculado para a distribuição t de Student
Та	Tântalo
t <sub>c</sub>	Valor de t critico, tabelado para a distribuição t de Student
ТСР	Cerâmicas Fosfato Tricálcico
Ti	Titânio
ТТ	Tratamento Térmico
V	Vanádio
W	Tungstênio
Х	Vezes
Zn	Zinco
%	Percentual

- γ' Gama Linha
- α Valor alfa para os testes de hipóteses
- < Menor
- μm<sup>2</sup> micrometros quadrados
- kPa Kilo Pascal

# SUMÁRIO

	INTRODUÇÃO	.19
1	REVISÃO DA LITERATURA	.21
1.1	Biomateriais	.21
1.1.1	Biocompatibilidade	.22
1.1.2	Tipos de Biomateriais	.23
1.1.2.1	Biomateriais metálicos	.23
1.1.2.2	Biomateriais poliméricos	.25
1.1.2.3	Biomateriais cerâmicos	.25
1.1.2.4	Biomateriais compósitos	.26
1.2	Biomateriais na Odontologia	.26
1.2.1	Ligas Metálicas	.27
1.2.1.1	Ligas à base de ouro	.28
1.2.1.2	Ligas à base de prata	.30
1.2.1.3	Ligas à base de paládio	.30
1.2.1.4	Ligas à base de cobre	.31
1.2.1.5	Ligas à base de cobalto	.32
1.2.1.6	Ligas à base de níquel	.33
1.2.2	Evolução da Técnica de Fabricação Odontológica	.33
1.3	Ligas Níquel-Cromo para Aplicações Odontológicas	.34
1.3.1	Propriedades Mecânicas das Ligas Ni-Cr	.34
1.3.2	Microestrutura das Ligas Ni-Cr	.37
1.3.3	Influência dos Elementos de Liga nas Ligas Ni-Cr	.50
1.3.3.1	Cromo	.51
1.3.3.2	Molibdênio	.53
1.3.3.3	Berílio	.53
1.3.3.4	Carbono	.53
2	MATERIAIS E MÉTODOS	.54
2.1	A Liga Níquel-Cromo	.54
2.2	Técnica de Fundição	.55
2.3	Tratamento Térmico para Adesão da porcelana	.56
2.4	Análise Química	.60

2.5	Ensaio de Tração60
2.6	Preparação Metalográfica60
2.7	Ensaio de Microdureza Vickers61
2.8	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)61
2.9	Tratamento Digital de Imagem62
2.10	Análise Estatística dos Resultados63
3	RESULTADOS E DISCUSSÃO64
3.1	Resultado da Análise Química Quantitativa64
3.2	Propriedades Mecânicas de Limite de Resistência e Limite de
	Escoamento
3.3	Propriedade Mecânica de Microdureza71
3.4	Caracterização Microestrutural74
3.5	Análise Química Semi-Quantitativa por EDS82
3.6	Resultados Obtidos pelo Tratamento Digital de Imagem91
4	<b>CONCLUSÃO</b>
	REFERÊNCIAS