

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 A Liga Níquel-Cromo

O material utilizado foi uma liga à base de níquel, desenvolvida para aplicações odontológicas e comercializada pela Talladium do Brasil, sob o nome comercial FIT CAST-SB Plus. A composição química fornecida pelo fabricante é apresentada na Tabela 06, sua principal característica é a ausência de berílio, elemento geralmente adicionado às ligas de níquel para diminuir a temperatura de fusão, porém de biocompatibilidade duvidosa, Asgar (1988), Morris et al. (1992) e Wassell, Walls e Steele (2002). Algumas propriedades mecânicas são fornecidas pelo fabricante e encontram-se na Tabela 07.

O material foi fornecido em lingotes de 5mm de diâmetro e 10mm de comprimento, comercializado em uma embalagem de 200g. A embalagem do fabricante não informa o lote de fabricação. Toda a pesquisa foi desenvolvida utilizando material de uma única embalagem.

Tabela 06 – Composição química da liga FIT CAST-SB Plus, dados fornecidos pelo fabricante.

Elemento	Quantidade
Ni	60,75 %
Cr	25 %
Mo	10 %
Si	2 %
Ti	< 1 %

Fonte: Talladium do Brasil (www.talladiumdobrasil.com.br; Acesso em: 05 de Jul. 2008).

Tabela 07 – Propriedades mecânicas da liga FIT CAST-SB Plus. Dados fornecidos pelo fabricante.

Alongamento	3 %
Limite de Elasticidade	258 MPa
Limite de Resistência	306 MPa
Dureza Vickers	203 MPa

Fonte: Talladium do Brasil (www.talladiumdobrasil.com.br; Acesso em: 05 de Jul. 2008).

2.2 Técnica de Fundição

A fundição dos corpos de prova foi realizada no Laboratório de Prótese da Faculdade de Odontologia da Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ). Os corpos de prova foram fabricados pela mesma técnica comumente utilizada por protéticos na fabricação de dispositivos odontológicos, denominada por eles como técnica de cera perdida por centrifugação. Foram fundidos dez cilindros, medindo 2,5mm de diâmetro e 30mm de comprimento.

Na etapa de criação do molde, bastões de cera pré-fabricados medindo 2,5mm de diâmetro e 30mm de comprimento foram utilizados como modelos, cinco destes bastões foram fixados na base formadora do cadinho, possibilitando a fusão de cinco corpos de prova simultaneamente. Um pacote de 90 gramas do revestimento Micro Fine 1700, fabricado pela Talladium do Brasil (www.talladiumdobrasil.com.br; Acesso em: 05 de Jul. 2008), foi preparado com 15 mL de líquido catalisador fornecido pelo fabricante e 7 mL de água destilada. Após o preparo, o revestimento foi vazado para recobrir os modelos de cera em uma câmara de vibração a vácuo, de forma a evitar formação de bolhas. Após 20 minutos do vazamento do revestimento, o mesmo foi levado ao forno, para aquecimento e remoção da cera dos modelos, o forno estava pré-aquecido a 750°C, e com temperatura final de 950°C, sem necessidade de controle de taxa de aquecimento, segundo recomendações do fabricante. Decorridos cinco minutos a 950°C, o molde foi removido do forno e encaminhado para fundição.

A matéria prima da liga FIT-CAST SB fornecida pelo fabricante foi fundida pelo processo de maçarico com Gás Liquefeito de Petróleo (GLP) e oxigênio. O GLP é formado de 50% propano e 50% butano (Copagas, www.compagas.com.br; Acessado em 18 Set. 2009). Durante a fundição, o maçarico foi operado a pressões de 27,58–34,48 kPa (4-5 psi) e 172,38–206,85 kPa (25-30 psi), para os gases GLP e oxigênio, respectivamente. O vazamento do metal foi realizado em uma centrífuga manual para fundição odontológica.

Após o resfriamento do molde, o revestimento foi retirado e os corpos de prova jateados com partículas de óxido de alumínio de 50 µm, a uma pressão de 551,6 kPa (80 psi), para total remoção do revestimento.

2.3 Tratamento Térmico para Adesão da Porcelana

Os dez corpos de prova foram divididos em dois grupos de cinco. Um dos grupos foi submetido ao tratamento térmico para adesão da porcelana, este grupo será denominado “grupo TT”, enquanto o outro permaneceu apenas fundido (tal como obtido após fundição, segundo técnica protética), que receberá a denominação “grupo F”. Um terceiro grupo foi considerado para análises, “grupo CR”, formado pelo material como recebido do fabricante, sem fundição protética e sem tratamento térmico. O tratamento térmico para adesão da porcelana é um procedimento utilizado pelos protéticos em reconstruções metalocerâmicas e é conhecido como “queima da porcelana” (LIU; WANG, 2007).

O tratamento térmico foi realizado em um forno PHOENIX QUICK COOL (Figura 21), destinado especificamente para tratamentos térmicos para a fabricação de dispositivos metalocerâmicos. Este tratamento térmico possui cinco etapas, que serão descritas a seguir.

1. Etapa de oxidação: O forno é pré-aquecido a 650°C, o material é inserido e permanece por 3min nesta temperatura. Em seguida, o forno é aquecido até 980°C, com taxa de 55°C/min. Após atingir a temperatura de 980°C, o material é mantido nesta temperatura por 2 min, seguido de resfriamento dentro do forno até 650°C e, posteriormente, ao ar tranquilo.

2. Etapa Opac I, o forno é pré-aquecido a 403°C, o material é inserido e permanece por 6min nesta temperatura. Em seguida, o forno é aquecido até 900°C, com taxa de 80°C/min. Após atingir a temperatura de 900°C, o material é mantido nesta temperatura por 2min, seguido de resfriamento dentro do forno até 403°C e, posteriormente, ao ar tranquilo.

3. Etapa Opac II: Igual à etapa anterior, isto é, repete-se o procedimento da etapa Opac I.

4. Etapa Dentina I: O forno é pré-aquecido a 403°C, o material é inserido e permanece por 3min nesta temperatura. Em seguida, o forno é aquecido até 870°C, com taxa de 60°C/min. Após atingir a temperatura de 870°C, o material é mantido nesta temperatura por 3min, seguido de resfriamento dentro do forno até 403°C e, posteriormente, ao ar tranquilo.

5. Etapa Dentina II: O forno é pré-aquecido a 403°C, o material é inserido e é imediatamente aquecido até 870°C, com taxa de 60°C/min. Após atingir a

temperatura de 870°C, o material é mantido nesta temperatura por 4min, seguido de resfriamento dentro do forno até 403°C e, posteriormente, ao ar tranquilo.



Figura 21 – Forno para tratamento térmico (aplicações odontológicas) PHOENIX QUICK COOL.

Os gráficos representando as etapas 1, 2 e 3, 4 e 5 do tratamento térmico são apresentados, respectivamente, nas Figuras 22, 23, 24 e 25. As taxas de resfriamento apresentadas nos gráficos referentes ao resfriamento dentro do forno e ao ar tranquilo, são valores estimados.

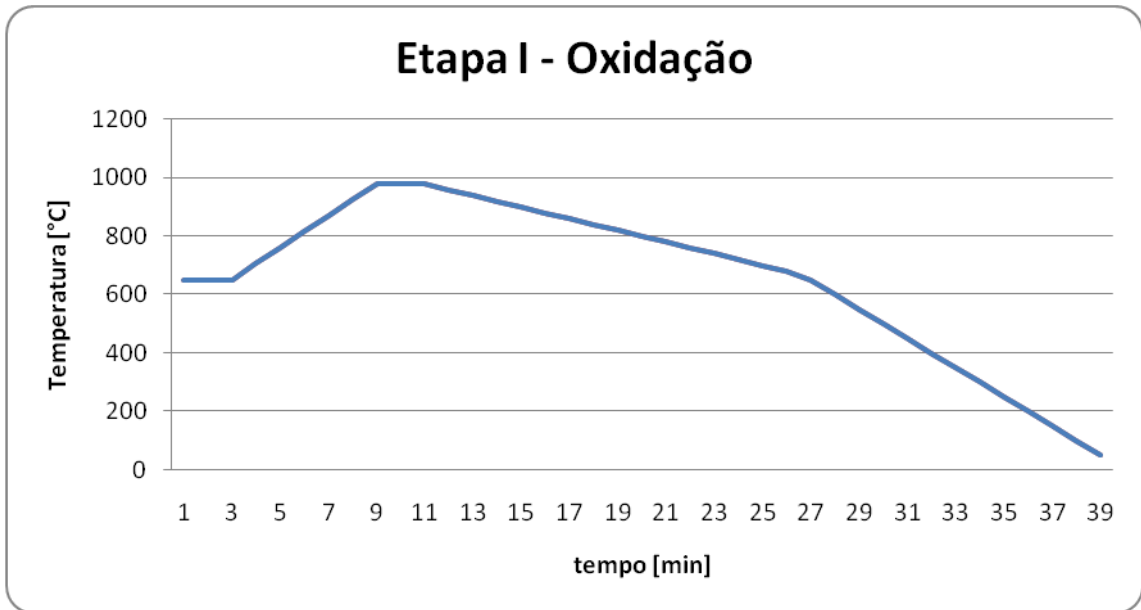


Figura 22 – Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) da etapa de oxidação do tratamento térmico

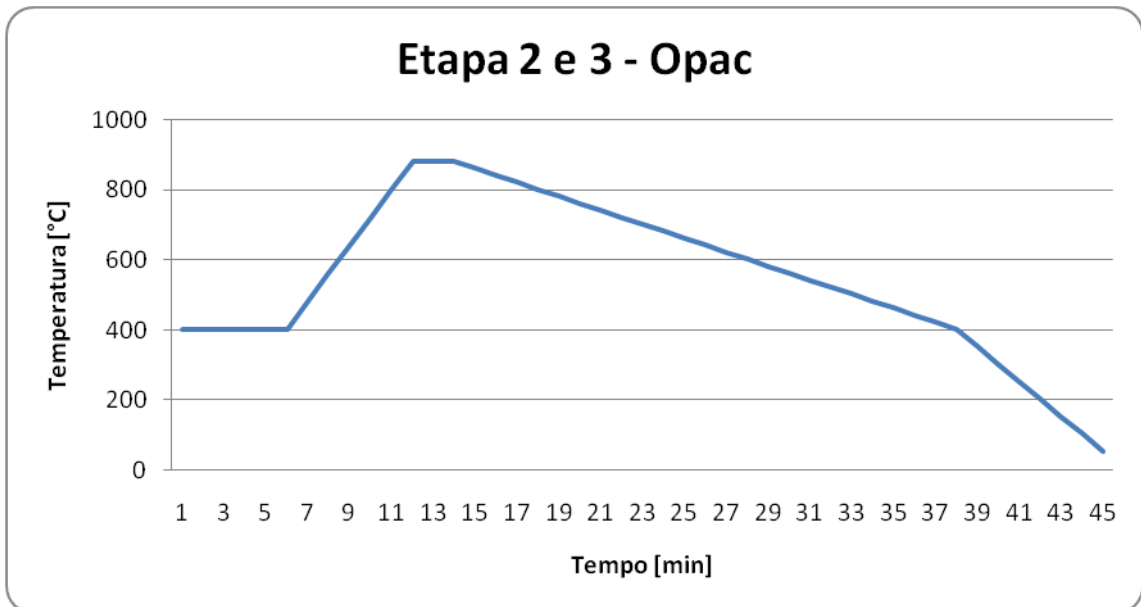


Figura 23 – Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) das etapas opac I e opac II do tratamento térmico

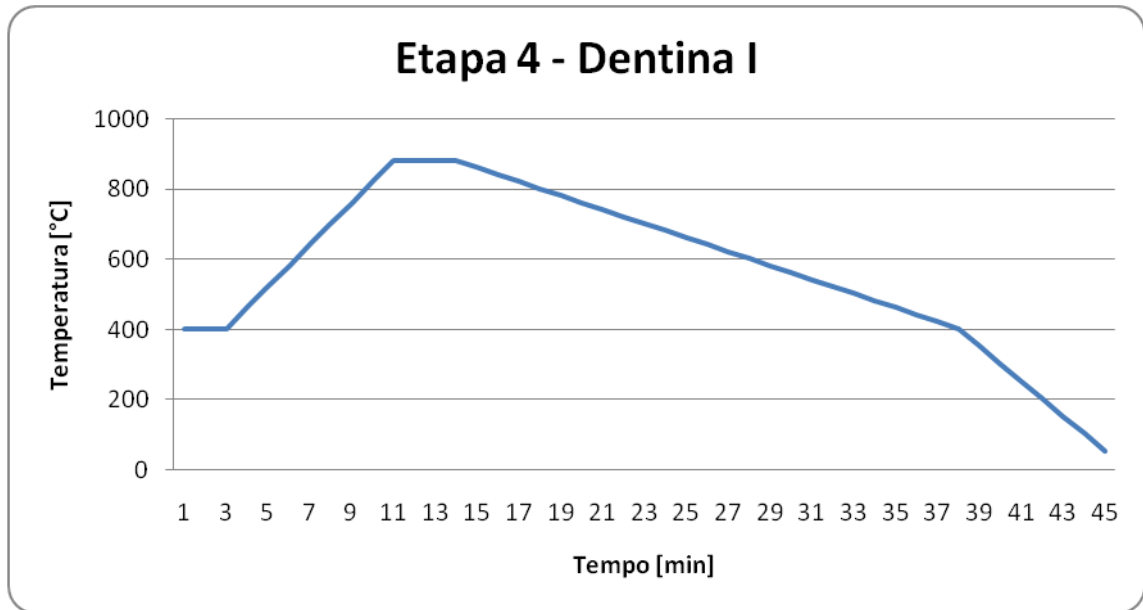


Figura 24 – Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) da etapa dentina I do tratamento térmico

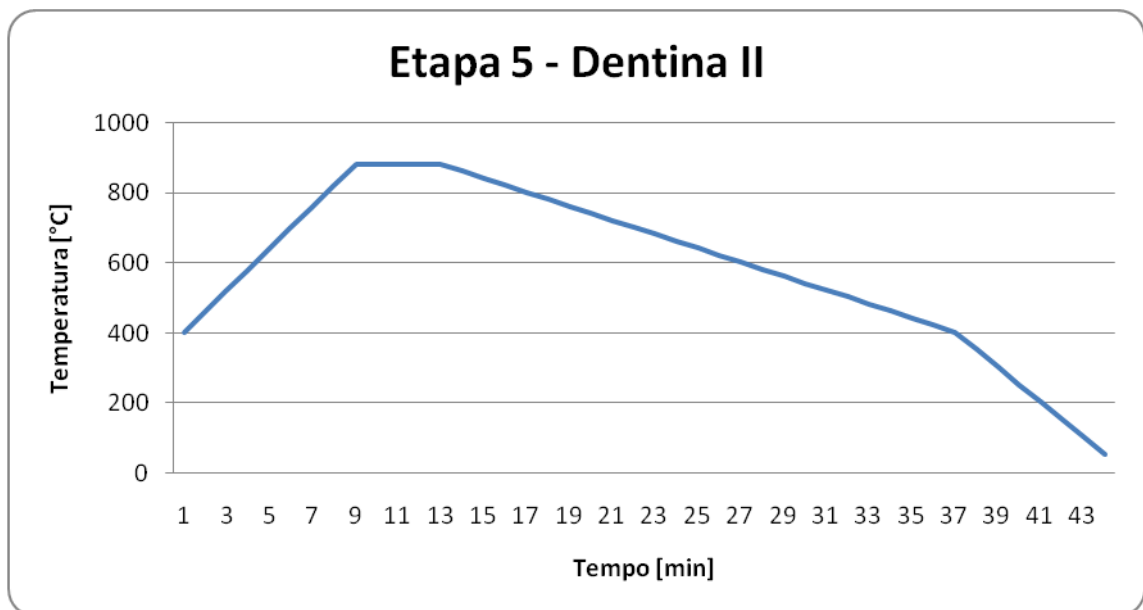


Figura 25 – Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) da etapa dentina II do tratamento térmico

Durante a fabricação de dispositivos odontológicos, os protéticos adicionam uma camada de porcelana (Opac ou Dentina) entre cada uma das etapas do tratamento térmico, porém, a adição da porcelana neste trabalho inviabilizaria a execução do ensaio de tração, portanto, a porcelana não foi aplicada durante a preparação das amostras.

2.4 Análise Química

Testes para verificar a composição química da liga foram realizados no Laboratório de ICP-MS (Espectrometria de massa) e ICP-OES (Emissão Atômica) do Departamento de Química da PUC-Rio (Pontifca Universidade Católica do Rio de Janeiro). Nos testes realizados, foi utilizado um espectrômetro de emissão atômica, modelo Optima 4300 CV, fabricado pela Perkin Elmer Instruments.

Foram verificados os percentuais dos três principais elementos químicos presentes na liga: níquel, cromo e molibdênio. Os testes foram realizados em uma amostra do grupo CR e em uma amostra do grupo F, retiradas de forma aleatória.

2.5 Ensaio de Tração

Os ensaios de tração dos corpos de prova foram realizados em uma Máquina Universal de Ensaio da marca EMIC, modelo DL10000, com velocidade de ensaio de 2,000 mm/min. O sistema é automatizado, permitindo relatórios para cada grupo de amostra.

Os dez corpos de prova foram ensaiados, cinco do grupo TT e cinco do grupo F. Não foi possível realizar ensaios de tração para o grupo CR, pois a geometria do material fornecido pelo fabricante impossibilitou a realização dos ensaios.

2.6 Preparação Metalográfica

Antes de submeter as amostras à Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), as mesmas foram preparadas com técnicas metalográficas de lixamento e polimento.

Os corpos de prova do ensaio de tração foram cortados em cortadeira metalográfica da marca Arotec, modelo COR 40, com sistema de refrigeração. Foram retiradas seções transversais dos corpos de prova de uma região distante tanto da fratura quanto da parte danificada pela garra do equipamento de ensaio de tração.

Após o corte, as amostras foram embutidas em resina de cura a frio e lixadas em lixadeira automática com lixas d'água nas granulometrias 100, 220, 440, 600,

800 e 1000, nesta ordem. Seguiu-se o polimento com pastas de diamante nas granulometrias 6, 3, 1 e $\frac{1}{4}$ μm , nesta ordem.

2.7 Ensaio de Microdureza Vickers.

Testes de microdureza vickers foram realizados em um microscópio da marca CARL ZEISS, modelo NEOPHOT 2. Os procedimentos dos testes foram realizados segundo a norma ABNT NBR NM ISO 6507-1, com força de 0,9807 N e tempo de aplicação de carga de 15 segundos. O valor da medida da diagonal da impressão do penetrador foi convertido em valor de dureza Vickers, segundo a norma ABNT NBR NM ISO 6507-4.

Os testes de microdureza foram realizados em uma amostra do grupo CR e em duas amostras de cada um dos grupos, F e TT, todas retiradas de forma aleatória. Foram realizadas cinco penetrações em cada amostra.

2.8 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura foi utilizada para obtenção de imagens da microestrutura das amostras. Um sistema de EDS (*X-Ray Energy Dispersive Spectroscopy*) acoplado ao MEV foi utilizado para análise semi-quantitativa dos elementos químicos existentes. Três amostras de cada um dos grupos TT e F, retiradas aleatoriamente do conjunto dos cinco corpos de prova de cada grupo, e uma amostra do grupo CR foram submetidas à análise por EDS. O MEV utilizado foi da marca JEOL, modelo JSM-6460, operando a 20kV e 80 μA .

Nesta etapa do trabalho, o MEV foi operado no modo elétrons retroespalhados (*backscattered X-Ray electrons*, BSE). Foram obtidas dez imagens de cada amostra analisada, de forma a permitir a realização de processamento digital de imagem.

A microscopia eletrônica de varredura obteve grande aceitação devido a sua versatilidade e simplicidade na preparação de amostras (MANNHEIMER, 2002). Através desta técnica pode-se obter informações sobre a topografia da superfície da amostra, sua morfologia, composição química e informações cristalográficas (DINIZ, 2001).

Na técnica BSE, a imagem da microestrutura obtida possuirá contraste diferente para cada fase do material, pois os elétrons retroespalhados que emergem da amostra são dependentes do número atômico dos elementos presentes. Elementos de menor número atômico apresentarão tons mais escuros, enquanto elementos de maior número atômico possuirão tons mais claros (DINIZ, 2001).

O EDS permite determinar a composição química da região analisada, esta técnica utiliza os Raios-X emitidos a partir da interação da amostra com o feixe de elétrons primário emitido pelo MEV (COOKE; LEMONS; RATNER, 1996).

2.9 Tratamento Digital de Imagem

O processamento digital de imagem foi realizado com o programa ImLab, disponível gratuitamente no endereço eletrônico <http://imlab.sourceforge.net/> (Acessado em: 20 Abr. 2009). O objetivo da utilização desta ferramenta foi o da determinação de possíveis variações na microestrutura do material, antes e após o tratamento térmico de queima para adesão da porcelana, através de processamento e análise digital de imagem. O software permite a determinação das quantidades das fases presentes e do tamanho médio de cada objeto / fase.

Durante a etapa de processamento digital de imagem, foram realizadas etapas de pré-processamento, com o objetivo de melhorar a qualidade da imagem a ser processada. Seguiram-se etapas de segmentação (em que a imagem é transformada em uma imagem binária, sendo possível diferenciar objetos em branco de um fundo preto), e etapas de pós-processamento, em que foram melhorados os resultados da segmentação. Finalmente, foram realizadas etapas de quantificação dos objetos da imagem, em que a fração de área ocupada por cada objeto / fase e o tamanho médio de cada objeto / fase foram medidos (GONZALES; WOODS, 1993; PACIORNIK; MAURICIO, 2004).

Todas as etapas do tratamento digital de imagens foram realizadas utilizando conectividade 4 entre os objetos. O método pode ser explicado de um modo comparativo, conforme imagens da Figura 26. Na conectividade 4, uma região é considerada um único objeto se for possível caminhar por todos os pixels desta região andando apenas na vertical e na horizontal. Na conectividade 8, uma região é considerada um objeto se for possível caminhar por todos os pixels desta região caminhando na vertical, horizontal e diagonal. Para este exemplo (Figura 26), a

conectividade 4 considera as regiões como dois objetos. Já na conectividade 8, as regiões são consideradas um objeto único.

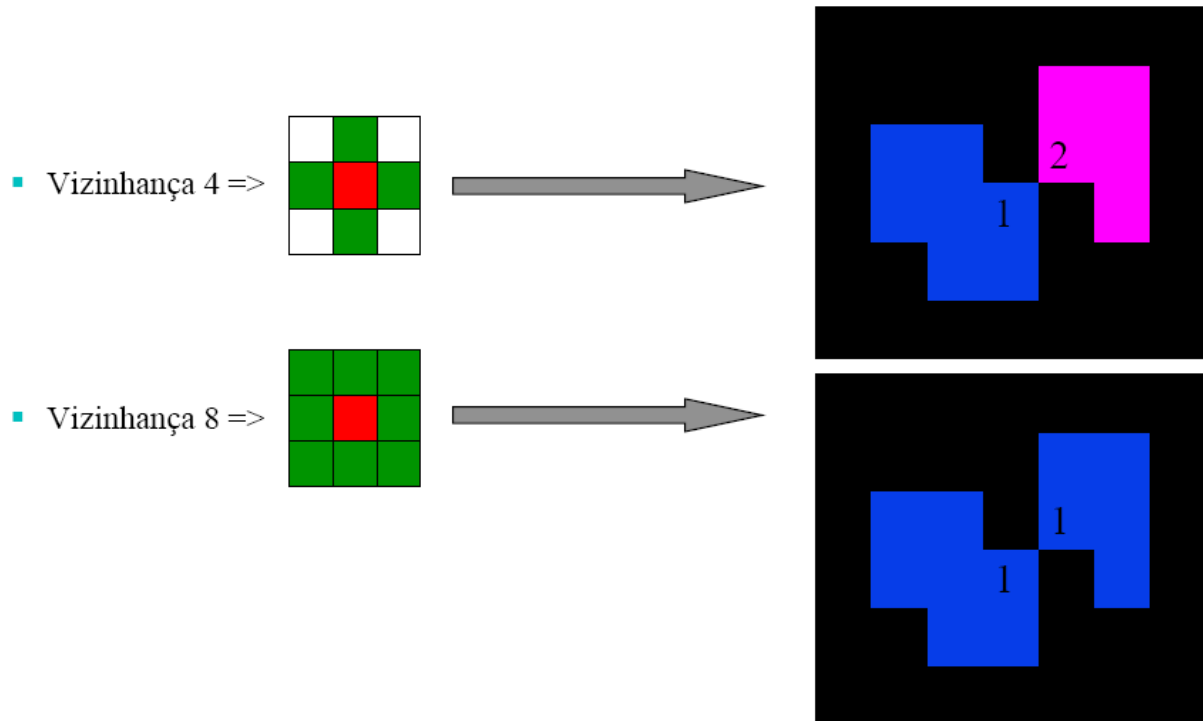


Figura 26 – Diferença entre conectividade (ou vizinhança) 4 e 8. Fonte: Paciornik, 2009.

2.10 Análise Estatística dos Resultados

Testes de hipóteses foram realizados nos resultados dos ensaios de tração, microdureza e percentual das fases presentes na microestrutura, com o objetivo de determinar se houve variação significativa entre os resultados dos grupos pesquisados. Foi utilizado o teste de hipótese nula (H_0) com Distribuição “t” de *Student* para amostras pequenas (com população menor que 30), com aplicação prévia de teste para análise de variâncias (teste de distribuição F). Através do teste é possível afirmar se dois grupos de resultados pertencem a uma mesma família ou não, Montgomery (2001) e Bussab e Morettin (2005). Todos os testes foram realizados para 95% de confiabilidade bilateral ou $\alpha = 0,05$.