



**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> Marília Garcia Diniz**

**Rio de Janeiro**

**2009**

**CATALOGAÇÃO NA FONTE**  
**UERJ / REDE SIRIUS / BIBLIOTECA CTC/B**

**Autorizo, para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação**

---

**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 \_\_\_\_\_**

**Banca Examinadora: \_\_\_\_\_**

---

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

---

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

---

**Prof. Dr. Mauro Sayão de Miranda**  
**Faculdade de Odontologia da UERJ**

---

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

---

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

**Rio de Janeiro**

**2009**

## **DEDICATÓRIA**

**À minha família pela dedicação, compreensão e estímulo.**

## **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 Marília 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 compartilharam 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”, Brasil. 2009. 128f. 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 última 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 última 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 ( $H_0$ ), 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. Enquanto 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, quando 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 searches 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 dendritic structure and gray color, a second phase interdendritic 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.....	42
Figura 02 – Diagrama de equilíbrio da liga Cr-Mo-Ni para temperatura de 1200°C.....	43
Figura 03 – Diagrama de equilíbrio da liga Cr-Mo-Ni para temperatura de 600°C.....	43
Figura 04 – Microestrutura da liga Wiron 99, como recebida, ataque: água régia, microscopia óptica, 500X.....	45
Figura 05 – Microestrutura da liga Wiron 99, fundida a 1420°C, ataque: água régia, microscopia óptica, 500X (P = precipitado; Po = porosidade).....	45
Figura 06 – Microestrutura liga VeraBond, ataque: ácido nítrico e ácido acético proporção: 1:1, microscopia óptica, 400X. Seta branca: matriz; seta preta: fase lamelar.....	46
Figura 07 – Microestrutura liga Cast-V, ataque: ácido nítrico e ácido acético proporção: 1:1, microscopia óptica, 400X. Seta branca: matriz; seta preta: fase lamelar.....	46
Figura 08 – Microestrutura liga Tilite, ataque: ácido nítrico e ácido acético proporção: 1:1, microscopia óptica, 400X. Seta branca: matriz; seta preta: fase lamelar.....	47
Figura 09 – Microestrutura da liga Matchmate, como fundida, ataque: eletrolítico em ácido sulfúrico 10%, microscopia óptica.....	48
Figura 10 – Microestrutura da liga Matchmate, após a queima para coloração da porcelana, ataque: eletrolítico em ácido sulfúrico 10%, microscopia óptica.....	48
Figura 11 – Microestrutura da liga Dsign 10, como fundida, ataque: eletrolítico em ácido sulfúrico 10%, microestrutura óptica.....	49
Figura 12 – Microestrutura da liga Dsing 10, após a queima para colocação da porcelana, ataque: eletrolítico em ácido sulfúrico 10%, microscopia óptica.....	49
Figura 13 – Micrografias em MEV e EDS correspondente para a liga Matchmate antes (A) e após a queima para porcelana (B).....	50

Figura 14 – Micrografias em MEV e EDS correspondente para a liga Dsing 10 antes (A) e após a queima para porcelana (B).....	51
Figura 15 – Microestrutura da liga Litecast, antes da queima para adesão da porcelana, ataque: $\text{NHO}_3$ e HCL, proporção: 1:4, microscopia óptica, 500X.....	52
Figura 16 – Microestrutura da liga Litecast, após a queima para adesão da porcelana, ataque: $\text{NHO}_3$ e HCL, proporção: 1:4, microscopia óptica, 500X.....	53
Figura 17 – Microestrutura da liga NPXIII, antes da queima para adesão da porcelana, ataque: eletrolítico em ácido oxálico 10%, microscopia óptica, 500X.....	53
Figura 18 – Microestrutura da liga NPXIII, após a queima para adesão da porcelana, ataque: eletrolítico em ácido oxálico 10%, microscopia óptica, 500X.....	54
Figura 19 – Taxa de corrosão das ligas níquel-cromo de acordo com o percentual de cromo.....	55
Figura 20 – Diferentes taxas de corrosão na liga Dsing 10, de acordo com o percentual de cromo e molibdênio.....	56
Figura 21 – Forno para tratamento térmico (aplicações odontológicas) PHOENIX QUICK COOL.....	62
Figura 22 – Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) da etapa de oxidação do tratamento térmico.....	63
Figura 23 – Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) das etapas opac I e opac II do tratamento térmico.....	63
Figura 24 – Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) da etapa dentina I do tratamento térmico.....	64
Figura 25 – Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) da etapa dentina II do tratamento térmico.....	64
Figura 26 – Diferença entre conectividade (ou vizinhança) 4 e 8.....	68
Figura 27 – Gráficos tensão x deformação dos cinco corpos de prova do grupo F.....	72
Figura 28 – Gráficos tensão x deformação dos cinco corpos de prova do grupo TT.....	72

Figura 29 – Gráfico com os limites de resistência para os grupos F e TT.....	74
Figura 30 – Gráfico com os limites de escoamento para os grupos F e TT.....	74
Figura 31 – Gráfico dos valores de dureza, comparando os resultados dos grupos CR, F e TT. O grupo CR teve medições feitas em apenas uma amostra.....	78
Figura 32 – Aspecto microestrutural da amostra 01 do grupo F, aumento 100X, MEV, modo BSE.....	80
Figura 33 – Aspecto microestrutural da amostra 01 do grupo F, aumento 750X, MEV, modo BSE.....	81
Figura 34 – Aspecto microestrutural da amostra 02 do grupo F, aumento 100X, MEV, modo BSE.....	81
Figura 35 – Aspecto microestrutural da amostra 02 do grupo F, aumento 750X, MEV, modo BSE.....	82
Figura 36 – Aspecto microestrutural da amostra 03 do grupo F, aumento 100X, MEV, modo BSE.....	82
Figura 37 – Aspecto microestrutural da amostra 03 do grupo F, aumento 750X, MEV, modo BSE.....	83
Figura 38 – Aspecto microestrutural da amostra 01 do grupo TT, aumento 100X, MEV, modo BSE.....	83
Figura 39 – Aspecto microestrutural da amostra 01 do grupo TT, aumento 750X, MEV, modo BSE.....	84
Figura 40 – Aspecto microestrutural da amostra 02 do grupo TT, aumento 100X, MEV, modo BSE.....	84
Figura 41 – Aspecto microestrutural da amostra 02 do grupo TT, aumento 750X, MEV, modo BSE.....	85
Figura 42 – Aspecto microestrutural da amostra 03 do grupo TT, aumento 100X, MEV, modo BSE.....	85
Figura 43 – Aspecto microestrutural da amostra 03 do grupo TT, aumento 750X, MEV, modo BSE.....	86
Figura 44 – Aspecto microestrutural da amostra do grupo CR, aumento 100X, MEV, modo BSE.....	86

Figura 45 – Aspecto microestrutural da amostra do grupo CR, aumento 750X, MEV, modo BSE.....	87
Figura 46 – Espectro do EDS para a amostra 01 do grupo F.....	88
Figura 47 – Espectro do EDS para a amostra 02 do grupo F.....	89
Figura 48 – Espectro do EDS para a amostra 03 do grupo F.....	89
Figura 49 – Espectro do EDS para a amostra 01 do grupo TT.....	90
Figura 50 – Espectro do EDS para a amostra 02 do grupo TT.....	90
Figura 51 – Espectro do EDS para a amostra 03 do grupo TT.....	91
Figura 52 – Espectro do EDS para a amostra do grupo CR.....	91
Figura 53 – Os pontos 1, 2 e 3 indicam as regiões onde foram realizados os testes de EDS sobre a microestrutura na condição TT.....	93
Figura 54– Espectro do EDS do ponto 1 da Figura 53.....	93
Figura 55– Espectro do EDS do ponto 2 da Figura 53.....	93
Figura 56 – Espectro do EDS do ponto 3 da Figura 53.....	94
Figura 57 – O ponto 1 indica a região onde foi realizado o teste de EDS do espectro da Figura 58.....	94
Figura 58 – Espectro do EDS do ponto 1 da Figura 57. O pico de energia referente ao titânio mostra-se intenso.....	95
Figura 59 – O ponto 1 indica a região onde foi realizado o teste de EDS do espectro da Figura 60.....	95
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 todo.....	95
Figura 61 – Imagem exemplo para o uso do ImLab no processamento digital. MEV, modo BSE, aumento 750X.....	97
Figura 62 – Imagem da Figura 61 após comando <i>Crop</i> do ImLab.....	98
Figura 63 – Imagem da Figura 62 após <i>Pseudo Colors Hues</i> .....	99
Figura 64 – Imagem da Figura 62 após <i>Pseudo Colors Black Body</i> .....	99
Figura 65 – Histograma da imagem da Figura 62.....	100
Figura 66 – Imagem da Figura 62 após o filtro <i>Circular Mean</i> ser passado três vezes.....	101
Figura 67 – Histograma da imagem da Figura 66.....	101

Figura 68 – Imagem da Figura 66, após segmentação no tom 70. Comando <i>Threshold</i> , do ImLab.....	102
Figura 69 – Pequenas regiões pretas inseridas por equívoco na segmentação da fase preta.....	102
Figura 70 – Imagem da Figura 68, após comando <i>Prune</i> para objetos menores que 5 pixels.....	103
Figura 71 – Imagem exemplo onde se faz necessária a utilização do comando <i>Fill Holes</i> .....	103
Figura 72 – Imagem da Figura 66 após segmentação no ponto mínimo do seu histograma.....	104
Figura 73 – Imagem da Figura 72 após comando <i>Close</i> .....	105
Figura 74 – Ilustração da importância do comando <i>Close</i> .....	105
Figura 75 – Imagem da Figura 73 após comando <i>Fill Holes</i> .....	106
Figura 76 – Imagem da Figura 75 após comando <i>Prune</i> .....	106
Figura 77 – Imagens das Figuras 76 e 62 somadas.....	107
Figura 78 – Quantificação dos objetos pretos, excluindo aqueles que tocam a borda da imagem. Comando <i>Find Regions</i> , <i>Touching Border False</i> , do ImLab.....	108
Figura 79 – Quantificação dos objetos brancos, excluindo aqueles que tocam a borda da imagem. Comando <i>Find Regions</i> , <i>Touching Border False</i> , do ImLab.....	108
Figura 80 – Quantificação dos objetos pretos, incluindo aqueles que tocam a borda da imagem. Comando <i>Find Regions</i> , <i>Touching Border True</i> , do ImLab.....	109
Figura 81 – Quantificação dos objetos brancos, incluindo aqueles que tocam a borda da imagem. Comando <i>Find Regions</i> , <i>Touching Border True</i> , do ImLab.....	109
Figura 82 – Gráfico com os valores percentuais das quantidades de matriz cinza para os grupos F e TT.....	111
Figura 83 – Gráfico com os valores percentuais das quantidades de segunda fase branca (interdendrítica) para os grupos F e TT.....	111
Figura 84 – Gráfico com os valores percentuais das quantidades de regiões pretas para os grupos F e TT.....	112

Figura 85 – Percentagem dos tamanhos da fase branca, entre 25 e 600	
$\mu\text{m}^2$ .....	113
Figura 86 – Percentagem dos tamanhos da fase branca, entre 3 e 26	
$\mu\text{m}^2$ .....	114

## LISTA DE TABELAS

Tabela 01 – Grupos de materiais metálicos para uso odontológico.....	31
Tabela 02 – Tipos de ligas com alto teor de elementos nobres.....	33
Tabela 03 – Limite de resistência de ligas Ni-Cr, fundidas por diferentes processos.....	40
Tabela 04 – Alongamento de ligas Ni-Cr, fundidas por diferentes processos.....	40
Tabela 05 – Microdureza de ligas Ni-Cr, fundidas por diferentes processos.....	41
Tabela 06 – Composição química da liga FIT CAST-SB Plus, dados fornecidos pelo fabricante.....	59
Tabela 07 – Propriedades mecânicas da liga FIT CAST-SB Plus, dados fornecidos pelo fabricante.....	60
Tabela 08 – Resultado da análise química.....	70
Tabela 09 – Resultados dos ensaios de tração para o grupo F.....	71
Tabela 10 – Resultados dos ensaios de tração para o grupo TT.....	71
Tabela 11 – Comparação entre as composição químicas das ligas Tilitte Star e FIT-CAST SB.....	73
Tabela 12 – Valores de f e t calculados e valores de $f_c$ e $t_c$ tabelados para os resultados de LE e LR.....	75
Tabela 13 – Resultados dos ensaios de microdureza para o grupo CR.....	76
Tabela 14 – Resultados dos ensaios de microdureza para o grupo F.....	76
Tabela 15 – Resultados dos ensaios de microdureza para o grupo TT... ..	77
Tabela 16 – Valores de f e t calculados e valores de $f_c$ e $t_c$ tabelados para os resultados dos ensaios de microdureza.....	79
Tabela 17 – Comparação entre as composições químicas das ligas Matchmate e FIT-CAST SB.....	96
Tabela 18 – Percentagem das regiões presentes nas amostras do grupo F.....	110
Tabela 19 – Percentagem das regiões presentes nas amostras do grupo TT.....	110
Tabela 20 – Valores de f e t calculados e de $f_c$ e $t_c$ tabelados para os resultados da análise quantitativa das fases presentes.....	113

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	Amostra
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ADA	<i>American Dental Association</i>
Ag	Prata
Al	Alumínio
ALCAP	Cerâmicas de Fosfato de Cálcio e Alumínio
Au	Ouro
Be	Berílio
BSE	Elétrons Retroespalhados
C	Carbono
°C	Graus Celsius
c/	Com
Co	Cobalto
Cr	Cromo
CP	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 crítico, tabelado para a distribuição F
Fe	Ferro
Ga	Gálio
GLP	Gás Liquefeito de Petróleo
HCL	Ácido Clorídrico
HNO <sub>3</sub>	Ácido Nítrico
HV	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
Ir	Irídio

ISO	International Standard Organization
LE	Limite de Escoamento
LR	Limite de Resistência
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
min	Minutos
mL	Mililitros
Mo	Molibdênio
MPa	Mega Pascal
N	Newton
Nb	Nióbio
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora
Ni	Níquel
O	Oxigênio
oxi-GLP	Oxigênio e Gás Liquefeito de Petróleo
P	Precipitados
Pd	Paládio
Po	Porosidade
Pt	Platina
RGB	<i>Red Green Blue</i>
Rh	Ródio
s	Segundos
s/	Sem
t	Valor de t calculado para a distribuição t de Student
Ta	Tântalo
t <sub>c</sub>	Valor de t crítico, tabelado para a distribuição t de Student
TCP	Cerâmicas Fosfato Tricálcico
Ti	Titânio
TT	Tratamento Térmico
V	Vanádio
W	Tungstênio
X	Vezes
Zn	Zinco
%	Percentual
±	Mais ou Menos

$\gamma'$	Gama Linha
$\alpha$	Valor alfa para os testes de hipóteses
<	Menor
$\mu^2$	micrometros quadrados
kPa	Kilo Pascal

## SUMÁRIO

INTRODUÇÃO .....	22
1 REVISÃO DA LITERATURA.....	24
1.1 Biomateriais.....	24
1.1.1 Biocompatibilidade.....	25
1.1.2 Tipos de Biomateriais.....	26
1.1.2.1 Biomateriais metálicos.....	27
1.1.2.2 Biomateriais poliméricos.....	28
1.1.2.3 Biomateriais cerâmicos.....	29
1.1.2.4 Biomateriais compósitos.....	29
1.2 Biomateriais na Odontologia.....	30
1.2.1 Ligas Metálicas.....	31
1.2.1.1 Ligas à base de ouro.....	32
1.2.1.2 Ligas à base de prata.....	33
1.2.1.3 Ligas à base de paládio.....	34
1.2.1.4 Ligas à base de cobre.....	35
1.2.1.5 Ligas à base de cobalto.....	36
1.2.1.6 Ligas à base de níquel.....	37
1.2.2 Evolução da Técnica de Fabricação Odontológica.....	37
1.3 Ligas Níquel-Cromo para Aplicações Odontológicas... ..	38
1.3.1 Propriedades Mecânicas das Ligas Ni-Cr.....	39
1.3.2 Microestrutura das Ligas Ni-Cr.....	41
1.3.3 Influência dos Elementos de Liga nas Ligas Ni- Cr.....	54
1.3.3.1 Cromo.....	55
1.3.3.2 Molibdênio.....	57
1.3.3.3 Berílio.....	57
1.3.3.4 Carbono.....	57

<b>2</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>59</b>
2.1	A Liga Níquel-Cromo.....	59
2.2	Técnica de Fundição.....	60
2.3	Tratamento Térmico para Adesão da porcelana.....	61
2.4	Análise Química.....	65
2.5	Ensaio de Tração.....	65
2.6	Preparação Metalográfica.....	65
2.8	Ensaio de Microdureza Vickers.....	66
2.9	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	66
2.10	Tratamento Digital de Imagem.....	67
2.11	Análise Estatística dos Resultados.....	69
<b>3</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>70</b>
3.1	Resultado da Análise Química Quantitativa.....	70
3.2	Propriedades Mecânicas de Limite de Resistência e Limite de Escoamento.....	70
3.3	Propriedade Mecânica de Microdureza.....	75
3.4	Caracterização Microestrutural.....	80
3.5	Análise Química Semi-Quantitativa por EDS.....	88
3.6	Resultados Obtidos pelo Tratamento Digital de Imagem.....	97
<b>4</b>	<b>CONCLUSÃO.....</b>	<b>115</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>117</b>

## INTRODUÇÃO

A necessidade de reconstrução de partes corpo humano que tenham sido deterioradas por doenças, acidentes ou desgaste por utilização levam a estudos cada vez mais aprofundados de materiais, procedimentos e técnicas cirúrgicas.

Os materiais que trabalham interagindo com um sistema biológico são denominados biomateriais. Um biomaterial, em geral, deve possuir alta resistência mecânica, resistência ao desgaste, e principalmente, ser biocompatível, ou seja, não acarretar reações adversas quando inserido no corpo humano.

Ligas metálicas são utilizadas desde a antiguidade para reconstrução de dentes. Os Romanos, Chineses e Astecas utilizavam o ouro para este fim há mais de 2000 anos (RATNER, 1996). Os metais oferecem alta resistência mecânica e alta tenacidade à fratura, mostrando-se ideais para os esforços existentes durante o processo de mastigação. Contudo, não são esteticamente desejáveis, pois não são capazes de imitar um dente natural.

Em 1962, o Dr. Abraham Weinstein obteve duas patentes para recobrimento de ligas de ouro com porcelana, técnica conhecida como restauração metalocerâmica (ASGAR, 1988). Esta técnica permite aliar as boas propriedades mecânicas dos metais ao bom acabamento estético das porcelanas, que são capazes de imitar um dente natural. Desde então, diversas pesquisas são realizadas com o intuito de melhorar o comportamento mecânico e de biocompatibilidade do sistema formado pelo metal e pela porcelana.

Devido ao grande aumento no preço do ouro, as ligas que utilizam este metal como principal elemento, não são usadas com tanta frequência. Atualmente, as ligas mais utilizadas em reconstruções metalocerâmicas são as ligas à base de níquel (WASSELL *et al*, 2002; ARAUJO *et al*, 2006). As ligas de níquel foram introduzidas no mercado da odontologia na década de 1930 (MORRIS *et al*, 1992) e apresentam elevada resistência mecânica e dureza, aliada a uma alta tenacidade à fratura (ARAUJO *et al*, 2006).

Para a correta adesão da porcelana no metal, é necessário que o sistema metal-porcelana seja submetido a uma série de ciclos térmicos, este procedimento recebe o nome de “queima da porcelana” (LIN, 2008). Durante este processo, o

material é aquecido a temperaturas que podem chegar a 1000°C, temperatura próxima ao ponto de fusão de algumas ligas de níquel.

Sabe-se que quando um material metálico é submetido a ciclos térmicos, podem ocorrer mudanças em sua microestrutura, alterando, assim, as propriedades do material. Tais mudanças podem ocorrer por processo difusional ou pelo surgimento de uma nova microestrutura, devido à velocidade de resfriamento (ASKELAND; PHULÉ, 2008). O aquecimento e a permanência do material em alta temperatura proporciona condições para que ocorra um processo difusional entre os átomos que o compõem. Kohler (1991) constatou que a liga denominada comercialmente por *alloy 625*, composta por níquel, cromo e molibdênio, quando sujeita a temperaturas elevadas, tende a precipitar carbonetos. Quando um material é aquecido, sua microestrutura pode mudar para adaptar-se ao novo estado termodinâmico, contudo, caso o resfriamento seja rápido, o material pode não ter tempo de transformar-se novamente na fase esperada, gerando uma nova microestrutura com propriedades diferentes (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

O objetivo deste estudo foi determinar se o tratamento térmico de queima para adesão da porcelana, utilizado em restaurações metalocerâmicas, acarreta modificações nas propriedades mecânicas e/ou microestruturais em uma liga odontológica à base de níquel, conhecida comercialmente por FITCAST-SB. A partir deste trabalho serão conhecidas as reais propriedades do material metálico, após o tratamento térmico, contribuindo para que os projetos de dispositivos odontológicos possam ser realizados com mais precisão.

## 1. REVISÃO DA LITERATURA

### 1.1. Biomateriais

É crescente a preocupação da população e dos médicos em restabelecer o correto funcionamento de partes do corpo humano, seja por terem sido deterioradas por doenças ou mutiladas devido a acidentes. Antigamente, os cirurgiões preocupavam-se quase exclusivamente em substituir com eficiência a parte do corpo deteriorada, porém, a constante preocupação com a estética vem, durante os últimos anos, contribuindo para alavancar a pesquisa de novos procedimentos cirúrgicos e o desenvolvimento de materiais adequados a trabalharem interagindo com o corpo humano.

Alves (2009) atribui o crescimento na utilização de dispositivos para restauração do corpo humano, ao aumento da expectativa de vida da população mundial.

Apesar das pesquisas em biomateriais serem relativamente novas, a sua história na humanidade é muito antiga. Os Romanos, Chineses e Astecas utilizavam ouro na reconstrução de dentes há mais de 2000 anos. Encontram-se vários relatos pela história da utilização de olhos de vidro e pernas de pau. (RATNER, 1996).

Um grande marco no desenvolvimento da reconstrução do corpo humano ocorreu na década de 1860 com o desenvolvimento da técnica de cirurgia asséptica pelo Dr J. Lister. A utilização deste procedimento permitiu a realização de cirurgias sem riscos de infecções, acarretando em grandes esforços para desenvolvimentos de materiais adequados à utilização no corpo humano (PARK, 2000). Esses materiais são denominados biomateriais.

Várias definições para biomateriais podem ser encontradas na literatura, e são aceitas no meio científico e acadêmico, tais como:

“Biomaterial é um material usado em um dispositivo médico que está em interação com um sistema biológico”<sup>1</sup> (WILLIAMS apud RATNER, 1996, p. 2, tradução nossa).

“Biomateriais são substâncias, à exceção de alimentos e drogas, que são introduzidas em sistemas terapêuticos ou diagnósticos, os quais estão em contato com tecidos ou fluidos biológicos”<sup>2</sup> (PEPPAS; LANGER apud BOSS, 2000, p. 1, tradução nossa).

### 1.1.1 Biocompatibilidade

Entender e mensurar a biocompatibilidade são os principais objetivos da ciência dos biomateriais. Entretanto, não existem definições precisas ou técnicas acuradas para mensurar a biocompatibilidade. (RATNER, 1996).

A biocompatibilidade avalia o grau de aceitação do corpo hospedeiro em relação ao material estranho que foi inserido.

A literatura apresenta algumas definições para biocompatibilidade, tais como:

“Biocompatibilidade geralmente é definida como a habilidade de um biomaterial, prótese, ou dispositivo médico em ter uma performance com uma resposta apropriada do hospedeiro em uma aplicação específica”<sup>3</sup> (ANDERSON, 2001, p.82, tradução nossa).

“A habilidade de um material em obter uma performance apropriada do meio hospedeiro em uma aplicação específica.”<sup>4</sup> (WILLIAMS, apud RIGO *et al*, 1999, p. 22; WILLIAMS, apud RATNER, 1996, p.2, tradução nossa).

---

<sup>1</sup> O trecho em língua estrangeira é: “A biomaterial is a nonviable material used in medical device, intended to interact with biological systems.”.

<sup>2</sup> O trecho em língua estrangeira é: “Biomaterials are substances, other than food and drugs, introduced in therapeutic or diagnostic systems which are in contact with the tissues or biological fluids.”.

<sup>3</sup> O trecho em língua estrangeira é: “Biocompatibility is generally defined as the ability of a biomaterial, prosthesis, or medical device to perform with an appropriate host response in a specific application”.

<sup>4</sup> O trecho em língua estrangeira é: “Biocompatibility is the ability of a material to perform with an appropriate host response in a specific application.”.

Quanto ao grau de biocompatibilidade, um material pode ser classificado como bioinerte, biotolerável e bioativo. Um material bioinerte é aquele que propicia uma interface material-tecido estável, ou seja, não ocorrem reações químicas nem no material nem no tecido hospedeiro. Biotoleráveis são os materiais que provocam algum tipo de dano, como reações ou inflamação, porém, não são eliminados pelo corpo. Materiais que acarretam uma reação crítica do corpo hospedeiro são considerados bioativos. (BOSS, 2000).

O bom desempenho de um biomaterial depende de vários fatores, tais como: as propriedades do material, a geometria da peça e a biocompatibilidade; assim como fatores que não são controlados pela engenharia de materiais, como: a técnica de cirurgia utilizada, as condições de saúde do paciente e as atividades desenvolvidas pelo paciente após a implantação do biomaterial. (PARK, 2000).

Vários autores ressaltam que a correta escolha de um biomaterial passa pela análise de propriedades físicas e mecânicas, custos e adequação ao processo de fabricação. Porém, todos são unânimes em ressaltar a importância do estudo da biocompatibilidade. (OLIVIERI *et al*, 2004; WASSELL; WALLS; STEELE, 2002; WATAHA, 2002; MANARANCHE; HORNBERGER, 2007). Anderson (2001) publicou um artigo onde avaliava as diversas reações causadas pelos materiais no corpo humano.

Neisser (1992) avaliou a biocompatibilidade de ligas cromo-níquel através de um estudo histomorfológico das reações teciduais em ratos vivos. Nota-se que a preocupação com a biocompatibilidade de ligas à base de níquel já existe há décadas, entretanto, uma análise completa, associando biocompatibilidade, propriedades físicas, químicas e mecânicas ainda não existe para muitos biomateriais da referida liga.

### **1.1.2 Tipos de Biomateriais**

Seguindo a classificação, normalmente adotada pela literatura para os materiais, Park (2000) classificou os biomateriais em quatro grupos: metais, polímeros, cerâmicos e compósitos.

### 1.1.2.1 Biomateriais metálicos

Materiais metálicos são combinações de elementos metálicos, utilizando ligação metálica. Esta ligação química resulta em elétrons que não estão ligados a nenhum átomo específico, a este fenômeno denomina-se nuvem eletrônica, que é responsável por diversas propriedades dos materiais metálicos, como a boa condutividade elétrica e térmica. Os metais não são transparentes à luz visível, são altamente resistentes mecanicamente, e podem ser deformados. (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

Os metais são utilizados como biomateriais, devido as suas excelentes propriedades mecânicas e condutividades térmicas e elétricas. Possuem diversas aplicações, como juntas de quadril e joelho, placas e parafusos que auxiliam na recuperação de fraturas, dispositivos de fixação da espinha dorsal e implantes dentários devido, principalmente, a alta resistência mecânica e resistência à corrosão (PARK; KIM, 2000). Estima-se que quatro em cada dez operações ortopédicas utilizem implantes metálicos (ALEXANDER *et al*, 1996).

Segundo Staiger *et al* (2006) os materiais metálicos apresentam melhor desempenho, quando comparados aos cerâmicos e polímeros, em aplicações onde é necessária a aplicação de cargas, devido à combinação de alta resistência mecânica e tenacidade à fratura.

Os principais metais utilizados como biomateriais são: ferro (Fe), cromo (Cr), cobalto (Co), níquel (Ni), titânio (Ti), tântalo (Ta), nióbio (Nb), molibdênio (Mo) e tungstênio (W) (PARK e KIM, 2000). As ligas metálicas mais utilizadas como biomateriais são os aços inoxidáveis, ligas de titânio e ligas de cobalto (ALEXANDER *et al*, 1996).

A liga Ti-6Al-4V, regulamentada no Brasil pela norma NBR ISO 5832-3 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, 1997), é uma das mais utilizadas na fabricação de implantes, contudo, a toxicidade do vanádio gera várias discussões no meio acadêmico. Para solucionar este problema, ligas nas quais o vanádio é substituído por outros elementos têm sido propostas, destacando-se em recentes pesquisas as ligas com presença de nióbio (BATISTA; CONTIERI; CARAM, 2008; BARBOSA *et al.*, 2008).

A dependência da interação entre o corpo hospedeiro e o implante é fortemente afetada pelas propriedades de superfície dos implantes. São várias as metodologias utilizadas para melhorar o desempenho das propriedades de superfície, tais como: jateamento com abrasivos, usinagem e ataques químicos. Estudos recentes avaliam o desempenho da modificação da superfície por feixe de laser, que apresenta como principais vantagens o baixo custo, alta reprodutividade, ser limpo e rápido. Guastaldi *et al.* (2008) obtiveram excelentes resultados na avaliação da osseointegração de implantes com superfície modificada a laser, em estudos realizados utilizando coelhos. Outro tratamento de superfície utilizado recentemente é a nitretação por plasma, Sá *et al.* (2008) obtiveram um bom desempenho na proliferação de células-tronco em superfícies de titânio nitretadas por plasma.

### **1.1.2.2 Biomateriais poliméricos**

Polímeros possuem sua estrutura química baseada no carbono, hidrogênio e outros elementos não-metálicos. Suas propriedades mais marcantes são a baixa densidade, a flexibilidade e a facilidade de processamento (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

As propriedades necessárias para um polímero ser considerado um biomaterial são as mesmas que para outros tipos de biomateriais, isto é, biocompatibilidade, possibilidade de ser esterilizado, propriedades físicas e mecânicas adequadas e facilidade de ser manufaturado (LEE; KHANG; LEE, 2000).

As vantagens dos polímeros quando comparados aos metais e cerâmicos são o menor custo, a facilidade de fabricação de peças com geometrias complexas, facilidade de um processamento secundário e disponibilidade de propriedades físicas e mecânicas desejáveis (LEE; KHANG; LEE, 2000).

Diversas são as possibilidades de utilização dos polímeros como biomateriais: acrílico, silicone e policloreto de vinil podem ser utilizados em orelhas; acrílico, polietileno de alto peso molecular e epoxy podem ser utilizados em próteses parciais fixas; acrílico, policloreto de vinil e poliuretano são utilizados em próteses faciais; acrílico, silicone e nylon em tecidos cartilagosos ou musculares; componentes

para coração são fabricados em poliéster, silicone e policloreto de vinil; polietileno e acetatos são matérias primas para marcapassos; polietileno para juntas de joelhos (ALEXANDER et al., 1996).

### **1.1.2.3 Biomateriais cerâmicos**

Materiais cerâmicos são formados pela ligação de um elemento metálico e um não-metálico, utilizando ligações iônicas ou covalentes. São propriedades características dos cerâmicos: a alta resistência em temperaturas elevadas, o isolamento térmico e elétrico e a alta resistência à abrasão. Mecanicamente os cerâmicos são extremamente duros e muito frágeis (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

No passado, várias cerâmicas foram testadas para utilização como biomateriais para implantes, porém, poucas alcançaram sucesso clínico. Além dos implantes, as cerâmicas também encontram aplicações em outras áreas médicas como óculos, instrumentos para diagnósticos e placas para cultura de tecidos. (ALEXANDER et al., 1996).

Próteses dentárias são fabricadas com um núcleo metálico e revestidas com porcelana, para melhorar a biocompatibilidade, a resistência à abrasão e a aparência das ligas metálicas. (ROLLO; ROSSITTI, 1999; ESCADA *et al.*, 2008).

Dentre as diversas cerâmicas utilizadas como biomateriais, destacam-se, a alumina, a zircônia, os carbonos, as cerâmicas de fosfato de cálcio e alumínio (ALCAP), as cerâmicas fosfato tricálcico (TCP) e os vidros. (BILLOTTE, 2000).

### **1.1.2.4 Biomateriais compósitos**

Materiais compósitos são formados pela combinação de dois ou mais materiais, projetado para mostrar as melhores características de cada um dos materiais que o compõe. (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

Assim como todos os tipos de biomateriais, um compósito deve ser biocompatível para ser considerado biomaterial, contudo, como um compósito é

formado, no mínimo, por dois materiais distintos, aumenta a probabilidade de acontecer alguma reação adversa. (ALEXANDER *et al.*, 1996). Entretanto, as propriedades mecânicas dos compósitos podem ser ajustadas de acordo com a aplicação, modificando as proporções dos materiais ou mesmo a direção da fibra de reforço, o que não pode ser feito nos outros tipos de materiais (LAKES, 2000; ASKELAND; PHULÉ, 2008).

Os compósitos mais utilizados para componentes biomédicos são fibras de carbono, fibras poliméricas, cerâmicas e vidros (ALEXANDER *et al.*, 1996). São usados principalmente em obturações dentárias, reforço de cimentos ósseos, e implantes ortopédicos com superfícies porosas (LAKES, 2000).

## 1.2 Biomateriais na odontologia

O material ideal para restauração deve satisfazer requisitos funcionais e estéticos, além de prover confiança por um longo tempo. (KELLY, 2002).

Como já foi registrado, existem relatos de que a mais de 2000 anos os Romanos, Chineses e Astecas já utilizavam o ouro na reconstrução de dentes (RATNER, 1996), porém, devido ao alto custo deste metal, vários pesquisadores, dedicaram-se ao desenvolvimento de ligas metálicas de menor custo, como alternativa a utilização do ouro. Esta preocupação é tão remota que em 1915, Roebuck sugeriu a utilização de uma liga de alumínio na reconstrução de dentes (OLIVIERI, 2000), entretanto, atualmente as ligas de baixo custo mais empregadas são à base de níquel (WASSELL; WALLS; STEELE, 2002; ARAUJO *et al.*, 2006). Nos dias de hoje, existe uma série de estudos sobre biomateriais que mostram que tanto o alumínio quanto o níquel, dependendo do tipo de utilização, podem causar efeitos deletérios no organismo, tais como alergias e carcinogênese (CANABARRO *et al.*, 2008).

A grande preocupação com o desenvolvimento de técnicas de fabricação, materiais e procedimentos em reconstruções odontológicas justifica-se pelo grande número de pessoas que necessitam destes serviços. Anderson *et al.* (1996) relataram que o procedimento cirúrgico mais frequente realizado em humanos é a extração de dentes, o que justifica o estudo e a busca de soluções para questões

relacionadas a dispositivos que restaurem dentes perdidos, tais como pontes móveis, pontes fixas e implantes.

### 1.2.2 Ligas metálicas

Biomateriais metálicos para aplicação odontológica devem possuir, além de biocompatibilidade, alta resistência mecânica, resistência à corrosão, resistência ao desgaste, e boa soldabilidade (GIL; FERNÁNDEZ; MORENZA, 2005; YAMAKAMI *et al.*, 2006). Outra importante propriedade para materiais metálicos, em algumas restaurações odontológicas, é a sua característica de adesão ao revestimento cerâmico (GHASSEMIEH, 2008).

Com os avanços científicos e tecnológicos, várias ligas estão disponíveis no mercado para utilização na odontologia. Na literatura, diferentes autores classificam estas ligas de diversas formas, subdividindo-as em vários grupos. Uma das classificações mais aceitas divide os biomateriais em dois grandes grupos: ligas nobres, a base de ouro e paládio e ligas não nobres, a base de níquel e cobalto (MORRIS *et al.*, 1992). Outra classificação largamente utilizada divide as ligas em três grupos: ligas preciosas (a base de ouro), ligas semipreciosas (a base de paládio) e ligas não preciosas (a base de níquel ou cobalto) (WATAHA, 2002). Asgar (1988) classificou as ligas para uso odontológico em seis diferentes grupos, apresentados na Tabela 01.

Tabela 01 – Grupos de materiais metálicos para uso odontológico.

Grupo	Denominação	Composição
01	96 – 98 % Metais Nobres	84-86% Au; 4-10% Pt; 5-7% Pd; 2-3% Outros metais.
02	80 % Metais Nobres	51-54% Au; sem Pt; 26-31% Pd; 14-16% Ag.
03	Ligas de Pd, sem Au ou Pt	A) 53-60% Pd; 30-37% Ag; 10% Outros metais. B) 79-88% Pd; 4-5% Co; Outros metais. C) 79-81% Pd; 10% Cu; 9% Ga.
04	90% Metais Nobres	45-52% Au; 38-45% Pd; sem Ag.
05	Ligas de Ni	60-82% Ni; 20-11% Cr; 0-9% Mo; 0-2% Be.
06	Ligas de Co	55-64% Co; 25-34% Cr; 2-9% Mo.

Fonte: Asgar, 1988, p. 35

Considerando o elemento predominante em cada liga, os materiais para aplicações odontológicas podem ser classificados em: Ligas à base de ouro, de prata, de paládio, de cobre, de cobalto e ligas à base de níquel. Esta classificação será considerada nos próximos itens.

### **1.2.2.1 – Ligas à base de ouro**

As ligas à base de ouro possuem uma longa história de sucesso em aplicações odontológicas e são consideradas como padrão de utilização. Quando se desenvolve um novo material, o seu desempenho é comparado com as ligas à base de ouro. Coroas, próteses parciais fixas e reconstruções metalocerâmicas são algumas das aplicações odontológicas para este metal nobre. (MORRIS *et al.*, 1992).

As ligas odontológicas à base de ouro, contendo entre 96 e 98 % de ouro, foram desenvolvidas na década de 1950. Em comparação com os demais materiais disponíveis no mercado, essas ligas contêm alta percentagem de ouro, o que resulta em uma coloração amarelada vantajosa para o revestimento cerâmico, possuem baixa resistência mecânica, porém são facilmente fundidas e soldadas. Mais tarde, em 1976, Joseph Tuccillo obteve duas patentes para um segundo grupo de ligas à base de ouro. Quando comparadas com as ligas anteriores, essas ligas possuem maior quantidade de paládio e a prata foi inserida na composição. Além disso, o teor de ouro, elemento com maior custo, foi reduzido de 84-86% para 51-54%, possibilitando grande redução no preço do material. As ligas desenvolvidas por Joseph são mais resistentes mecanicamente que as anteriores e, ainda assim, possuem boa soldabilidade e fusibilidade, porém, possuem como desvantagens o ocasional aparecimento de uma coloração esverdeada na porcelana, devido à presença de prata e a coloração cinza, que desfavorece a aplicação da porcelana. Poucos anos depois, em 1978, Paul Cascone obteve uma patente para ligas sem presença de platina e prata, contendo 45-52% de ouro e 38-45% de paládio. As propriedades mecânicas, de soldabilidade e fusibilidade destas ligas são boas, porém, o coeficiente de expansão térmica é muito baixo e não compatível com as porcelanas disponíveis no mercado. (ASGAR, 1988).

A *American Dental Association* (ADA) (1972) classifica o grupo de ligas com alto teor de metais nobres em quatro tipos, segundo Tabela 02, estabelecendo critérios de composição química e dureza.

Tabela 02 – Tipos das ligas com alto teor de elementos nobres.

Tipo	Quantidade mínima de ouro e platina	Dureza Vickers (mínimo / máximo)
I – Mole	83 %	50 / 90
II – Média	78 %	90 / 120
III – Dura	78 %	120 / 150
IV – Extradura	75 %	150 / >150

Fonte: American Dental Association apud Mondelli, 1995.

Os principais elementos de liga utilizados nas ligas à base de ouro são a platina, paládio, zinco, cobre e prata (OLIVIERI, 2000). O cobre aumenta a resistência mecânica e dureza, reduz a temperatura de fusão, porém, favorece uma coloração avermelhada, prejudicial para aplicações metalocerâmicas. A prata tende a neutralizar a coloração avermelhada do cobre, reduz a densidade, e em restaurações metalocerâmicas, pode acarretar coloração esverdeada na porcelana. A platina aumenta a resistência à corrosão, a resistência mecânica e a temperatura de fusão. O paládio possui os mesmos efeitos da platina, porém a um custo inferior. O zinco melhora a fusibilidade (OLIVIERI 2000; MORRIS *et al.*, 1992).

Liu e Wang (2007) constataram que as ligas com alto teor de ouro, em particular a liga 86Au – 11Pt – 1,5Zn – 0,5In – 0,7Rh – 0,2Fe – 0,1Ir (percentagens em peso), sofrem um aumento na resistência mecânica e na dureza após a operação de tratamento térmico para adesão da porcelana, denominada de “queima”.

#### 1.2.2.2 – Ligas à base de prata

As ligas odontológicas à base de prata geralmente contêm altos teores de paládio e pequenas quantidades de cobre. Estas ligas possuem alongamento variando de 1 a 6% e resistência à tração entre 100 e 400 MPa (MONDELLI, 1995).

Souza (2000) fundiu uma liga de prata-paládio na temperatura recomendada pelo fabricante e em uma temperatura acima desta. Suas análises micrográficas revelaram que a fusão na temperatura recomendada gerava uma estrutura mais refinada sendo, portanto, mais indicada.

Olivieri (2000) constatou que, após a fusão de uma liga Ag-Pd-Cu pelo processo de centrifugação e cera perdida, ocorria uma perda de 2% na quantidade de cobre, a qual foi atribuída, possivelmente, a uma proteção insuficiente da atmosfera de argônio durante o processo de fabricação.

A microestrutura das ligas fundidas de prata contendo ouro, paládio e cobre, possuem, normalmente, uma morfologia dendrítica e podem apresentar precipitados. Drápal e Pomajbík (1993) analisaram a liga conhecida comercialmente por Aurosa, e constataram que a microestrutura apresentava uma morfologia dendrítica, e a análise química indicou que as dendritas eram ricas em Ag e Pd, e pobres em Cu. Olivieri (2000) estudou a liga conhecida comercialmente por Palliag M, e também encontrou uma microestrutura com morfologia dendrítica, além da presença de precipitados, que não foram identificados.

### **1.2.2.3 Ligas à base de paládio**

As ligas à base de paládio foram desenvolvidas por Clyde Ingersoll em 1975 e contêm grande quantidade de paládio e prata, sem a presença de ouro e platina. Estas ligas possuem boas propriedades mecânicas, são facilmente soldadas e fundidas e possuem menor custo que as ligas a base de ouro, porém, o alto coeficiente de expansão térmica a torna incompatível com a maioria das porcelanas disponíveis no mercado (ASGAR, 1988).

Estas ligas foram originalmente utilizadas em restaurações metalocerâmicas, posteriormente sendo também utilizadas na fabricação de coroas, próteses parciais fixas e próteses parciais removíveis (MORRIS *et al.*, 1992).

O paládio geralmente é utilizado nas ligas odontológicas com o objetivo de diminuir o custo, aumentar a resistência mecânica e a ductilidade (MOFFA, 1983). Usualmente são adicionadas pequenas quantidades de zinco, índio ou estanho para aumentar a fluidez e a fusibilidade da liga (MONDELLI, 1995).

#### 1.2.2.4 Ligas à base de cobre

As ligas à base de cobre utilizadas na odontologia possuem baixa fusibilidade, não se pode reaproveitar as sobras de fundição, devido à volatilização do zinco durante o processo de fundição, o que acaba modificando a composição química da liga, e possuem baixa resistência à corrosão no meio bucal (MONDELLI, 1995).

Andrade *et al.* (1992) avaliaram o efeito da refundição na resistência à corrosão de duas ligas de cobre comerciais (Duracast e Goldent) e duas ligas experimentais. Os testes de corrosão foram realizados com saliva artificial e sulfeto de sódio, durante 1, 2, 7 e 15 dias, em temperatura controlada de 37°C, e apontaram para grande aceleração na oxidação devido à refundição.

Segalla *et al.* (1998a) testaram o efeito de diversos tratamentos térmicos em cinco ligas de cobre, três experimentais e duas comerciais (Duracast e Goldent), concluindo ser possível aumentar a dureza das ligas em até 40%. Segalla *et al.* (1998a) utilizaram duas temperaturas de aquecimento, 325 e 850°C, combinadas com três diferentes tempos de permanência no forno: 1, 2 ou 3 horas e duas taxas de resfriamento: rápida ou lenta, gerando 12 possibilidades. De modo geral, o aquecimento a 325°C, a maior permanência no forno e o resfriamento rápido, acarretaram em maior dureza.

Segalla *et al.* (1998b) também testaram a influência de outro tratamento térmico na resistência à corrosão das cinco ligas utilizadas no estudo anterior. O tratamento térmico utilizado consistia no aquecimento por 24 horas a 500°C, seguido de resfriamento rápido em água gelada ( $\pm 5^\circ\text{C}$ ), posterior reaquecimento a 900°C por 3 horas, seguido de novo resfriamento rápido em água gelada. Os testes de corrosão foram realizados em saliva artificial e sulfeto de sódio a 1%, separadamente. O tratamento térmico diminuiu a taxa de corrosão em todas as ligas quando o meio utilizado foi a saliva artificial, porém, em sulfeto de sódio a 1%, algumas ligas apresentaram melhora na resistência a corrosão, enquanto outras pioraram o seu desempenho.

### 1.2.2.5 Ligas à base de cobalto

As ligas de cobalto foram introduzidas no mercado devido à possibilidade do níquel causar reações adversas ao corpo hospedeiro, contudo, as ligas de cobalto não possuem a mesma soldabilidade, fusibilidade ou adesão à porcelana que as ligas de níquel contendo berílio (ASGAR, 1988).

O cobalto aumenta a resistência mecânica, dureza e resistência à corrosão. A presença do cromo, segundo elemento em percentual nestas ligas, melhora a dureza, resiliência e resistência à corrosão (MORRIS *et al.*, 1992). O níquel não exerce influência sobre a resistência à corrosão destas ligas, porém, reduz a dureza (MATKOVIĆ; MATKOVIĆ; MALINA, 2004) e a temperatura de fundição, além de aumentar a ductilidade (MORRIS *et al.*, 1992). O molibdênio melhora a resistência à corrosão em ligas Co-Cr-Mo (METIKOŠ-HUKOVIĆ *et al.*, 2006). O teor de carbono nas ligas de cobalto desempenha papel fundamental no comportamento da liga, pois o carbono tende a combinar-se com outros elementos, formando carbonetos, repensáveis por aumentar a resistência mecânica e a dureza e diminuir a ductilidade. Em projetos onde é necessária a flexibilidade da peça, como na confecção de braços de retenção dos grampos de próteses parciais removíveis, a baixa ductilidade pode acarretar na falha prematura da peça (VERGANI *et al.*, 1994).

Rivas e Maria (2001) analisaram as descontinuidades de estruturas fundidas com ligas de Co-Cr. No estudo foram realizados dois tipos de ensaios, primeiramente uma inspeção visual e posteriormente ensaio por radiografia. No ensaio de inspeção visual foram reprovadas 25,93% das peças e na radiografia 74,07%, confirmando a baixa fusibilidade das ligas Co-Cr.

Olivieri *et al.* (2000) observaram a influência da temperatura de fundição nas propriedades mecânicas e na dureza de uma liga Co-Cr. A liga foi fundida em duas temperaturas, a recomendada pelo fabricante e acima desta. O alongamento não sofreu alteração com a mudança de temperatura, contudo, a resistência mecânica, o limite de escoamento e a dureza foram maiores, quando a liga foi fundida acima da temperatura recomendada pelo fabricante.

Souza *et al.* (2000), completando o estudo anterior, realizado por Olivieri *et al.* (2000), analisaram o efeito do aumento da temperatura de fundição na microestrutura e na composição química de uma liga Co-Cr. O material, após ser

fundido, independente da temperatura, apresentou redução significativa no percentual de magnésio e silício, quando comparada com a condição fornecida pelo fabricante. A microestrutura dos corpos de prova fundidos em temperatura acima da recomendada pelo fabricante apresentou menor segregação interdendrítica e menor quantidade de precipitados.

#### **1.2.2.6 Ligas à base de níquel**

Na década de 1950, quando se iniciou a reconstrução metalocerâmica, tentou-se revestir as ligas de níquel com porcelana, porém, devido à baixa estabilidade da porcelana e as técnicas de revestimento disponíveis na época, a tentativa não obteve sucesso. Na década de 1970, com o aumento do preço do ouro e com o desenvolvimento de novas técnicas e materiais, revestimentos cerâmicos em ligas de níquel tornaram-se muito populares. Estas ligas possuem melhores propriedades mecânicas que as ligas a base de metal nobre, porém, são mais difíceis de serem soldadas ou fundidas (ASGAR, 1988). Alguns autores, como Asgar (1988), apontam a presença de níquel nas ligas odontológicas como um potencial risco à saúde, porém, Setcos *et al.* (2006) após um estudo sobre os riscos das ligas odontológicas de níquel, concluíram que estas ligas possuem uma longa história de sucesso na odontologia, mostrando-se seguras para utilização, apenas podendo oferecer alergias moderadas, não tendo sido constatado nenhum caso de reações significativas por sensibilidade ao contato com o níquel. O níquel pode ser utilizado de forma satisfatória em reconstruções metalocerâmicas, contudo, não se recomenda a utilização em implantes osteointegrados, pois pode acarretar diversas reações indesejáveis (ALI; GROTTI; RISCALA, 1987).

#### **1.2.2 Evolução da Técnica de Fabricação Odontológica**

A fundição de metais utilizando a técnica de cera perdida é praticada pelos homens há muitos anos, atribui-se sua origem a algum lugar do oriente entre o Egito

e a China. A sua utilização na odontologia foi realizada pela primeira vez em 1891 por Martin. Em 1896, Philbrook e mais tarde, em 1907, Taggart propuseram melhorias à proposta de Martin, dando origem à técnica utilizada nos dias atuais na fabricação de cera perdida e fusão por centrifugação (ASGAR, 1988). Este processo permite a fabricação de peças sob medida para cada paciente.

A reconstrução de dentes perdidos utilizando materiais metálicos possui propriedades de resistência mecânica e tenacidade à fratura adequadas, porém, esteticamente são indesejáveis. O revestimento da liga metálica com uma camada de porcelana agrega às propriedades dos metais uma superfície idêntica aos dentes e altamente resistente à abrasão. Esta técnica é denominada restauração metalocerâmica. O crédito da primeira produção comercial deste tipo de restauração é concedido ao Dr. Abraham Weinstein, que recobriu com porcelana uma liga de ouro e obteve duas patentes em 1962, nos Estados Unidos (ASGAR, 1988).

### **1.3 Ligas Níquel-Cromo para Aplicações Odontológicas**

As ligas à base de níquel foram introduzidas na odontologia na década de 1930 para aplicação em próteses parciais removíveis, porém, com o aumento do preço do ouro, estas ligas começaram a substituir o metal nobre na fabricação de coroas, próteses parciais fixas e restaurações metalocerâmicas (MORRIS *et al.*, 1992).

Apesar das ligas à base de níquel serem utilizadas há mais de 70 anos, pouco se conhece sobre estes materiais. Várias pesquisas têm sido feitas objetivando caracterizar e melhorar o desempenho das mesmas para uso odontológico.

Segundo Araújo *et al.* (2006), as ligas de níquel apresentam elevada resistência mecânica e dureza, alto módulo de elasticidade, alta resistência à fratura, baixo custo e resistência à deformação. Suas principais desvantagens são baixa resistência à corrosão em ambientes ácidos e biocompatibilidade duvidosa.

### 1.3.1 Propriedades Mecânicas das Ligas Ni-Cr

Segundo Asgar (1988), as propriedades mecânicas das ligas de níquel podem sofrer grandes variações, de acordo com os elementos de liga presentes, variando seu limite de escoamento de 28 a 870 MPa e o alongamento de 3 a 20%. Porém, segundo valores fornecidos pelos fabricantes de ligas comerciais, os limites de escoamento variam entre 330 (BEGO DENTAL, 2008) e 794 (NOBILIUM, 2008) MPa.

Olivieri *et al.* (2004) submeteram a liga comercialmente conhecida como Wiron 99, fabricada pela BEGO DENTAL, ao processo de fundição por centrifugação e cera perdida, variando a temperatura de fusão e observaram os efeitos desta variável nas propriedades mecânicas da liga. Segundo o fabricante, a liga deve ser fundida a 1420°C, no estudo, além da temperatura recomendada pelo fabricante, a liga foi fundida a 1520°C. Os resultados apontam pequenos aumentos, não significativos, na resistência mecânica e no alongamento, para o material fundido em 1520°C, enquanto a microdureza e o limite de escoamento permaneceram constantes. Os valores fornecidos pelo fabricante para a liga Wiron 99 são: limite de escoamento 330 MPa, limite de resistência 650 MPa, dureza 180 HV10 e o alongamento não é informado (BEGO DENTAL, 2008). Comparando com os resultados obtidos por Olivieri *et al.* (2004), apenas o limite de resistência apresenta diferença significativa, a pesquisa apresenta resultados entre 490 e 510 MPa, contra 650 MPa indicados pelo fabricante.

Bauer *et al.* (2006b) estudaram a influência do processo de fundição utilizado na fabricação de ligas à base de níquel-cromo, na resistência à tração e no alongamento das ligas comercialmente conhecidas como VeraBond, Suprem Cast-V e Tilite Star. Os processos estudados foram assim classificados: 1 - Maçarico gás/O<sub>2</sub> em atmosfera ambiente, 2 - Indução eletromagnética em ambiente controlado com argônio, 3 - Indução sob vácuo, 4 - Indução eletromagnética em atmosfera ambiente. O trabalho concluiu que o processo de fundição com maçarico foi aquele que provocou um aumento da resistência mecânica quando comparado aos outros métodos. Também foi observado que o alongamento do material não sofreu influência do método de fundição empregado. O aumento da resistência mecânica quando a fundição é realizada pelo maçarico foi justificada, no estudo, como um

efeito da combinação do carbono, gerado pela chama, com elementos como cromo, titânio, nióbio, silício e molibdênio, formando carbonetos metálicos. As Tabelas 03 e 04 apresentam os resultados obtidos por Bauer *et al.* (2006b).

Tabela 03 – Limite de resistência de ligas Ni-Cr, fundidas por diferentes processos.

	Limite de Resistência (MPa)			
	Maçarico	Indução c/ argônio	Indução a vácuo	Indução s/ atmosfera controlada
VeraBond	650 ± 62	689 ± 127	599 ± 23	577 ± 64
Suprem Cast-V	966 ± 27	824 ± 114	834 ± 50	855 ± 59
Tilite Star	1050 ± 74	958 ± 45	1022 ± 40	1020 ± 48

Fonte: Bauer *et al.*, 2006b, p.85.

Tabela 04 – Alongamento de ligas Ni-Cr, fundidas por diferentes processos.

	Alongamento (%) em 18mm			
	Maçarico	Indução c/ argônio	Indução a vácuo	Indução s/ atmosfera controlada
VeraBond	0,45 ± 0,1	0,49 ± 0,1	0,57 ± 0,1	0,55 ± 0,1
Suprem Cast-V	2,01 ± 0,1	1,59 ± 0,2	1,56 ± 0,2	1,39 ± 0,2
Tilite Star	1,04 ± 0,2	1,07 ± 0,2	1,42 ± 0,1	1,23 ± 0,1

Fonte: Bauer *et al.*, 2006b, p.85.

Bauer *et al.* (2006a) utilizaram o mesmo procedimento descrito anteriormente para analisar a influência na microdureza das três ligas. As ligas fundidas pelos processos de maçarico e indução sem atmosfera controlada apresentaram maior dureza, e todos os processos de fundição resultaram em uma dureza superior a da liga na condição como recebida pelo fabricante. A Tabela 05 mostra os resultados de dureza obtidos no referido estudo.

Tabela 05 – Microdureza de ligas Ni-Cr, fundidas por diferentes processos.

	Microdureza (HV)				
	Maçarico	Indução c/ argônio	Indução a vácuo	Indução s/ atmosfera controlada	Como recebida
VeraBond	423 ± 3,7	406 ± 3,1	413 ± 5,2	418 ± 6,2	392 ± 12
Suprem Cast-V	366 ± 4,6	348 ± 13	356 ± 3,7	366 ± 2,9	311 ± 4,9
Tilite Star	433 ± 2,3	416 ± 1,6	415 ± 2,2	422 ± 2,5	373 ± 1,6

Fonte: Bauer *et al.*, 2006a, p.42.

Lin *et al.* (2008) examinaram o efeito da queima (processo que envolve etapas controladas de aquecimento e resfriamento da liga metálica, muito comumente utilizado por protéticos e com a finalidade de preparar a liga metálica para a colocação de revestimento cerâmico ou porcelana) para adesão da porcelana na dureza das ligas à base de níquel-cromo comercialmente conhecidas como NPXIII e Litecast, com e sem adição de Be, respectivamente. A liga NPXIII apresentou um decréscimo na dureza Vickers de 354,5 para 281,2 HV, após a queima. Entretanto, a liga Litecast obteve um comportamento inverso, aumentando a dureza após a queima da porcelana em 11 HV em relação à condição de apenas fundida, onde a dureza era de 138,5 HV.

### 1.3.2 Microestrutura das Ligas Ni-Cr

A Figura 01 apresenta o diagrama de equilíbrio das fases das ligas Ni-Cr. Ligas com teores de cromo de até 20% serão monofásicas, e o cromo estará dissolvido na estrutura cristalina do níquel. Para teores de cromo entre 20% e 37% a liga ainda apresentará um comportamento monofásico, porém a fase presente será a fase  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_2\text{Cr}$ ).

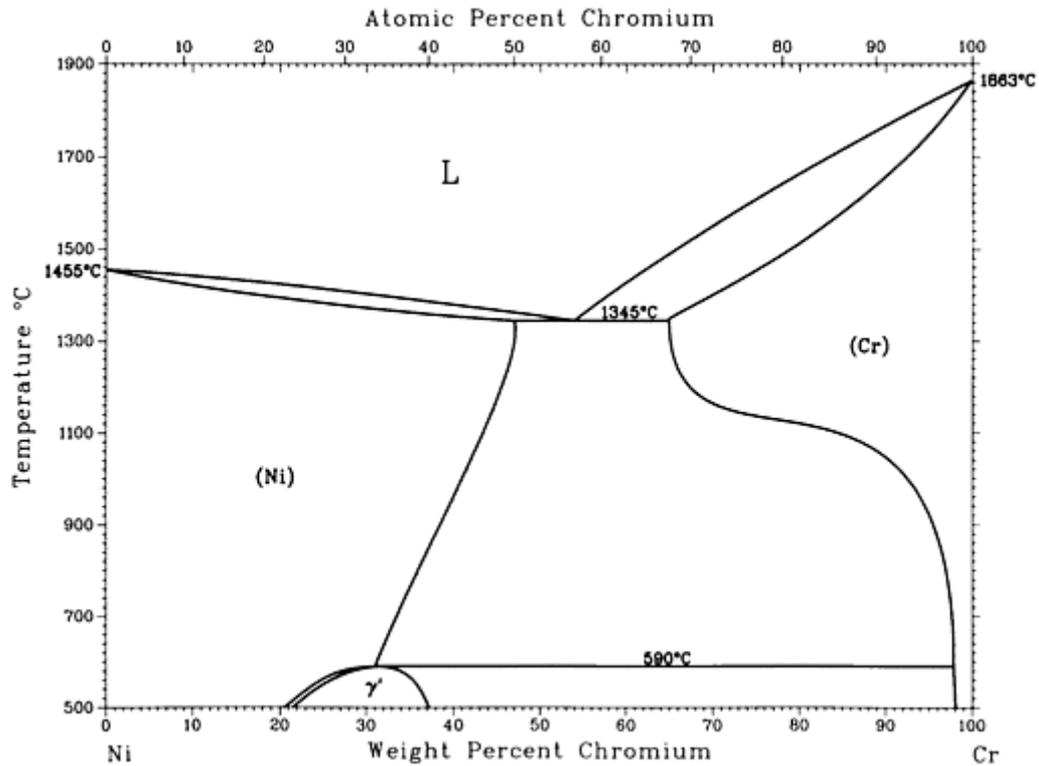


Figura 01 – Diagrama de equilíbrio da liga Ni-Cr. Fonte: Metals Handbook, 1992.

As Figuras 02 e 03 apresentam os diagramas de equilíbrio ternários para as ligas contendo Ni-Cr-Mo, respectivamente, para as temperaturas de 1200°C e 600°C.

As ligas odontológicas do sistema Ni-Cr-Mo, normalmente contém até 10% de molibdênio e até 25% de cromo, para ligas com estes teores, em temperaturas elevadas, 1200°C (Figura 02), a microestrutura será monofásica, contudo, em temperaturas mais baixas, 600°C (Figura 03), nota-se a tendência destes materiais adentrarem uma região do diagrama que apresenta uma estrutura bifásica.

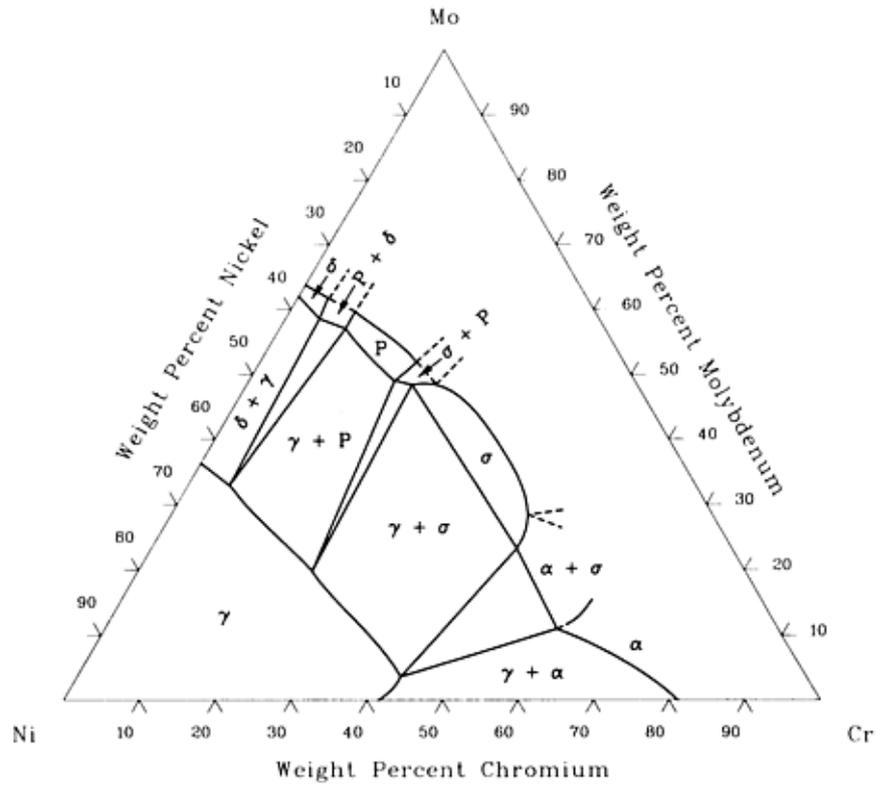


Figura 02 – Diagrama de equilíbrio da liga Cr-Mo-Ni para a temperatura de 1200°C.  
Fonte: Metals Handbook, 1992.

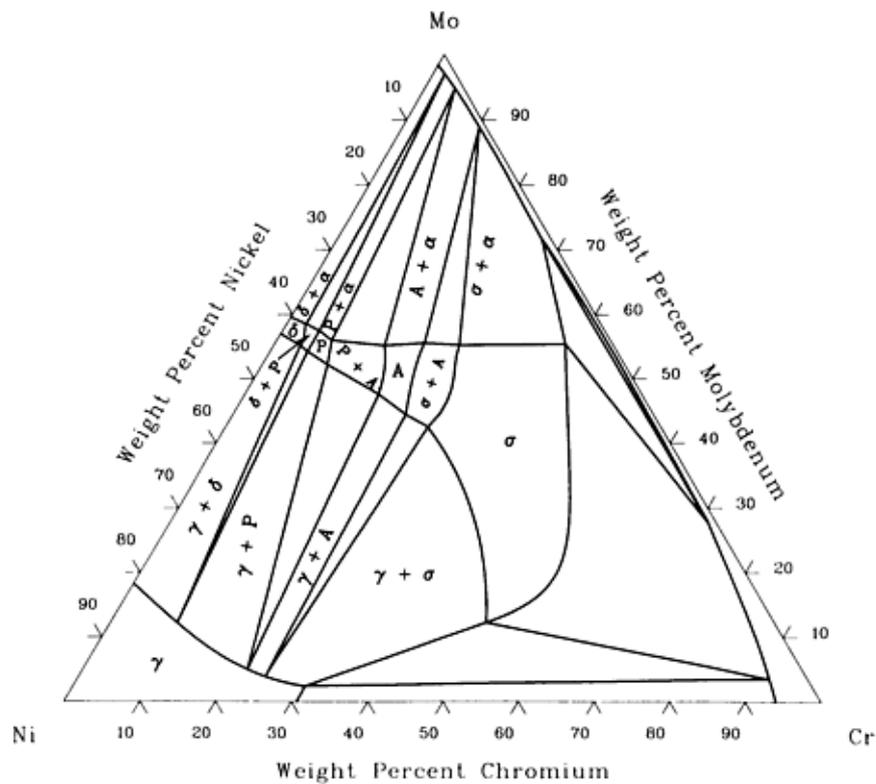


Figura 03 – Diagrama de equilíbrio da liga Cr-Mo-Ni para a temperatura de 600°C.  
Fonte: Metals Handbook, 1992.

Devido à variedade de elementos de ligas e diferentes quantidades de níquel e cromo presentes nas ligas odontológicas, diversas microestruturas são apontadas pelos autores para diferentes ligas. Também não existe consenso na literatura sobre qual reagente químico utilizar para revelar a microestrutura das ligas odontológicas à base de níquel. Lin *et al.* (2007) apontam a dificuldade de encontrar um ataque químico adequado para revelar a estrutura das ligas de níquel.

Segundo Bauer *et al.* (2008) as ligas comerciais denominadas VeraBond, Tilitite Star e Suprem Cast V, apresentam uma estrutura dendrítica com formação eutética e precipitados, enquanto as ligas denominadas, Wiron 99, VeraBond II e Remanium apresentam uma estrutura similar as anteriores, porém, com ausência da fase eutética.

Sousa (2005) apresentou um estudo em que as ligas denominadas Wiron 99 e Wironia, quando fundidas pelas técnicas de oxi-GLP (oxigênio e gás liquefeito de petróleo - GLP) e indução em forno de alta frequência, revelaram uma microestrutura constituída por duas fases, uma matriz de Ni-Cr-Mo e precipitados ricos em molibdênio. A liga Wironia apresentou maior quantidade de precipitados que a liga Wiron 99.

Em estudo realizado por Olivieri (2000), a liga Wiron 99 apresentou uma estrutura bruta de fusão com muitas dendritas de solidificação e uma microestrutura com precipitados e porosidades. Foram analisadas as microestruturas em três condições: como recebida do fabricante, fundida na temperatura recomendada pelo fabricante (1420°C) e fundida a 1520°C. A amostra fundida a 1520°C apresentou uma estrutura mais refinada dentre as três situações e a como recebida pelo fabricante, a estrutura menos refinada. As Figuras 04 e 05 apresentam os resultados obtidos neste estudo, em que o ataque químico utilizado foi água régia.

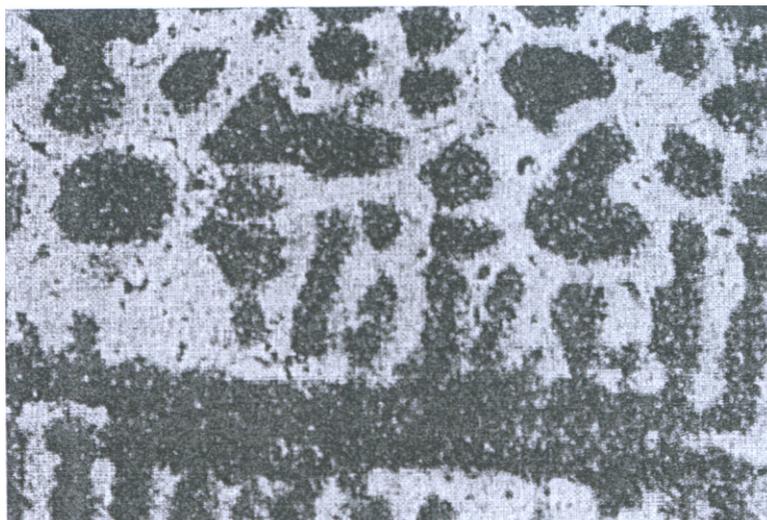


Figura 04 – Microestrutura da liga Wiron 99, como recebida, ataque: água régia, microscopia óptica, 500X. Fonte: Olivieri, 2000, p.124.

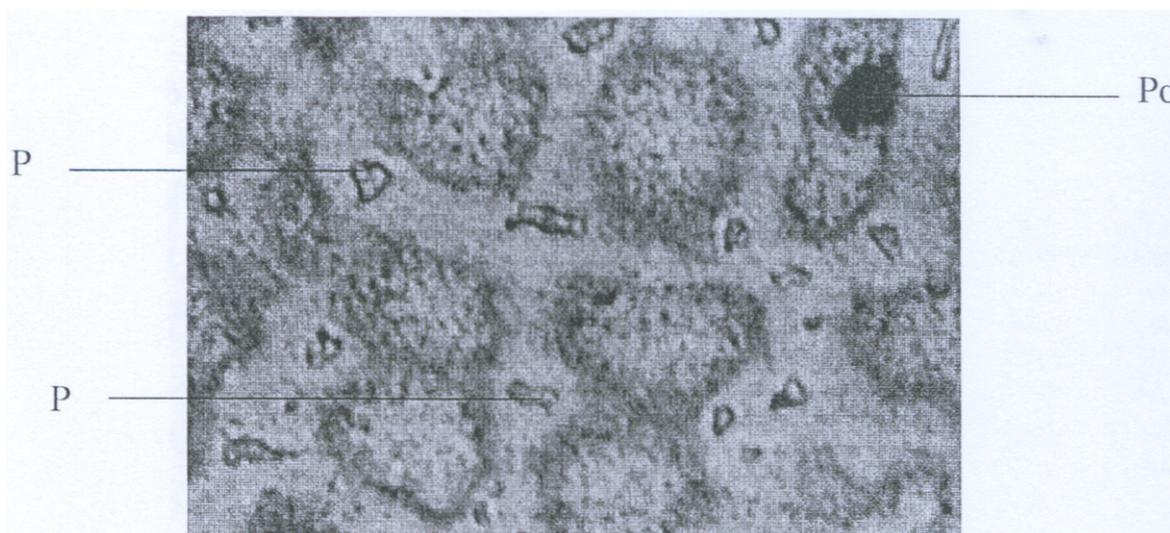


Figura 05 – Microestrutura liga Wiron 99, fundida a 1420°C, ataque: água régia, microscopia óptica, 500X (P = precipitado; Po = porosidade). Fonte: Olivieri, 2000, p.126.

Bauer *et al.* (2006a) realizaram análise através de microscopia óptica em três ligas à base de níquel: VeraBond (Ni-Cr-Mo-Nb), Cast-V (Ni-Cr-Mo-Be) e Tilite (Ni-Cr-Mo-Ti). Todas as ligas apresentaram uma matriz e uma fase com estrutura lamelar, não apresentando variações antes e após a fundição. A liga Ni-Cr-Mo-Be apresentou regiões de composição Ni-Be entre as fases de aspecto dendrítico. A liga Ni-Cr-Mo-Ti apresentou precipitados, que foram considerados, provavelmente, carbeto, no entorno da fase de aspecto dendrítico. As Figuras 06, 07 e 08 apresentam, respectivamente, as microestruturas das ligas VeraBond, Cast-V e Tilite obtidas no estudo.

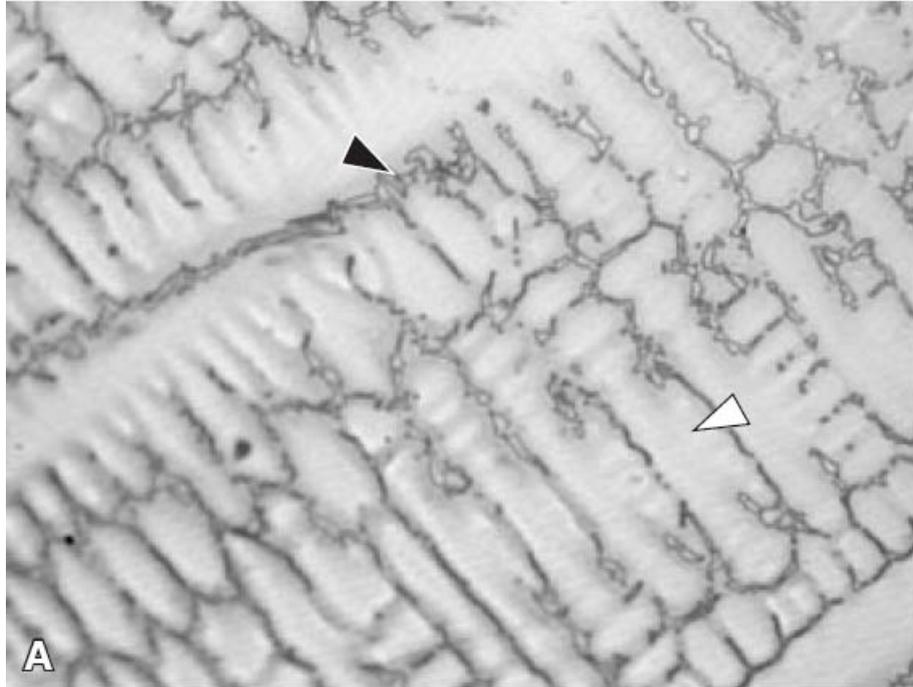


Figura 06 – Microestrutura liga VeraBond, ataque: ácido nítrico e ácido acético proporção 1:1, microscopia óptica, 400X. Seta branca: matriz; seta preta: fase lamelar. Fonte: Bauer *et al.*, 2006a, p.44.

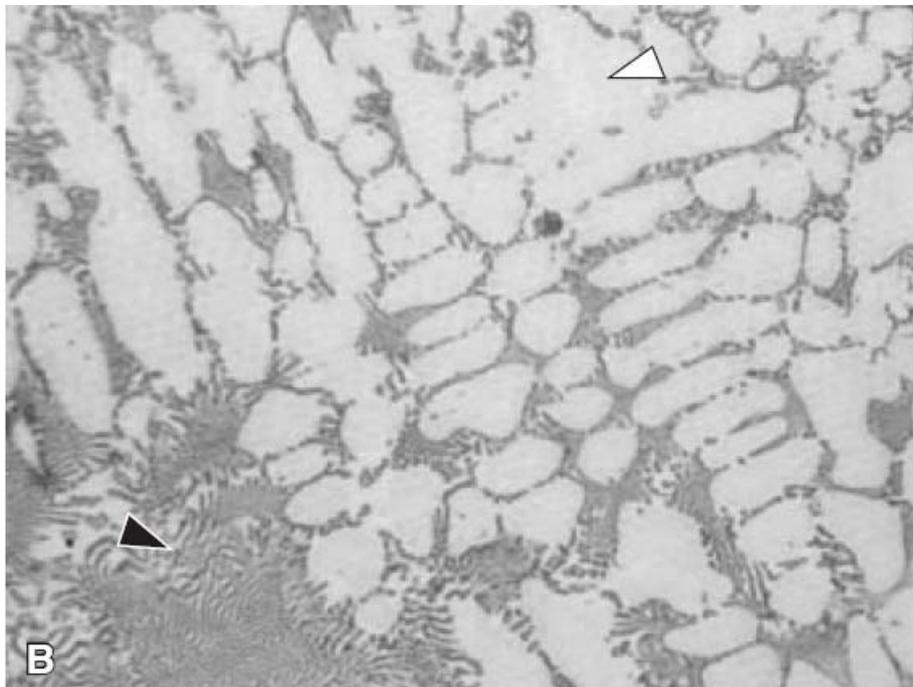


Figura 07 – Microestrutura liga Cast-V, ataque: ácido nítrico e ácido acético proporção 1:1, microscopia óptica, 400X. Seta branca: matriz; seta preta: fase lamelar. Fonte: Bauer *et al.*, 2006a, p.44.

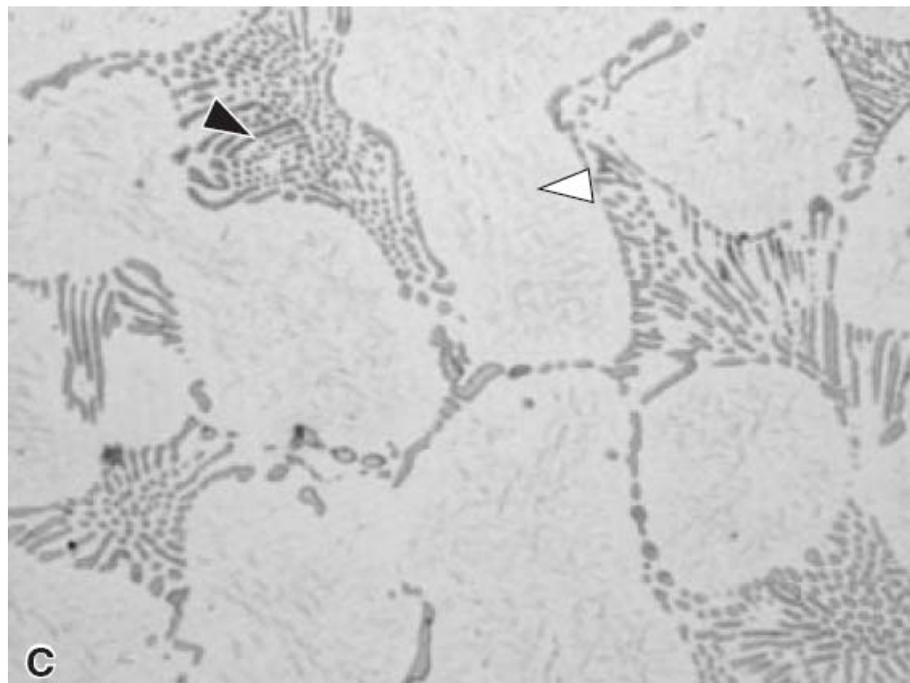


Figura 08 – Microestrutura liga Tilite, ataque: ácido nítrico e ácido acético proporção 1:1, microscopia óptica, 400X. Seta branca: matriz; seta preta: fase lamelar. Fonte: Bauer *et al.*, 2006a, p.44.

Wylie *et al.* (2007) realizaram estudos com o intuito de determinar as modificações microestruturais sofridas pelas ligas de níquel-cromo comercialmente conhecidas como Matchmate e Dsing 10 durante o processo de queima para adesão da porcelana. Os estudos revelaram que a liga Matchmate, antes da queima (Figura 09) apresentava uma microestrutura contendo uma matriz (regiões mais claras) entremeada por uma segunda fase de geometria com aspecto rendilhado (regiões mais escuras) e precipitados escuros. Após a queima, a estrutura bifásica era mantida, porém, a estrutura era “suavizada” (Figura 10). A liga Dsing 10 também apresentou uma microestrutura essencialmente bifásica, porém, formada por uma fase clara, em maior quantidade e outra escura, ao redor da primeira. Esta liga não apresentou alteração antes e após a queima, segundo Wylie *et al.* (2007), conforme Figuras 11 e 12, respectivamente.

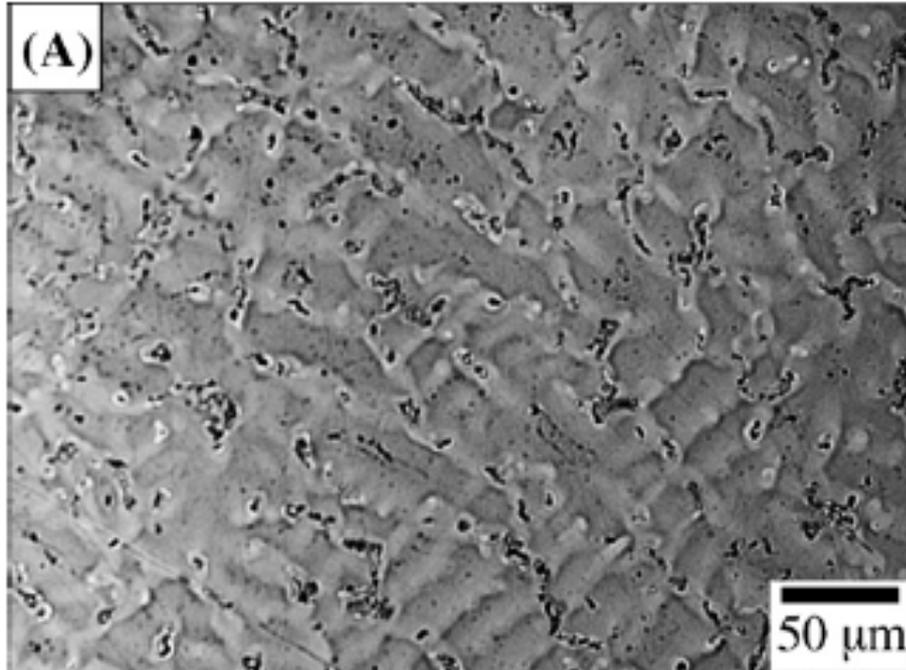


Figura 09 – Microestrutura da liga Matchmate, como fundida, ataque: eletrolítico em ácido sulfúrico 10%, microscopia óptica. Fonte: Wylie *et al.*, 2007, p.716.

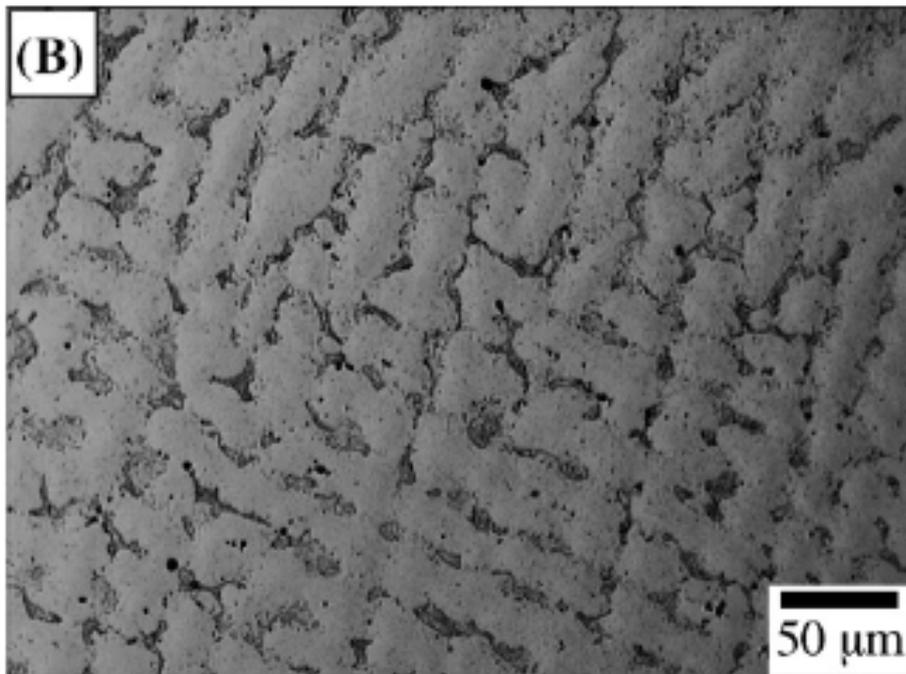


Figura 10 – Microestrutura da liga Matchmate, após a queima para colocação da porcelana, ataque: eletrolítico em ácido sulfúrico 10%, microscopia óptica. Fonte: Wylie *et al.*, 2007, p.716.

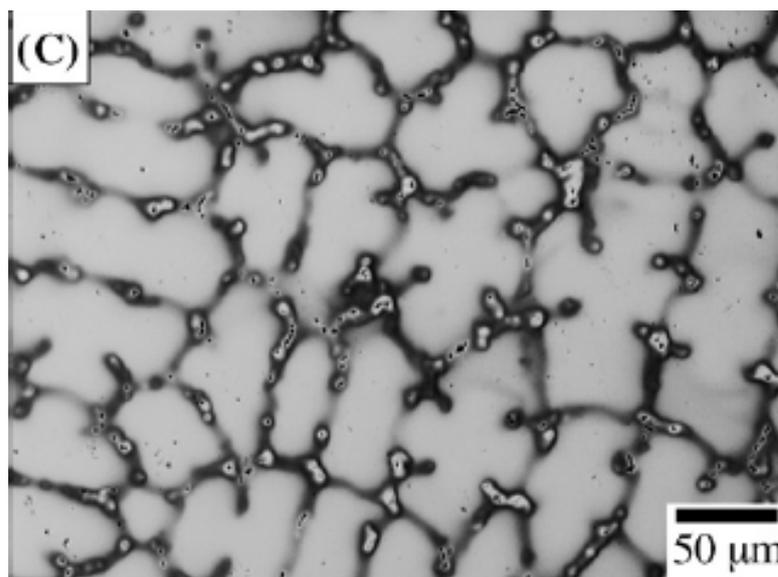


Figura 11 – Microestrutura da liga Dsign 10, como fundida, ataque: eletrolítico em ácido sulfúrico 10%, microscopia óptica. Fonte: Wylie *et al.*, 2007, p.716.

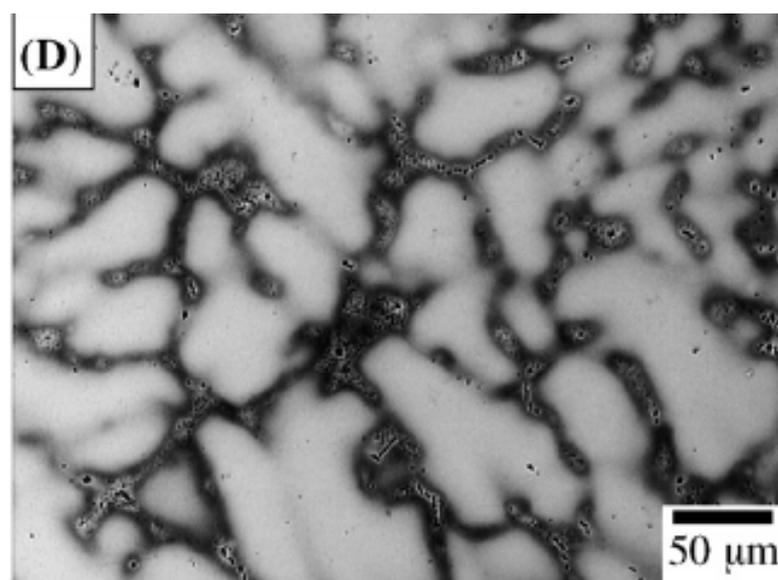


Figura 12 – Microestrutura da liga Dsign 10, após a queima para colocação da porcelana, ataque: eletrolítico em ácido sulfúrico 10%, microscopia óptica. Fonte: Wylie *et al.*, 2007, p.716.

O estudo realizado por Wylie *et al.* (2007) também examinou como a composição química varia ao longo das fases. A caracterização foi realizada em microscópio eletrônico de varredura, equipado com dispositivo para análise pela técnica de Espectroscopia por Dispersão de Energia (*energy dispersive spectroscopy* - EDS). Na liga Matchmate, os precipitados eram ricos em Mo e Si e pobres em Ni e Cr, no contorno dos precipitados havia um aumento no percentual de Cr e um decréscimo de Mo, a matriz era rica em Ni e Cr. Após a queima, os

precipitados foram empobrecidos em Mo e enriquecidos em Ni e a variação da composição química existente nos contornos dos precipitados foi diminuída, acarretando maior uniformidade (Figura 13). Já na liga Dsign10, a fase clara apresentou-se rica em Ni e pobre em Cr e Mo, e a fase escura era rica em Cr, Mo e Si e pobre em Al e Ni. Após a queima, houve o aparecimento de pequenas partículas ricas em Mo e Si na fase escura e as diferenças no teor de Cr foram suavizadas ao longo do material (Figura 14).

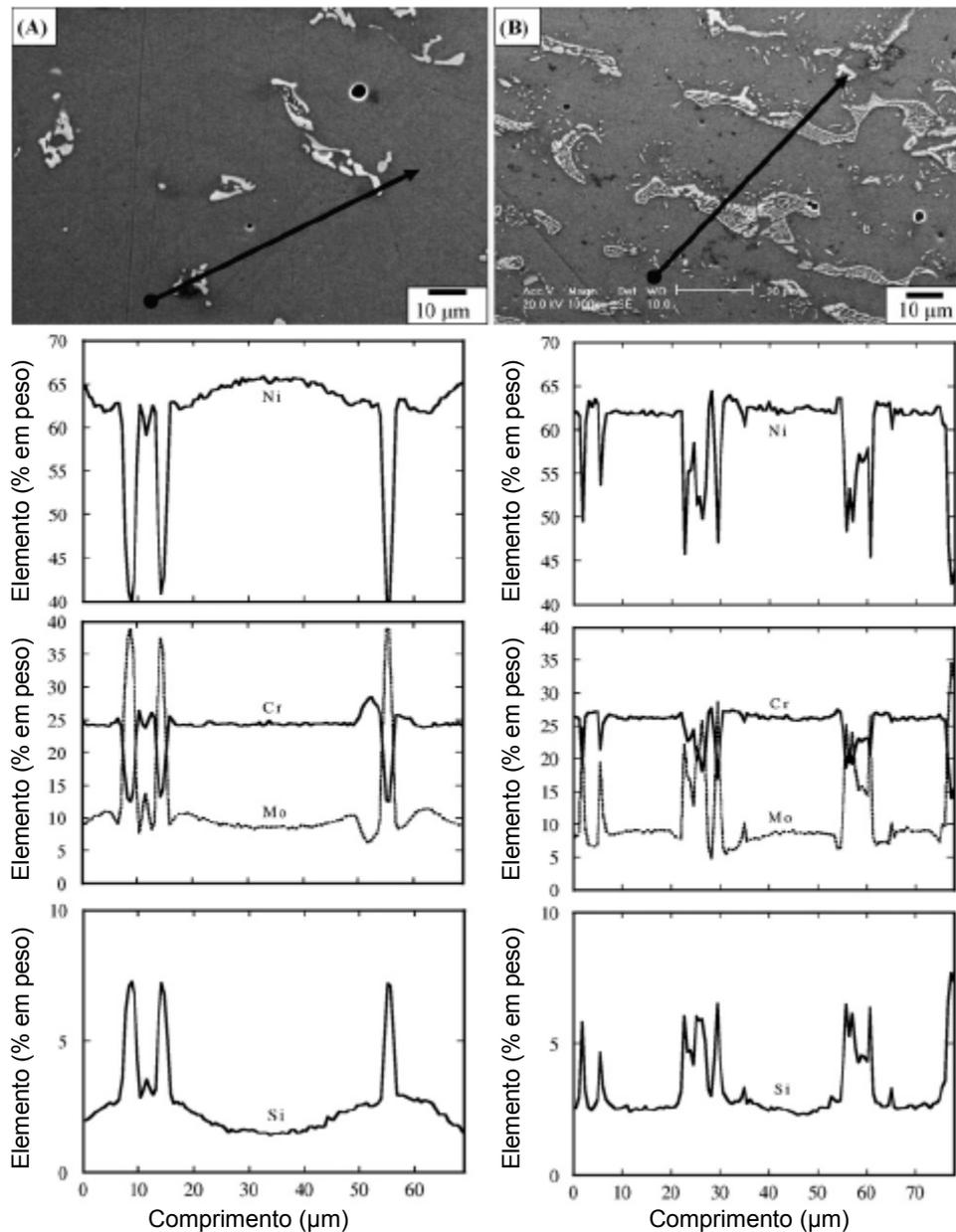


Figura 13 – Micrografias em MEV e EDS correspondente para a liga Matchmate antes (A) e após a queima da porcelana (B). Fonte: Wylie *et al.*, 2007, p.717.

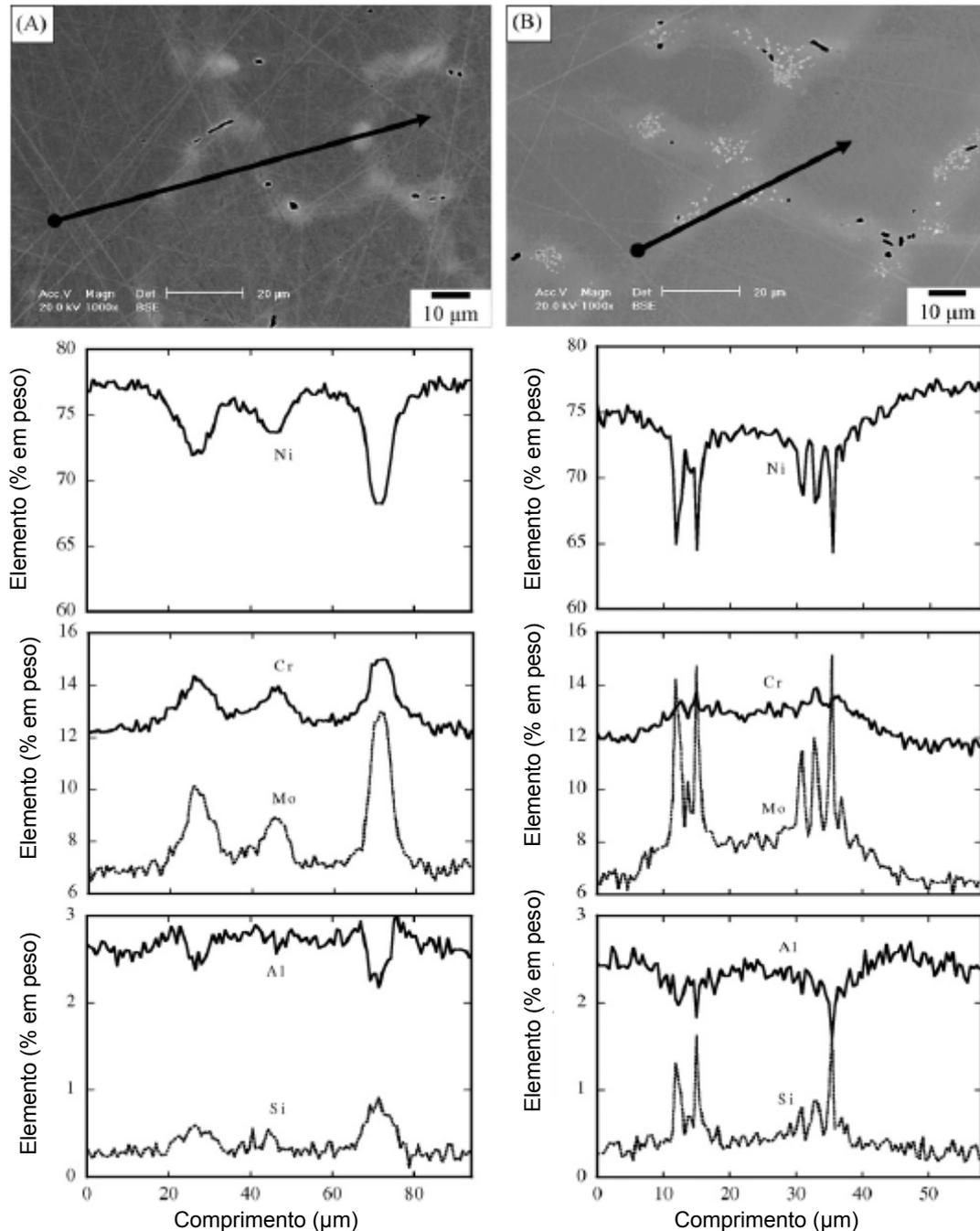


Figura 14 – Micrografias em MEV e EDS correspondente para a liga Dsign 10 antes (A) e após a queima da porcelana (B). Fonte: Wylie *et al.*, 2007, p.718.

Lin *et al.* (2007) ressaltaram a dificuldade em encontrar-se um ataque químico que revele corretamente as microestruturas das ligas de níquel. Em seu trabalho, foi analisada a influência do processo de queima para adesão da porcelana na microestrutura das ligas Litecast e NPXIII, que foram atacadas, respectivamente, com solução de 10 mL  $\text{HNO}_3$  e 40 mL de  $\text{HCL}$  por 20 s e em ataque eletrolítico em solução a 10% ácido oxálico em água destilada por 1 min e 40 s. A liga Litecast

apresentou, antes e após a queima, uma microestrutura monofásica de grãos dendríticos, entretanto, após a queima, apareceram regiões específicas contendo precipitados de tipo não especificados no trabalho. As microestruturas antes da queima da liga Litecast estão apresentadas nas Figuras 15 e 16. Na liga NPXIII, observou-se uma maior quantidade de precipitados na fase que entremeava a matriz (região mais clara na imagem) (Figuras 17 e 18, antes e após a queima, respectivamente).



Figura 15 – Microestrutura da liga Litecast, antes da queima para adesão da porcelana, ataque:  $\text{HNO}_3$  e  $\text{HCL}$  proporção 1:4, microscopia óptica, 500X. Fonte: Lin *et al.*, 2008, p.381.



Figura 16 – Microestrutura da liga Litecast, após a queima para adesão da porcelana, ataque:  $\text{HNO}_3$  e HCL proporção 1:4, microscopia óptica, 500X. Fonte: Lin *et al.*, 2008, p.381.



Figura 17 – Microestrutura da liga NPXIII, antes da queima para adesão da porcelana, ataque: eletrolítico em ácido oxálico 10%, microscopia óptica, 500X. Fonte: Lin *et al.*, 2008, p.381.

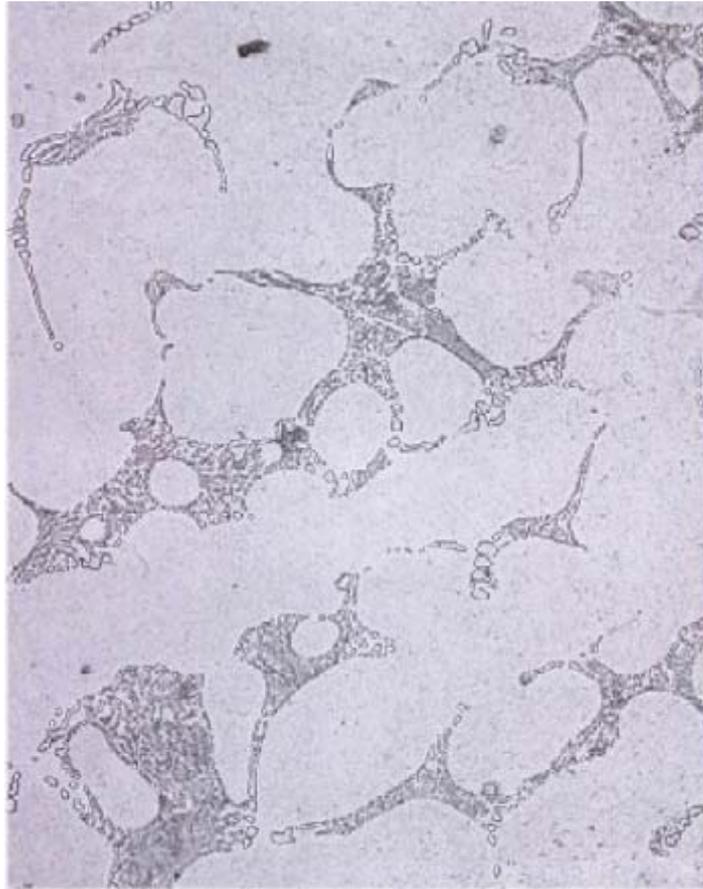


Figura 18 – Microestrutura da liga NPXIII, após a queima para adesão da porcelana, ataque: eletrolítico em ácido oxálico 10%, microscopia óptica, 500X. Fonte: Lin *et al.*, 2008, p.381.

Elementos de liga como Al e Ti combinam-se com o níquel formando fases ordenadas  $Ni_3Al$  e  $Ni_3Ti$ , estas fases são denominadas  $\gamma'$ . Porém, as fases ordenadas são extremamente finas, necessitando de microscopia eletrônica com grandes aumentos para serem visualizadas, na ordem de 10.000X (BROOKS, 1982).

### 1.3.3 Influência dos Elementos de Ligas nas Ligas Ni-Cr

Vergani *et al.* (1994) ressaltaram a importância da análise da composição química em ligas odontológicas, pois pequenas variações de elementos críticos podem alterar significativamente as propriedades do material.

### 1.3.3.1 Cromo

O cromo é o principal elemento responsável pela resistência à corrosão das ligas de níquel. A Figura 19 apresenta a taxa de corrosão destas ligas, de acordo com o percentual de cromo. Para teores de cromo de até 10%, ocorre um aumento da taxa de corrosão, isto pode ser explicado devido aos átomos de cromo atuarem como defeitos na estrutura cristalina do níquel, o que facilita a difusão do oxigênio em comparação com o níquel puro. Para maiores teores de cromo, há um decréscimo na taxa de corrosão devido à formação de uma camada estável de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . A resistência à corrosão se estabiliza para teores acima de 30% de cromo (BROOKS, 1982).

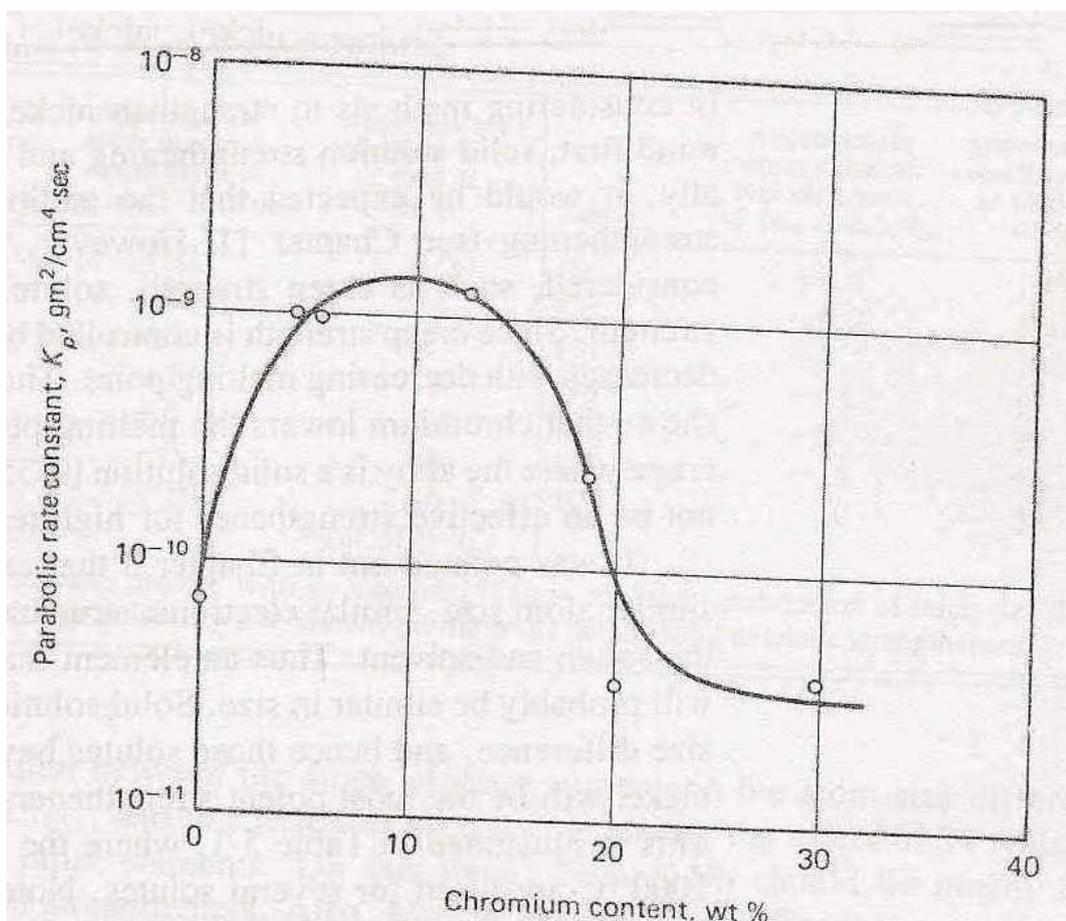


Figura 19 – Taxa de corrosão das ligas níquel-cromo de acordo com o percentual de cromo. Fonte: Brooks, 1982, p.143

Manaranche e Hornberger (2007) realizaram testes de corrosão em duas ligas de níquel para uso odontológico, denominadas Ugirex II e Wiron 99, contendo 13,2% e 25,5% de cromo, respectivamente. O estudo apontou que a liga Ugirex, devido ao seu baixo teor de cromo, era mais suscetível à corrosão, apresentando uma perda de massa cinco vezes maior que a liga Wiron 99. Dutra *et al.* (2006) compararam a resistência à corrosão da liga Wiron 99, utilizada por Manaranche e Horberger (2007), com a liga Wironia, que possui o mesmo percentual de cromo da Wiron 99, e obtiveram resultados similares no desempenho das duas ligas, o que demonstra que o teor de cromo desempenha papel fundamental na resistência à corrosão das ligas à base de níquel.

Wylie *et al.* (2007) demonstraram que a resistência à corrosão da liga Dsing10 varia de acordo com a microestrutura, sendo menor nas regiões com menor concentração de cromo e molibdênio (Figura 20).

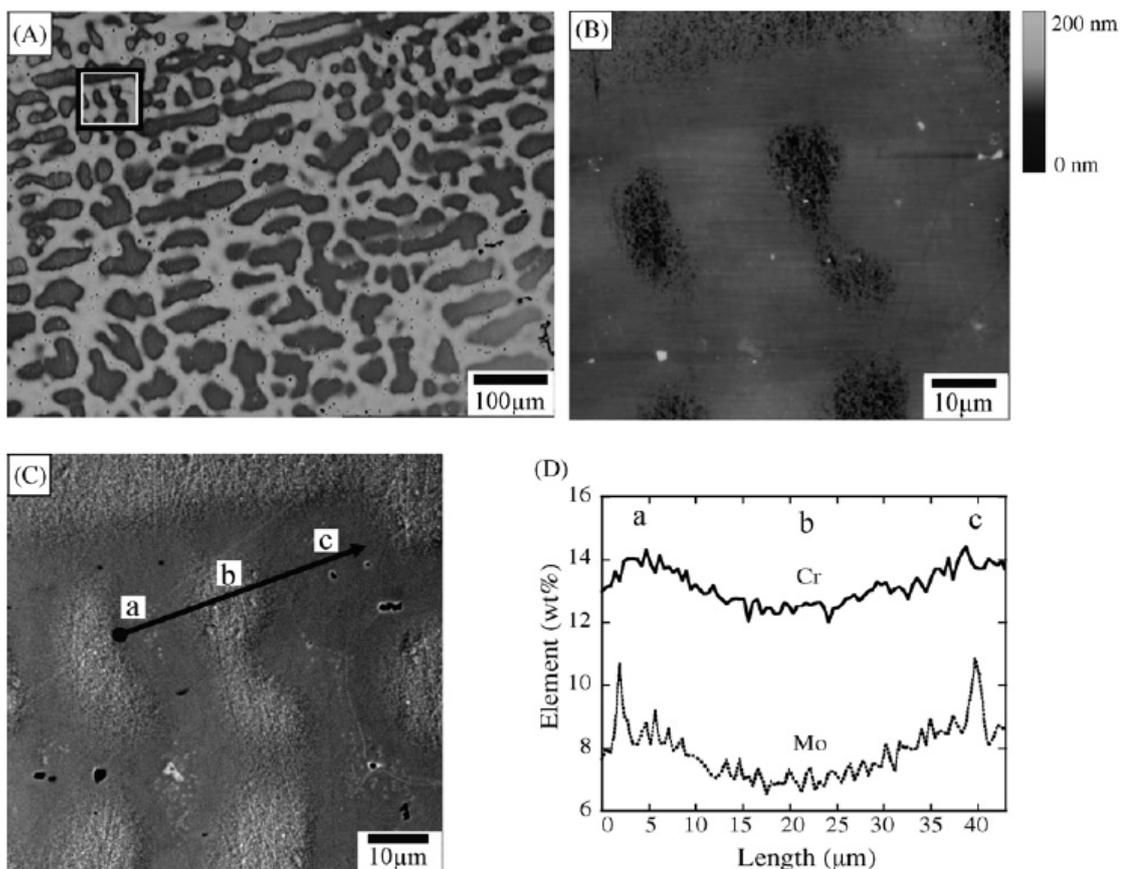


Figura 20 – Diferentes taxas de corrosão na liga Dsing 10, de acordo com o percentual de cromo e molibdênio. Fonte: Wylie *et al.*, 2007, p.721

### 1.3.3.2 Molibdênio

A adição de molibdênio aumenta a resistência à corrosão das ligas à base de níquel (LEE *et al.*, 1985), principalmente a corrosão classificada como sendo do tipo localizada e galvânica (FRIEND apud WYLIE *et al.*, 2007).

Huang (2002) atribuiu a alta resistência à corrosão das ligas odontológicas à base de níquel a uma camada superficial de óxidos, formada pela presença do cromo e do molibdênio.

### 1.3.3.3 Berílio

O berílio é adicionado às ligas de níquel para melhorar a fusibilidade e aumentar a força de adesão entre a cerâmica e o metal, em aplicações de restaurações metalocerâmicas (MORRIS *et al.*, 1992) (ASGAR, 1988), além de diminuir a temperatura de fusão (WASSELL *et al.*, 2002) (LEE *et al.*, 1985). Contudo, a presença do berílio diminui a resistência à corrosão (LIN *et al.*, 2008) (LEE *et al.*, 1985), podendo também acarretar reações adversas ao corpo humano (WASSELL *et al.*, 2002).

Pellizzer, Bombonatti e Valerio Filho (1995) avaliaram a fluidez de cinco ligas de níquel-cromo para aplicações odontológicas, e obtiveram desempenhos diferentes para cada liga, atribuindo como um dos fatores de melhoria da fluidez, e, conseqüentemente, da fusibilidade, a presença de berílio como elemento de liga.

### 1.3.3.4 Carbono

Morris *et al.* (1992) relataram que o carbono é adicionado como elemento de liga em ligas níquel-cromo com o objetivo de aumentar a resistência mecânica, porém, também acarreta aumento de fragilidade. Wataha (2002) e Bauer *et al.* (2006a) atribuem o aumento da resistência mecânica pela adição de carbono à

formação de carbonetos metálicos. Wataha (2002) ressalta que pequenas quantidades de carbono, entre 0,1 e 0,5 % em peso, são suficientes para modificar de forma significativa as propriedades mecânicas dos materiais.

## 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; WASSELL; WALLS; 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](http://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](http://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](http://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 (COMPAGAS, [www.compagas.com.br](http://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  $\mu\text{m}$ , 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.

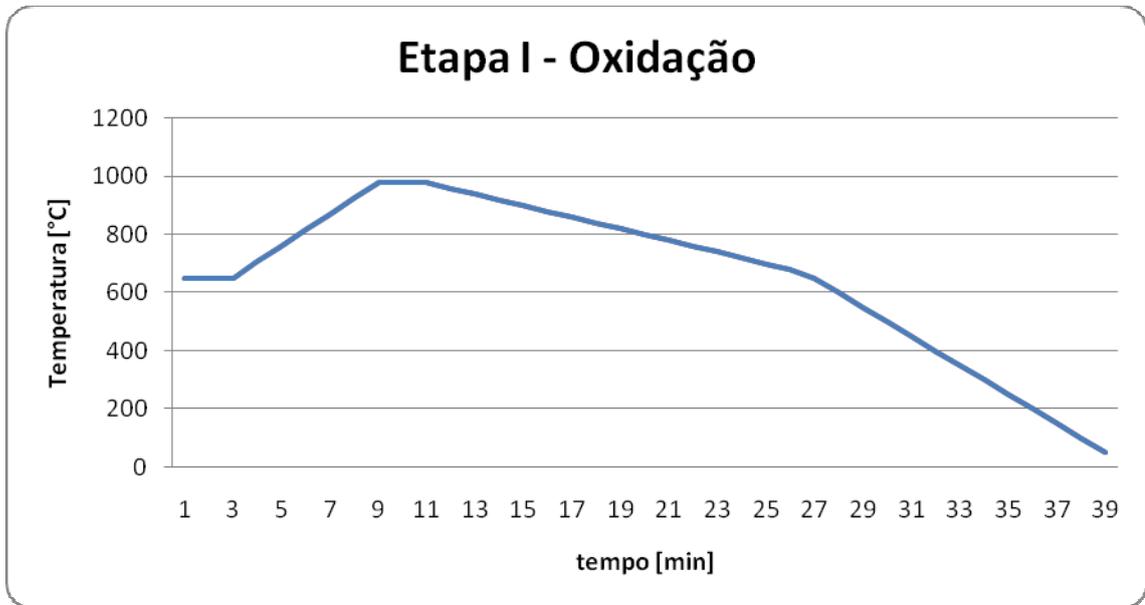


Figura 22 – Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) da etapa de oxidação do tratamento térmico

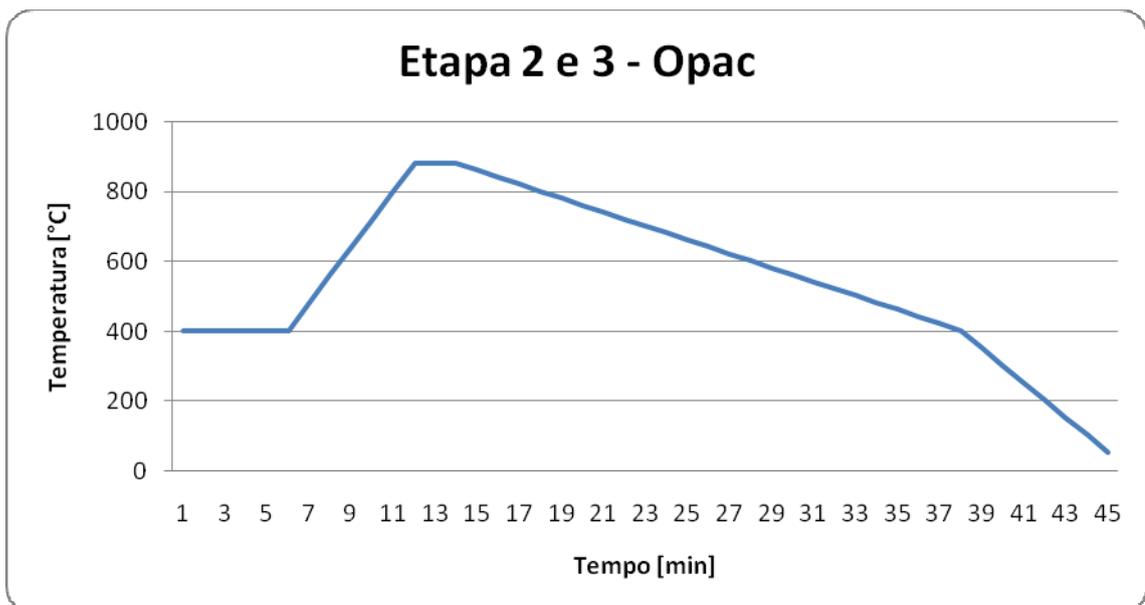


Figura 23 – Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) das etapas opac I e opac II do tratamento térmico

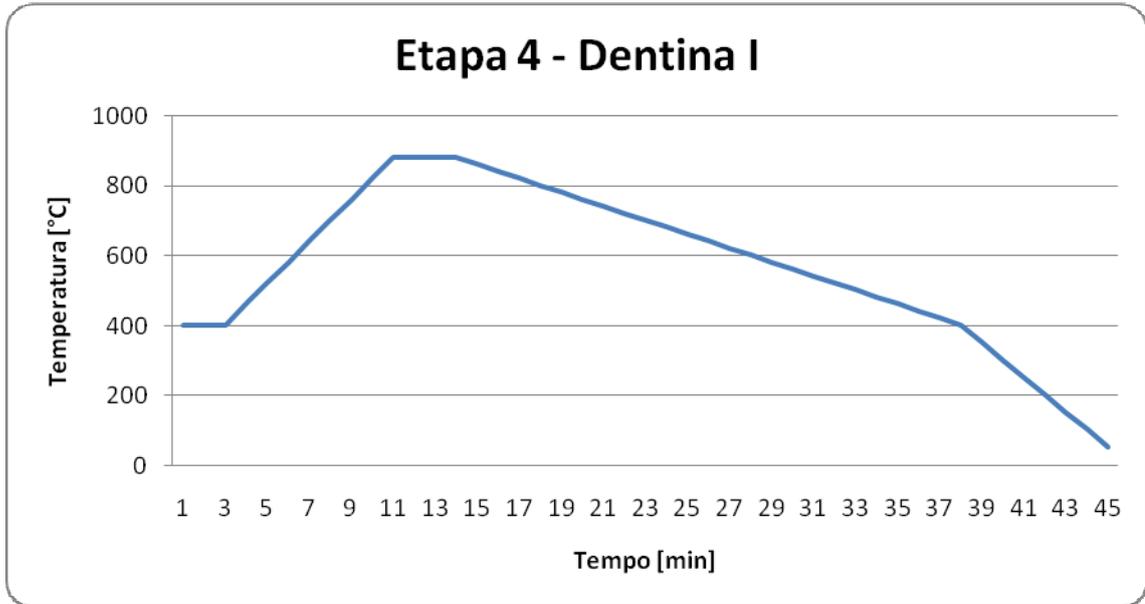


Figura 24 – Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) da etapa dentina I do tratamento térmico

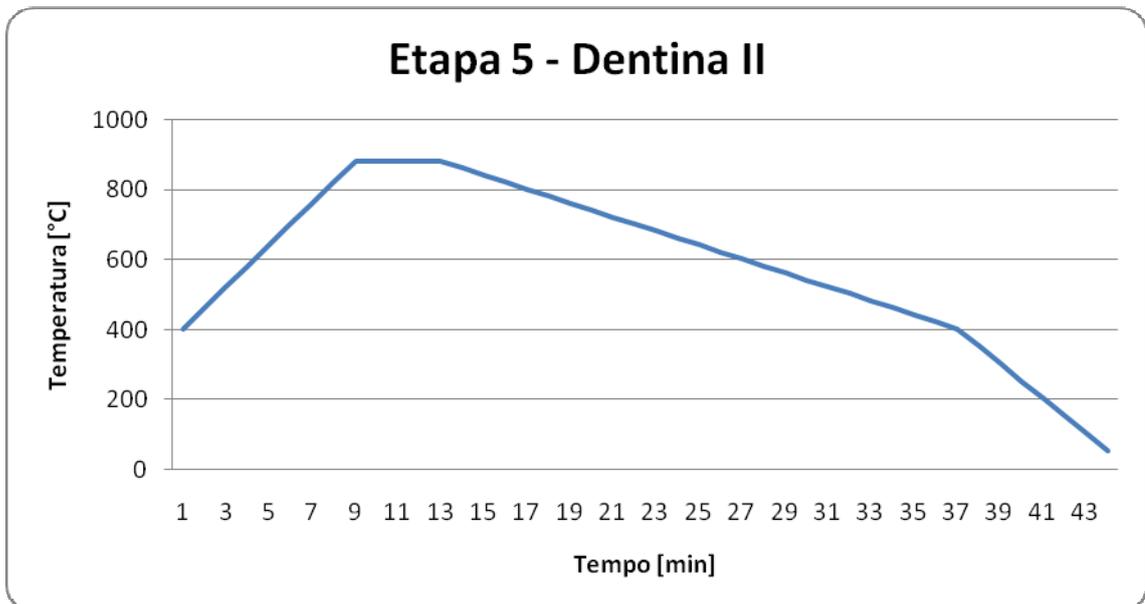


Figura 25 – Gráfico temperatura (T) versus tempo (t) da etapa dentina II do tratamento térmico

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  $\frac{1}{4}$   $\mu\text{m}$ , nesta ordem.

## **2.8 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.

## **2.9 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 $\mu\text{A}$ .

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).

## **2.10 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 19), a conectividade 4 considera as regiões como dois objetos. Já na conectividade 8, as regiões são consideradas um objeto único.

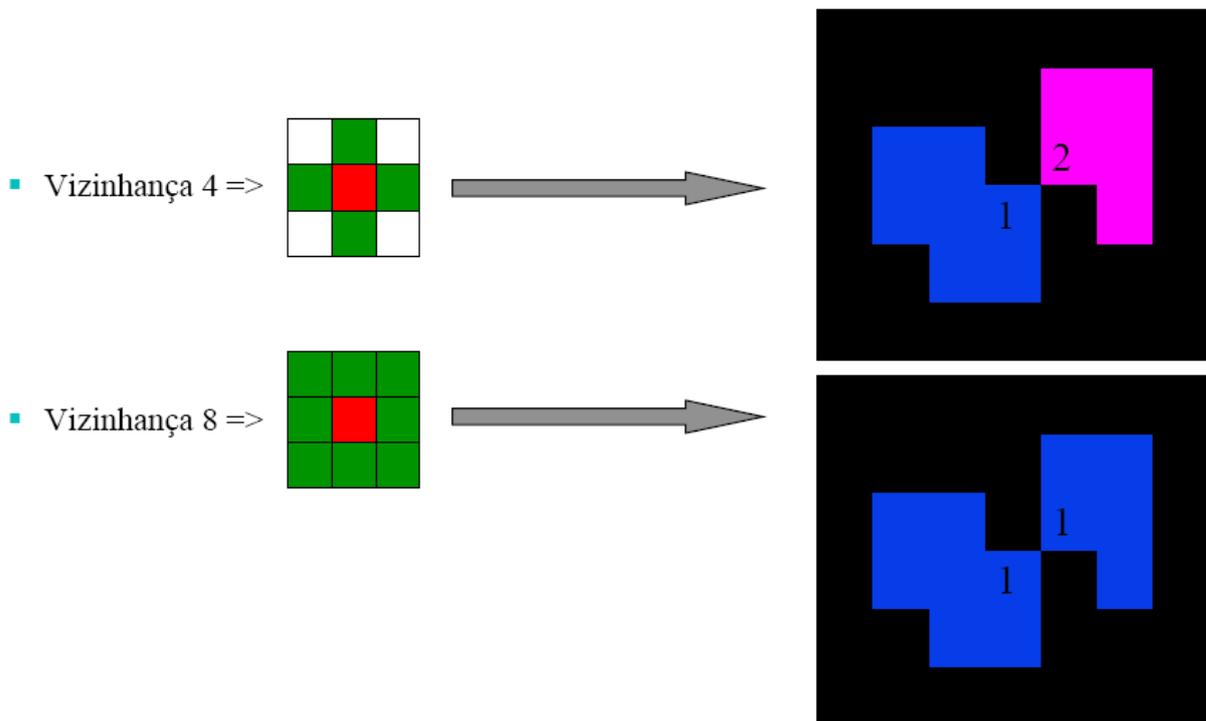


Figura 26 – Diferença entre conectividade (ou vizinhança) 4 e 8. Fonte: Paciornik, 2009.

## 2.11 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; BUSSAB; MORETTIN, 2005). Todos os testes foram realizados para 95% de confiabilidade bilateral ou  $\alpha = 0,05$ .

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Resultados da Análise Química Quantitativa

A Tabela 08 apresenta os resultados dos testes de análise química para os grupos CR e F, comparando os valores obtidos com os indicados pelo fabricante.

Tabela 08 – Resultado da análise química.

Elemento	Quantidade (%)		
	Fabricante* <sup>1</sup>	Ensaio Grupo CR	Ensaio Grupo F
Ni	60,75	61	62
Cr	25	24,7	24,7
Mo	10	10,5	10,8

\*1 - Fonte: Talladium do Brasil ([www.talladiumdobrasil.com.br](http://www.talladiumdobrasil.com.br); acesso em: 05 de Jul. 2008).

Os resultados da análise química indicam que a composição do material fornecido está de acordo com o especificado pelo fabricante. Para os elementos analisados pode-se, ainda, observar que não houve variação da composição química da liga, antes e após o processo de fundição.

#### 3.2 Propriedades Mecânicas de Limite de Resistência e Limite de Escoamento

As propriedades de limite de resistência (LR) e limite de escoamento (LE) foram aferidas automaticamente pela máquina de ensaio, durante a realização dos testes de tração. O limite de escoamento informado pelo equipamento é o limite de escoamento 0,2 %. Os valores destas propriedades, para todos os corpos de prova ensaiados dos grupos F e TT, estão apresentados nas Tabelas 09 e 10,

respectivamente. As Figuras 27 e 28 apresentam os diagramas tensão x deformação, obtidos nos ensaios dos grupos F e TT, respectivamente.

Durante a execução do ensaio de tração, o segundo corpo de prova do grupo F, escorregou das garras da máquina de ensaio. Conforme pode ser observado na Figura 20, o segundo gráfico (referente ao segundo corpo de prova do grupo F) apresenta um degrau no início do ensaio, e portanto, devido a este incidente, os resultados deste corpo de prova foram desprezados.

Tabela 09 – Resultados dos ensaios de tração para o grupo F.

Corpo de Prova	LE (MPa)	LR (MPa)
CP1	207,72	567,54
CP3	249,37	522,51
CP4	235,34	565,62
CP5	182,41	581,88
Média	218,71	559,39
Desvio Padrão	29,75	25,63

Tabela 10 – Resultados dos ensaios de tração para o grupo TT.

Corpo de Prova	LE (MPa)	LR (MPa)
CP1	276,81	577,00
CP2	241,68	539,39
CP3	267,60	531,31
CP4	198,64	503,45
CP5	218,16	576,61
Média	240,58	545,55
Desvio Padrão	32,81	31,49

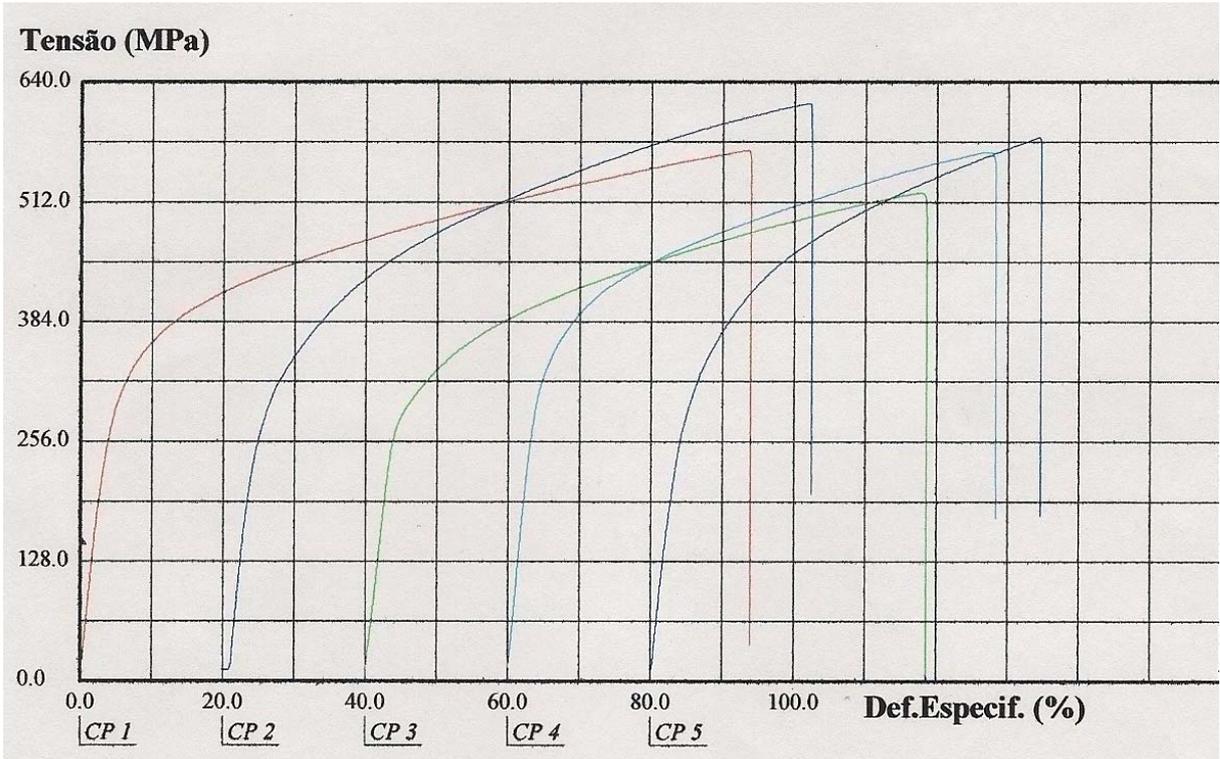


Figura 27 – Gráficos tensão x deformação dos cinco corpos de prova do grupo F.

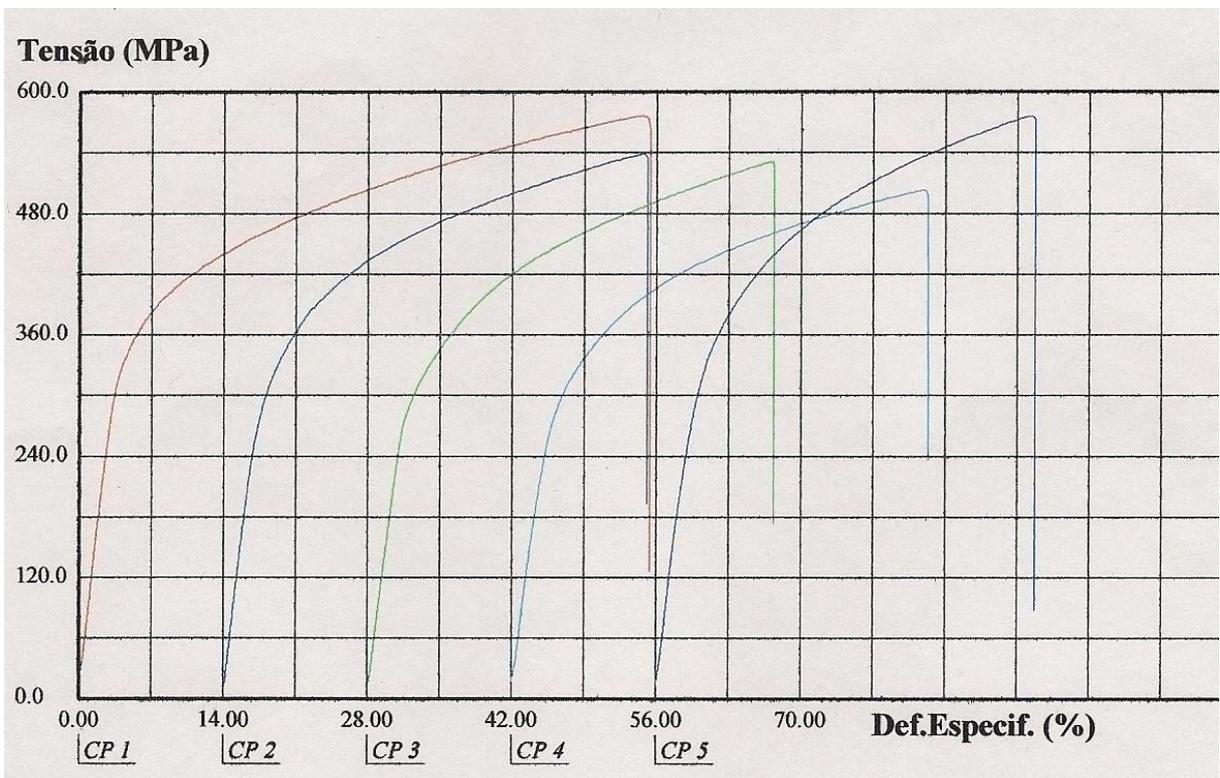


Figura 28 – Gráficos tensão x deformação dos cinco corpos de prova do grupo TT.

Os resultados dos ensaios de tração indicam que o material possui um limite de resistência superior àquele informado pelo fabricante (306 MPa, conforme a Talladium do Brasil). Os testes apresentaram um limite de resistência de  $559,39 \pm 25,63$  MPa e  $545,55 \pm 31,49$  MPa para os grupos F e TT, respectivamente. No entanto, os resultados para o limite de escoamento ficaram ligeiramente abaixo do indicado pelo fabricante, isto é,  $218,71 \pm 29,75$  MPa e  $240,58 \pm 32,81$  MPa para os grupos F e TT, respectivamente, enquanto o fabricante indica 258 MPa. Deve-se ressaltar que o fabricante ([www.talladiumdobrasil.com.br](http://www.talladiumdobrasil.com.br); Acesso em: 05 de Jul. 2008) não indica o estado metalúrgico do material e não fornece dados sobre seu processo de fabricação, o que dificulta uma comparação direta destes resultados.

Bauer *et al* (2006b) realizaram ensaios na liga Tilite Star, que possui composição química similar à liga pesquisada neste trabalho. A Tabela 11 compara a composição química das duas ligas. Bauer *et al* (2006b) obtiveram valores de resistência mecânica superiores, atingindo  $1050 \pm 74$  MPa, para o material fundido através da mesma técnica utilizada nesta pesquisa. Uma das explicações possíveis para o ocorrido, é que a liga Tilite Star possui grande quantidade de titânio, elemento que tende a formar carbonetos de alta dureza, elevando a resistência mecânica do material. Também se sabe que variações na composição química da liga fornecida pelo fabricante podem gerar este tipo de diferenças.

Tabela 11 – Comparação entre as composições químicas das ligas Tilite Star e FIT-CAST SB.

Elemento	Tilite Star <sup>*1</sup>	FIT-CAST SB <sup>*2</sup>
Ni	76,5	60,75
Cr	13,5	25
Mo	6,0	10
Si	-----	2
Ti	4,0	< 1

<sup>\*1</sup> Fonte: Bauer *et al*, 2006b, p.85.

<sup>\*2</sup> Fonte: Talladium do Brasil ([www.talladiumdobrasil.com.br](http://www.talladiumdobrasil.com.br), acesso em: 05 de Jul. 2008)

Os gráficos ilustrados pelas Figuras 29 e 30 apresentam, respectivamente, as médias dos limites de resistência e de escoamento com os seus respectivos desvios padrões para os grupos F e TT.

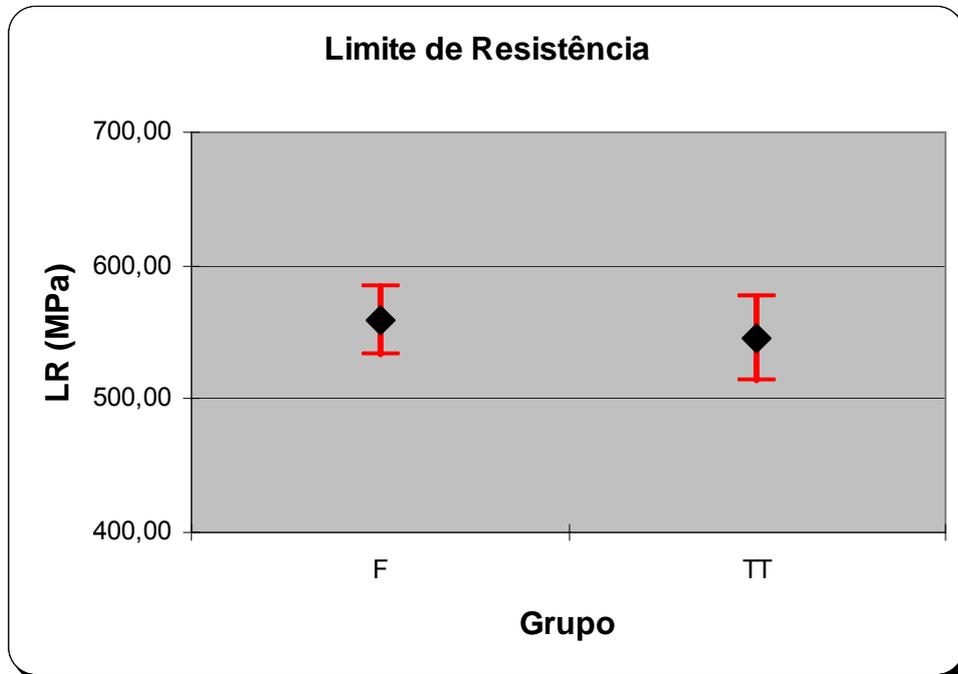


Figura 29 – Gráfico com os limites de resistência para os grupos F e TT.

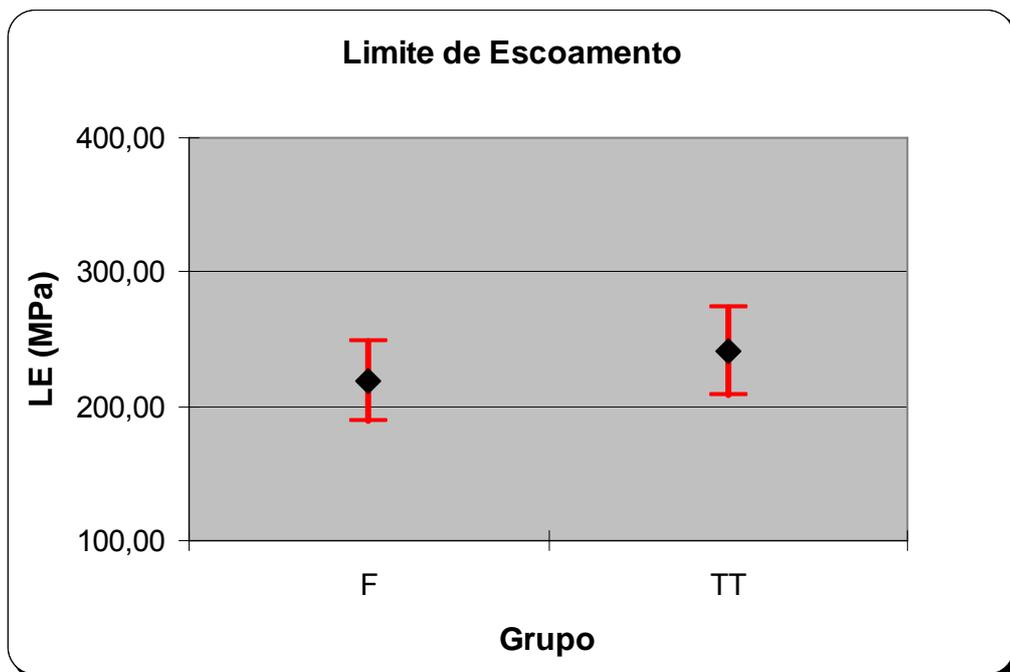


Figura 30 – Gráfico com os limites de escoamento para os grupos F e TT.

Os valores de  $f$  e  $t$ , calculados para os testes de distribuição F e de distribuição  $t$  de Student, assim como os valores do  $f$  crítico ( $f_c$ ) e do  $t$  crítico ( $t_c$ ) tabelados, para a análise dos resultados de limite de escoamento e limite de resistência, são apresentados na Tabela 12. Como se pode verificar, os valores de  $f$  calculados são menores que os valores de  $f_c$ , portanto, pode-se afirmar que os grupos possuem a mesma variância, podendo ser aplicado o teste  $t$  de Student para grupos com mesma variância.

Tabela 12 – Valores de  $f$  e  $t$  calculados e valores de  $f_c$  e  $t_c$  tabelados para os resultados de LE e LR.

Famílias comparadas	Valor de $f$	Valor de $f_c$	Valor de $t$	Valor de $t_c$
Limite de escoamento: grupos F e TT	1,22	9,98	1,033	2,365
Limite de resistência: grupos F e TT	1,51	9,98	0,708	2,365

Os resultados do teste “ $t$ ” de Student revelaram, com confiabilidade de 95% ( $\alpha = 0,05$ ), que a hipótese nula foi aceita, e portanto, que os resultados dos dois grupos (F e TT) pertencem a uma mesma família. Portanto, pode-se considerar que não ocorreram mudanças nos valores de limite de resistência e limite de escoamento entre os grupos F e TT.

### 3.3 Propriedade Mecânica de Microdureza

Os resultados de microdureza para os grupos CR, F e TT estão apresentados nas Tabelas 13, 14 e 15, respectivamente.

Tabela 13 – Resultados dos ensaios de microdureza para o grupo CR.

Grupo CR		Microdureza (HV 0,1)
Amostra 01	Ensaio 01	71,30
	Ensaio 02	74,18
	Ensaio 03	66,02
	Ensaio 04	68,58
	Ensaio 05	71,30
	Média	70,28
	Desvio Padrão	3,10

Tabela 14 – Resultados dos ensaios de microdureza para o grupo F.

Grupo F		Microdureza (HV 0,1)
Amostra 01	Ensaio 01	66,02
	Ensaio 02	80,49
	Ensaio 03	68,58
	Ensaio 04	68,58
	Ensaio 05	71,30
	Média	70,99
	Desvio Padrão	5,63
Amostra 02	Ensaio 01	80,49
	Ensaio 02	74,18
	Ensaio 03	68,58
	Ensaio 04	70,31
	Ensaio 05	70,31
	Média	72,77
	Desvio Padrão	4,78

Tabela 15 – Resultados dos ensaios de microdureza para o grupo TT.

Grupo TT		Microdureza (HV 0,1)
Amostra 01	Ensaio 01	66,02
	Ensaio 02	80,49
	Ensaio 03	74,18
	Ensaio 04	71,30
	Ensaio 05	74,18
	Média	73,23
	Desvio Padrão	5,25
Amostra 02	Ensaio 01	80,49
	Ensaio 02	68,58
	Ensaio 03	71,30
	Ensaio 04	71,30
	Ensaio 05	74,18
	Média	73,17
	Desvio Padrão	4,55

Embora não seja a representação usual, o fabricante do material disponibilizou o valor de dureza Vickers na unidade MPa, para a liga aqui estudada. Segundo England (<http://www.gordonengland.co.uk/>; Acessado em: 19 Set. 2009) e o Centro de Informação Metal Mecânica (<http://www.cimm.com.br/portal/>; Acessado em: 19 Set. 2009), para se converter o valor de dureza de HV para MPa, é necessário multiplicar o valor por 9,807. Portanto, a dureza informada pelo fabricante seria de 20,70 HV (ver Tabela 07), o que é um valor inferior aos valores obtidos nos ensaios desta pesquisa. Embora os valores obtidos estejam acima do informado pelo fabricante, deve-se ressaltar, novamente, que o estado metalúrgico e o processo de fabricação do corpo de prova utilizado pelo fabricante não foram informados, bem como as cargas aplicadas e seu tempo de aplicação.

Sampaio (2009) realizou ensaios de dureza na liga FIT-CAST SB, mesma liga desta pesquisa, e obteve valores de dureza no entorno de 74,607 HV 0,1, valor similar aos encontrados neste estudo. O autor utilizou o mesmo processo de

fundição que foi utilizado por este trabalho, para a confecção de seus corpos de prova.

O gráfico ilustrado na Figura 31 apresenta, de forma comparativa, os resultados médios e desvios padrões dos ensaios de dureza, para todas as amostras.

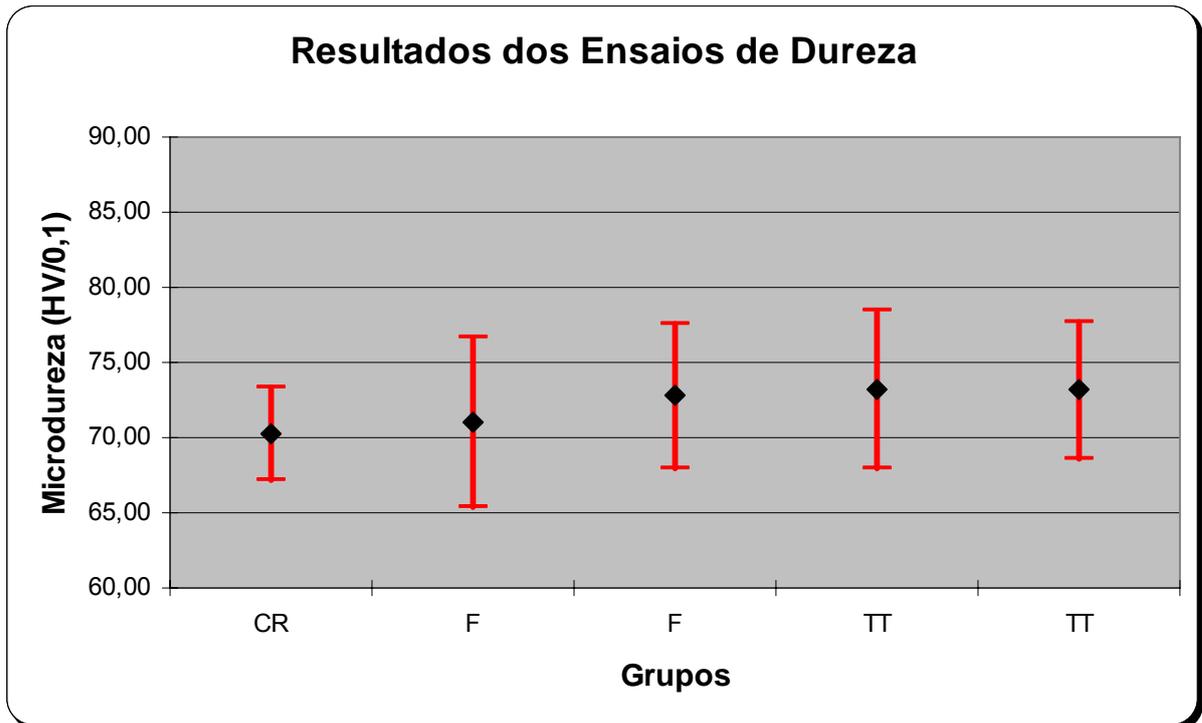


Figura 31 – Gráfico dos valores de dureza, comparando os resultados dos grupos CR, F e TT. O grupo CR teve medições feitas em apenas uma amostra.

Os valores de  $f$  e  $t$ , calculados para os testes de distribuição  $F$  e de distribuição  $t$  de Student, assim como os valores do  $f_c$  e do  $t_c$  tabelados, para a análise dos resultados dos ensaios de dureza, são apresentados na Tabela 16. Como se pode verificar, os valores dos  $f$  calculados são menores que os valores de  $f_c$ , portanto, pode-se afirmar que os grupos possuem a mesma variância, podendo ser aplicado o teste  $t$  de Student para grupos com mesma variância.

Tabela 16 – Valores de  $f$  e  $t$  calculados e valores de  $f_c$  e  $t_c$  tabelados para os resultados dos ensaios de microdureza.

Famílias comparadas	Valor de $f$	Valor de $f_c$	Valor de $t$	Valor de $t_c$
Amostra CR e amostra 01 grupo F	3,30	6,39	0,250	2,228
Amostra CR e amostra 02 grupo F	2,38	6,39	0,981	2,228
Amostra CR e amostra 01 grupo TT	2,88	6,39	1,085	2,228
Amostra CR e amostra 02 grupo TT	2,16	6,39	1,177	2,228
Amostra 01 do grupo F e amostra 02 grupo F	1,39	6,39	0,539	2,228
Amostra 01 do grupo F e amostra 01 grupo TT	1,15	6,39	0,651	2,228
Amostra 01 do grupo F e amostra 02 grupo TT	1,53	6,39	0,673	2,228
Amostra 02 do grupo F e amostra 01 grupo TT	1,21	6,39	0,145	2,228
Amostra 02 do grupo F e amostra 02 grupo TT	1,10	6,39	0,134	2,228
Amostra 01 do grupo TT e amostra 02 grupo TT	1,33	6,39	0,020	2,228

Os resultados do teste “t” de Student revelaram, com confiabilidade de 95%, que a hipótese nula foi aceita, e portanto, que não houve diferença entre os resultados dos ensaios de dureza para as condições CR, F e TT.

Sabe-se que o tratamento térmico para adesão da porcelana pode gerar mudanças de propriedades mecânicas das ligas de níquel. No entanto, não é possível determinar qual efeito este tratamento térmico irá acarretar. Lin *et al* (2008) pesquisaram o efeito deste tratamento térmico em duas ligas à base de níquel, e obtiveram o comportamento inverso para cada uma delas. Enquanto a liga

comercialmente conhecida como NPXIII teve decréscimo de dureza, a outra denominada Litecast teve a dureza ligeiramente aumentada. Portanto, pode-se esperar que as ligas à base de níquel, quando submetidas a este tratamento térmico, apresentem os mais diversos comportamentos, dependendo fortemente da composição química das mesmas.

### 3.4 Caracterização Microestrutural

O MEV foi escolhido para realizar a caracterização microestrutural em lugar do microscópio óptico, devido à simplicidade do método, que não exigiu ataques químicos, tal como seria necessário para a observação microestrutural em sistema óptico. Existe uma já comprovada dificuldade em encontrar ataques químicos eficientes que revelem com clareza a microestrutura das ligas de níquel de aplicação odontológica (LIN *et al*, 2008).

As imagens das Figuras 32 a 37 exemplificam os aspectos microestruturais obtidos para as três amostras analisadas do grupo F. Foram utilizados aumentos de 100X e 750X para cada amostra.

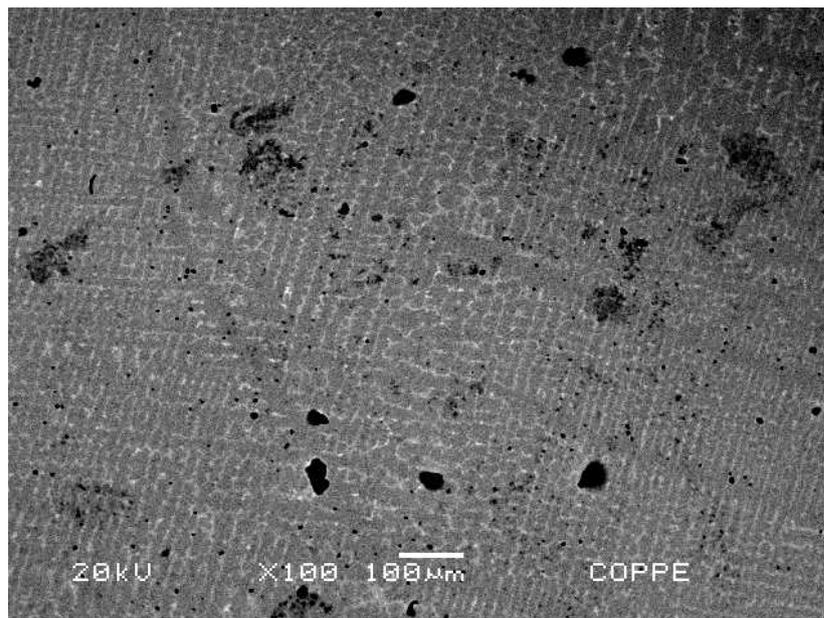


Figura 32 – Aspecto microestrutural da amostra 01 do grupo F, aumento 100X, MEV, modo BSE.

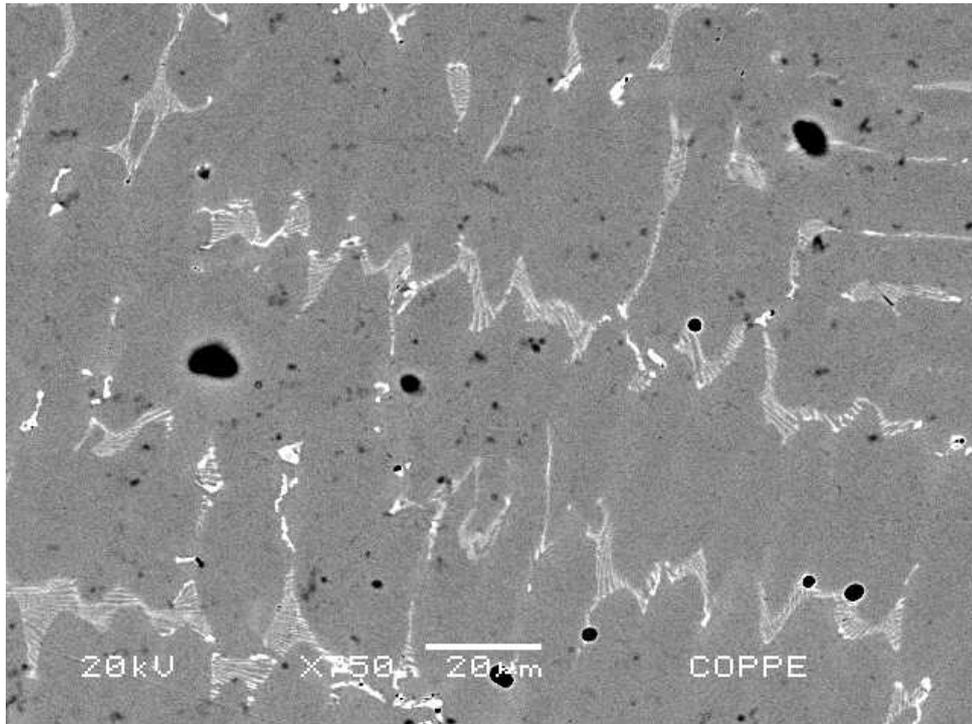


Figura 33 – Aspecto microestrutural da amostra 01 do grupo F, aumento 750X, MEV, modo BSE.

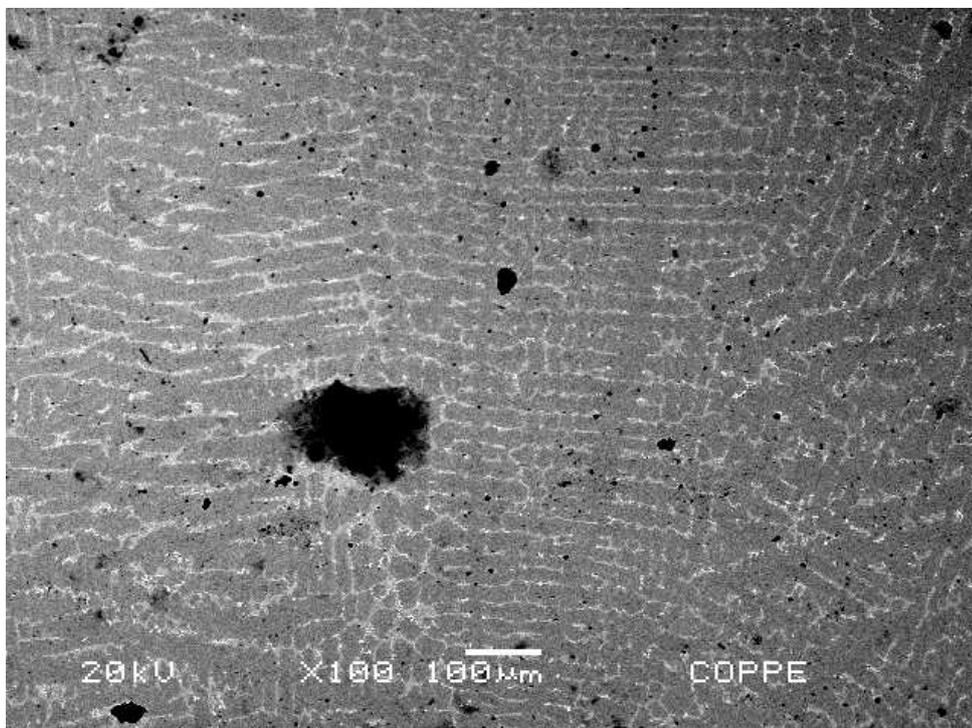


Figura 34 – Aspecto microestrutural da amostra 02 do grupo F, aumento 100X, MEV, modo BSE.

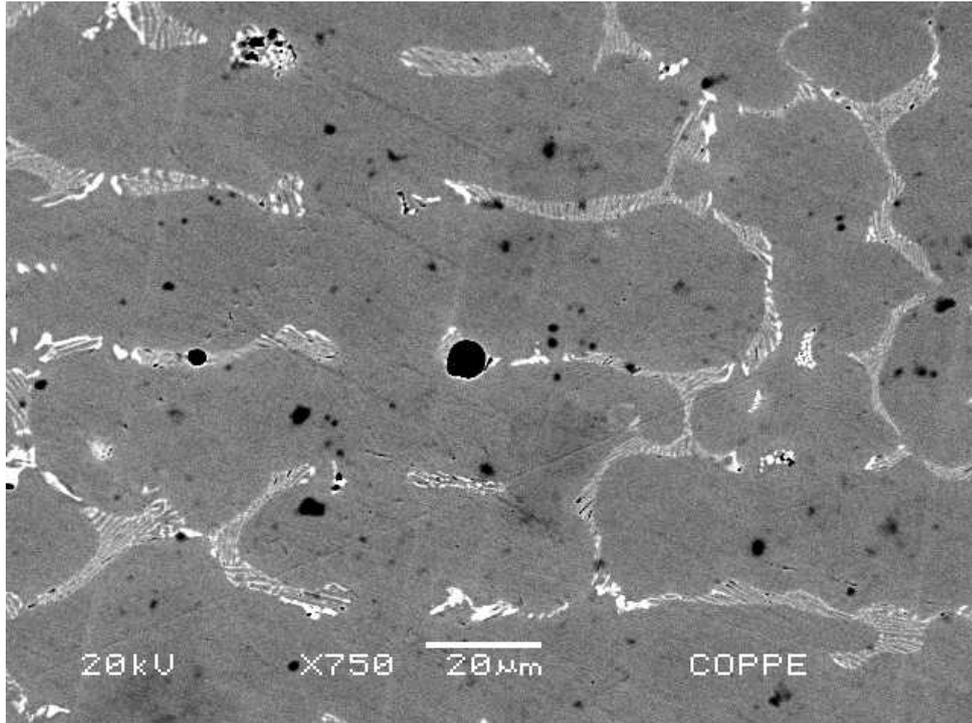


Figura 35 – Aspecto microestrutural da amostra 02 do grupo F, aumento 750X, MEV, modo BSE.

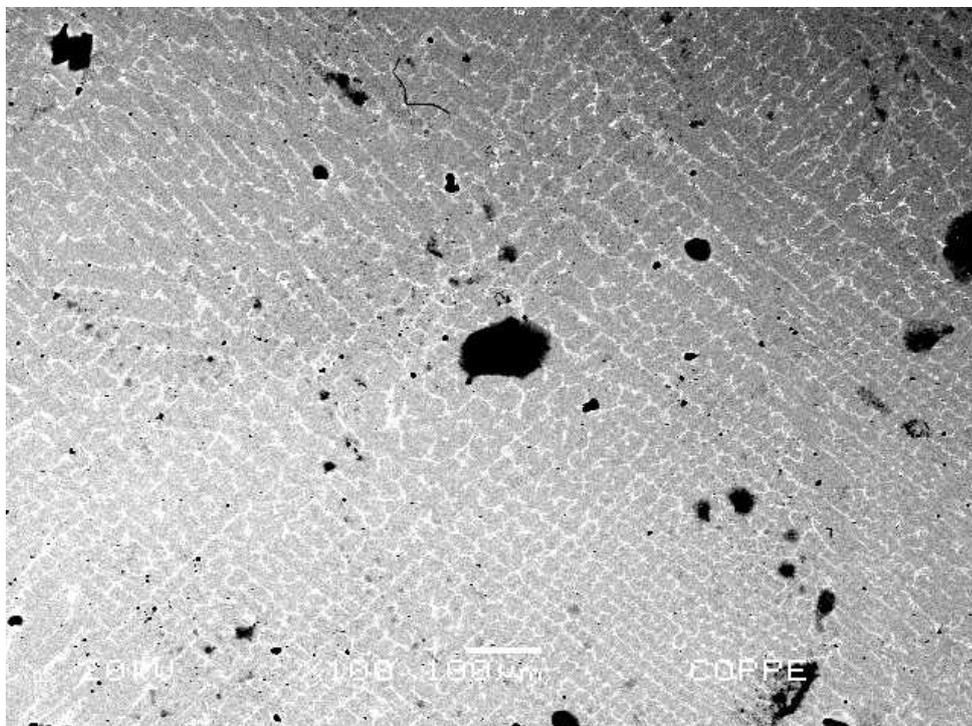


Figura 36 – Aspecto microestrutural da amostra 03 do grupo F, aumento 100X, MEV, modo BSE.

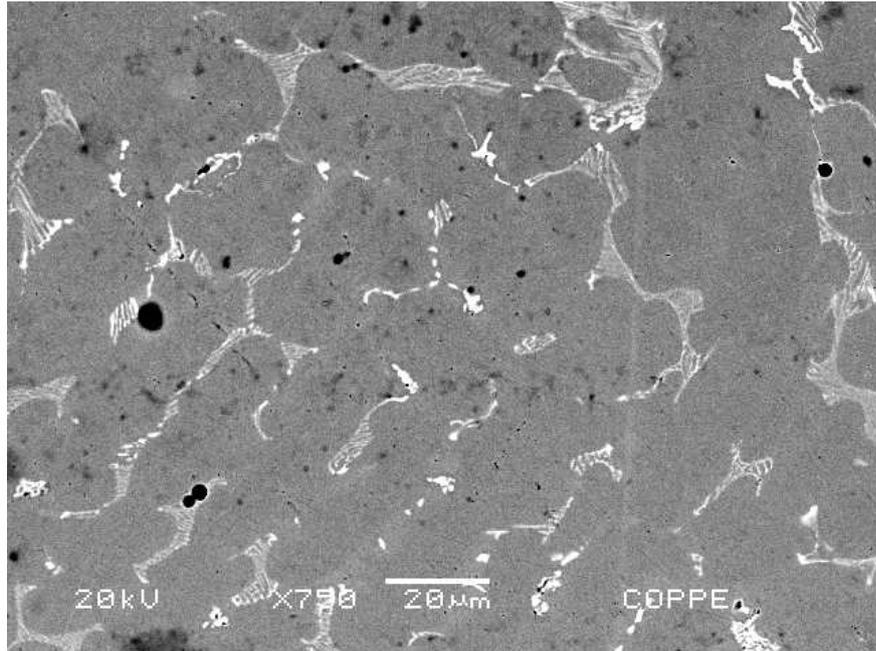


Figura 37 – Aspecto microestrutural da amostra 03 do grupo F, aumento 750X, MEV, modo BSE.

Os aspectos microestruturais obtidos nas três amostras analisadas do grupo TT são exemplificados nas Figuras 38 a 43, sendo a uma imagem com 100X e outra com 750X de aumento para cada amostra.

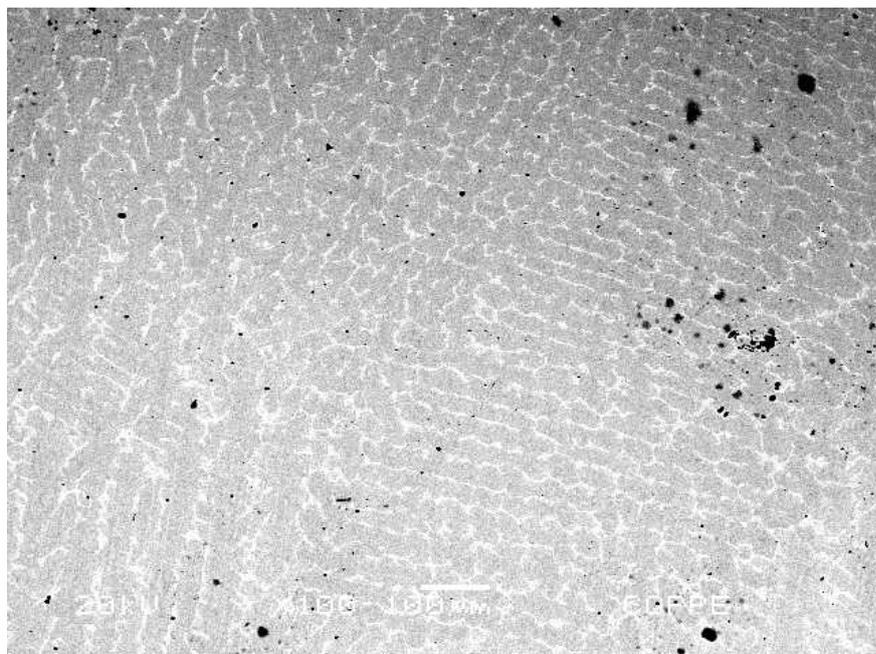


Figura 38 – Aspecto microestrutural da amostra 01 do grupo TT, aumento 100X, MEV, modo BSE.

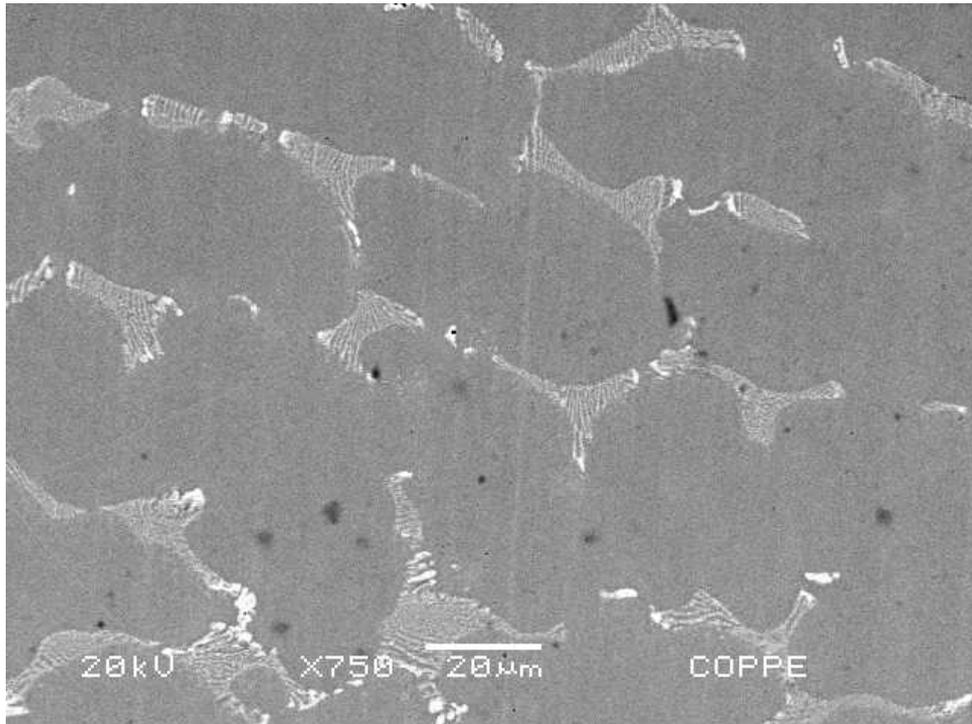


Figura 39 – Aspecto microestrutural da amostra 01 do grupo TT, aumento 750X, MEV, modo BSE.

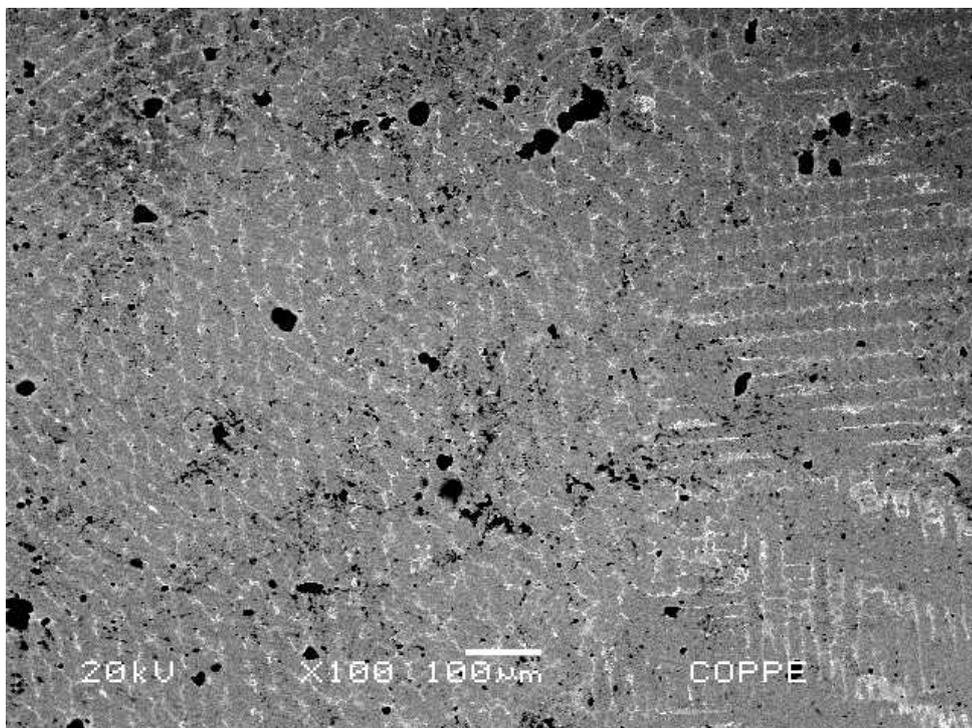


Figura 40 – Aspecto microestrutural da amostra 02 do grupo TT, aumento 100X, MEV, modo BSE.

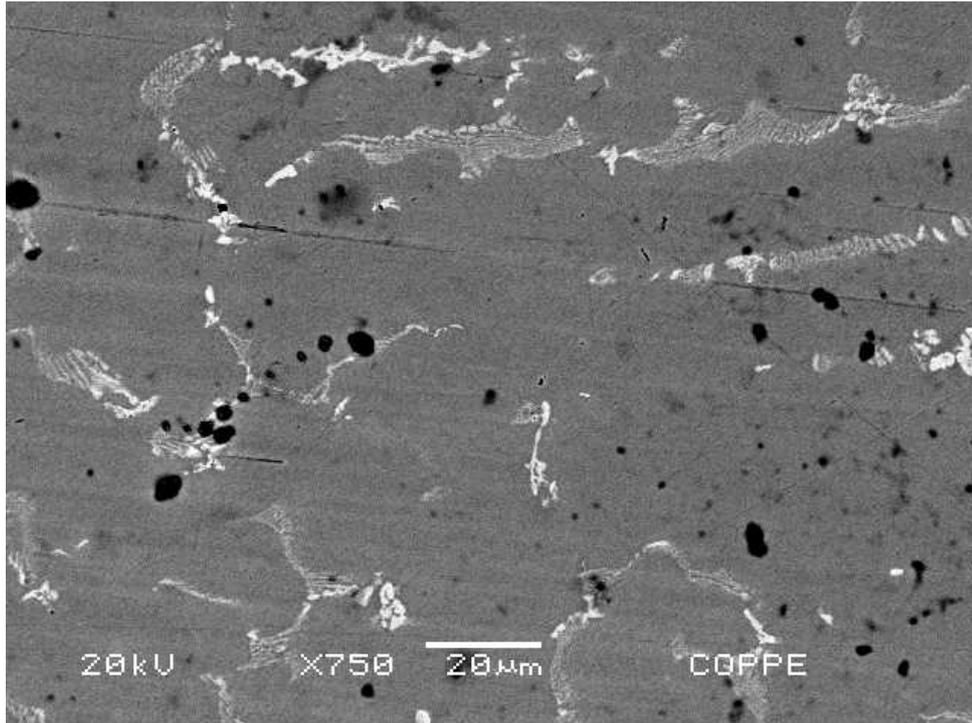


Figura 41 – Aspecto microestrutural da amostra 02 do grupo TT, aumento 750X, MEV, modo BSE.

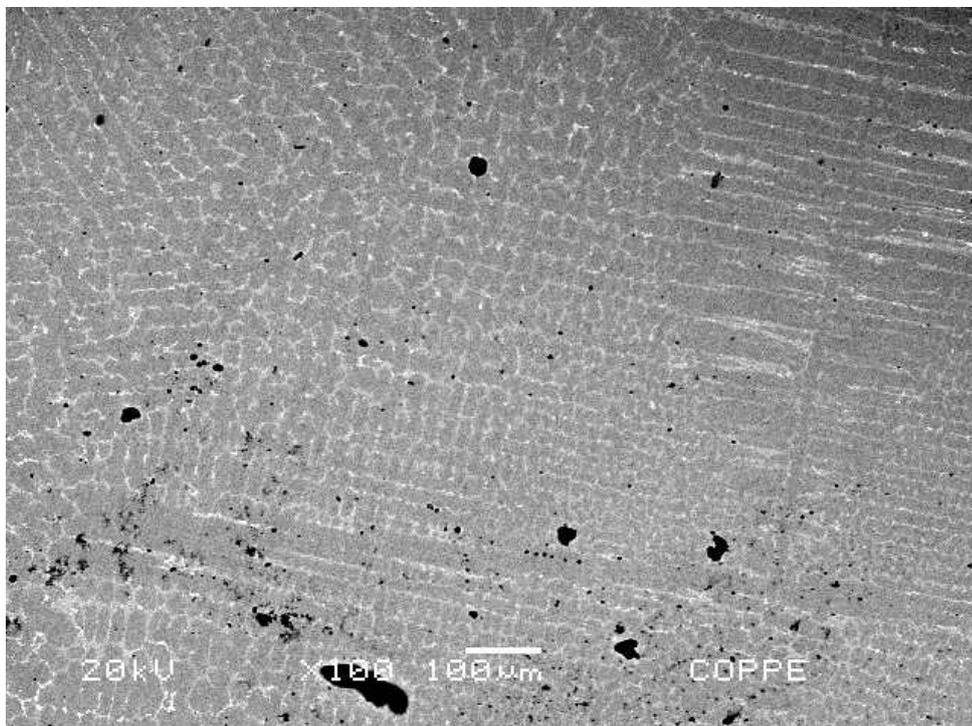


Figura 42 – Aspecto microestrutural da amostra 03 do grupo TT, aumento 100X, MEV, modo BSE.

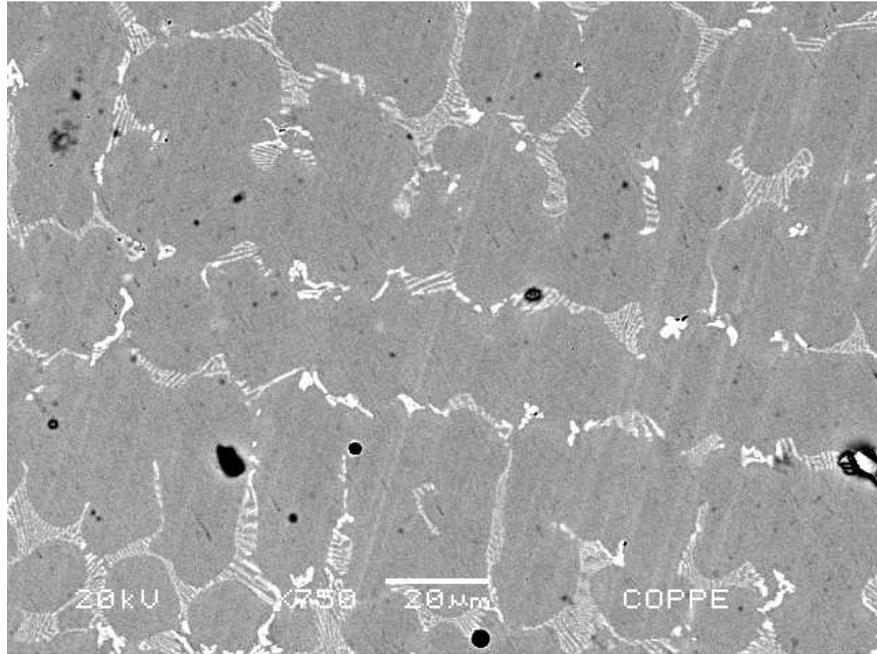


Figura 43 – Aspecto microestrutural da amostra 03 do grupo TT, aumento 750X, MEV, modo BSE.

As imagens das Figuras 44 e 45 exemplificam os aspectos microestruturais obtidos para a amostra analisada do grupo CR. Foram utilizados aumentos de 100X e 750X para cada amostra.

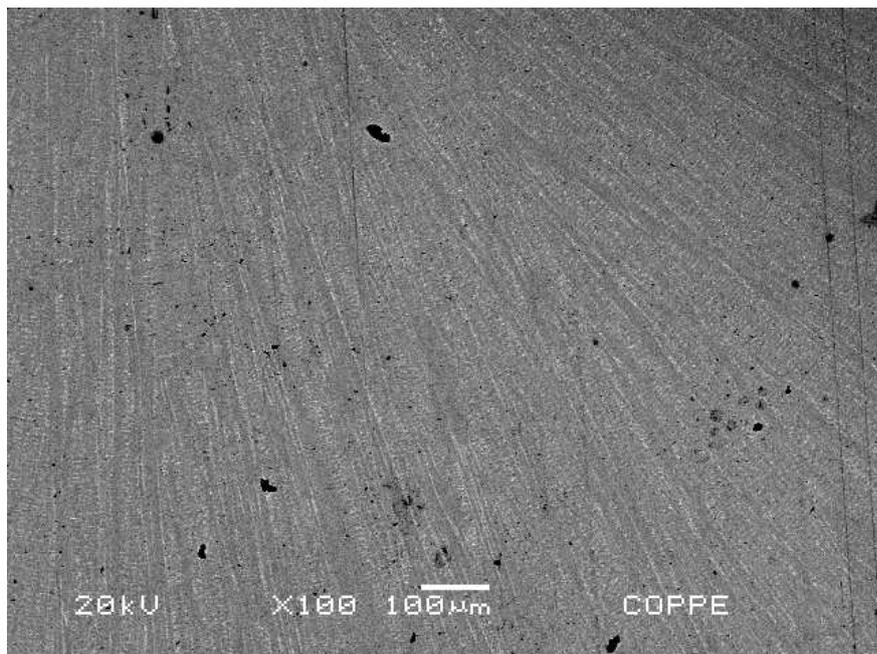


Figura 44 – Aspecto microestrutural da amostra do grupo CR, aumento 100X, MEV, modo BSE.

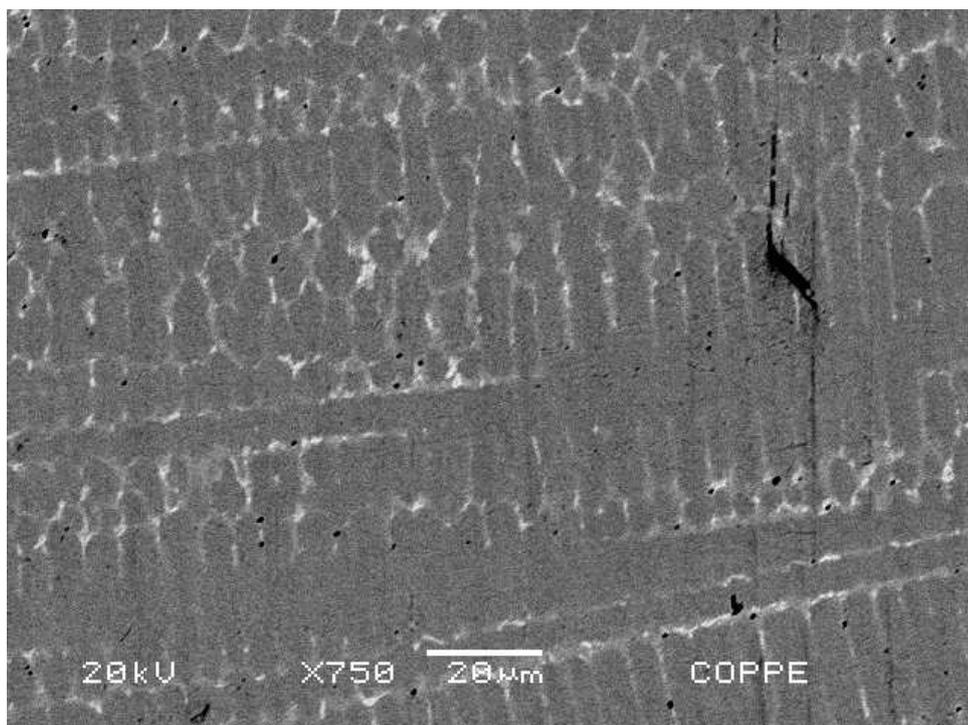


Figura 45 – Aspecto microestrutural da amostra do grupo CR, aumento 750X, MEV, modo BSE.

Em todas as imagens nota-se uma estrutura dendrítica (típicamente obtida em peças fundidas) para fase cinza, uma segunda fase branca interdendrítica, e precipitados pretos, além da presença de porosidades. Nota-se que o processo de fundição comumente utilizado pelos protéticos (amostras F) não alterou a geometria dendrítica do material fornecido pelo fabricante (amostras CR), entretanto parece ter aumentado o tamanho médio das dendritas. Além disso, uma observação qualitativa não permite apontar diferenças entre os aspectos microestruturais dos grupos F e TT, fato que sugere não ter ocorrido modificações microestruturais durante o tratamento térmico para adesão da porcelana.

Wylie *et al* (2007) ao examinarem a microestrutura de duas ligas à base de níquel para aplicação odontológica, denominadas Matchmate e Dsign10, encontraram, para a liga Matchmate, um aspecto microestrutural muito semelhante ao deste Trabalho (ver Figura 13). Os autores concluíram que a liga Matchmate sofreu pequenas modificações, causadas por tratamento térmico para adesão de porcelana, enquanto a liga Dsign 10 permaneceu inalterada.

Sousa (2005) encontrou uma estrutura similar à encontrada neste estudo; segundo o autor, as ligas à base de níquel para aplicações odontológicas Wiron 99 e Wironia, apresentavam uma fase como matriz entremeada por precipitados. Bauer *et al* (2006a) ao examinarem a microestrutura de ligas de níquel-cromo para aplicação odontológica (Cast-V, Figura 7 e Tilite, Figura 8), encontraram uma estrutura composta por uma matriz cinza (dendrítica) e uma segunda fase rendilhada (interdendrítica). Na liga Tilite, que possui titânio em sua composição, a presença de precipitados foi realçada por Bauer e colaboradores, e possui microestrutura similar à encontrada nos materiais aqui pesquisados. Lin *et al* (2008) também obtiveram uma microestrutura semelhante, ao estudar a liga NP XIII (Figuras 17 e 18).

### 3.5 Análise Química Semi-Quantitativa por EDS

Os resultados obtidos para EDS nas três amostras da condição F são apresentados nas Figuras 46 a 48. Estes espectros foram obtidos para áreas significativamente grandes das amostras, sendo o resultado representativo da composição química geral da liga para a condição F.

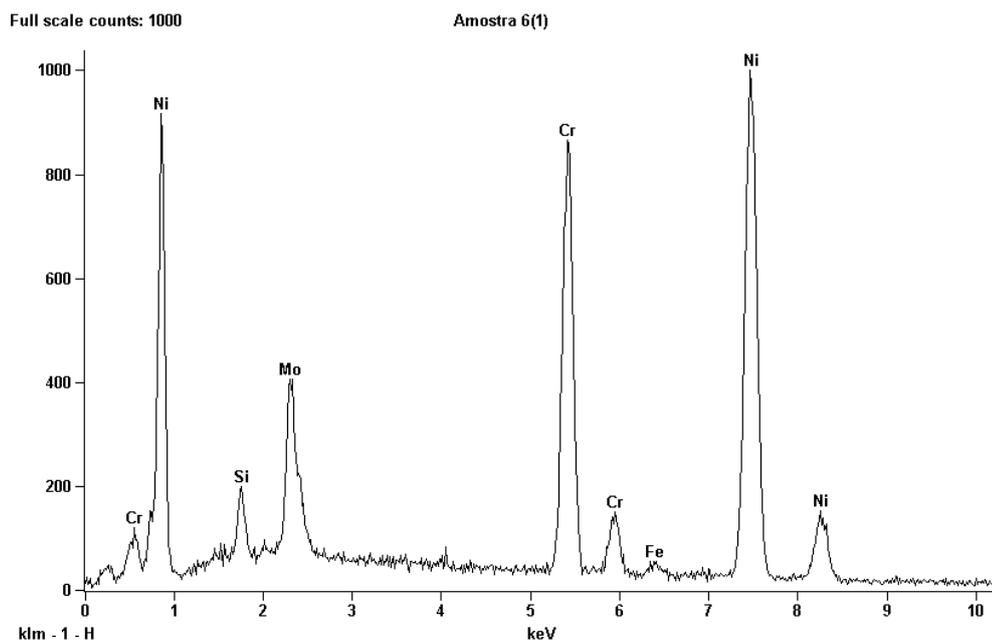


Figura 46 – Espectro do EDS para a amostra 01, do grupo F.

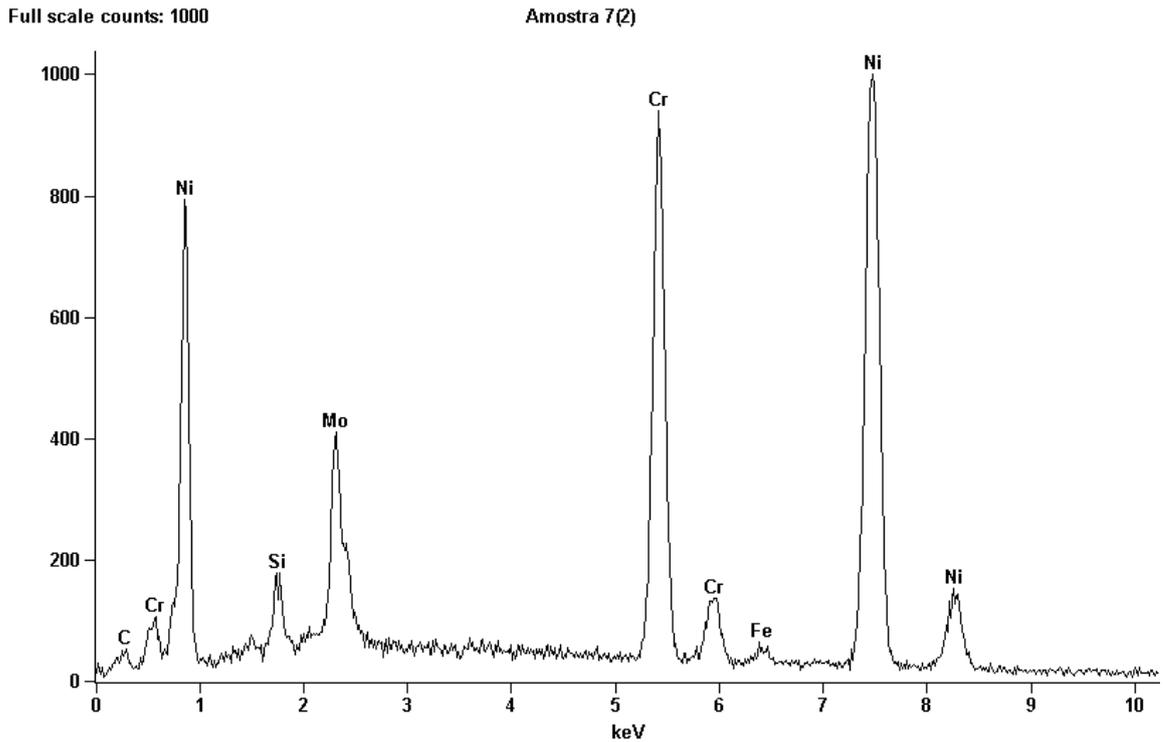


Figura 47 – Espectro do EDS para a amostra 02, do grupo F.

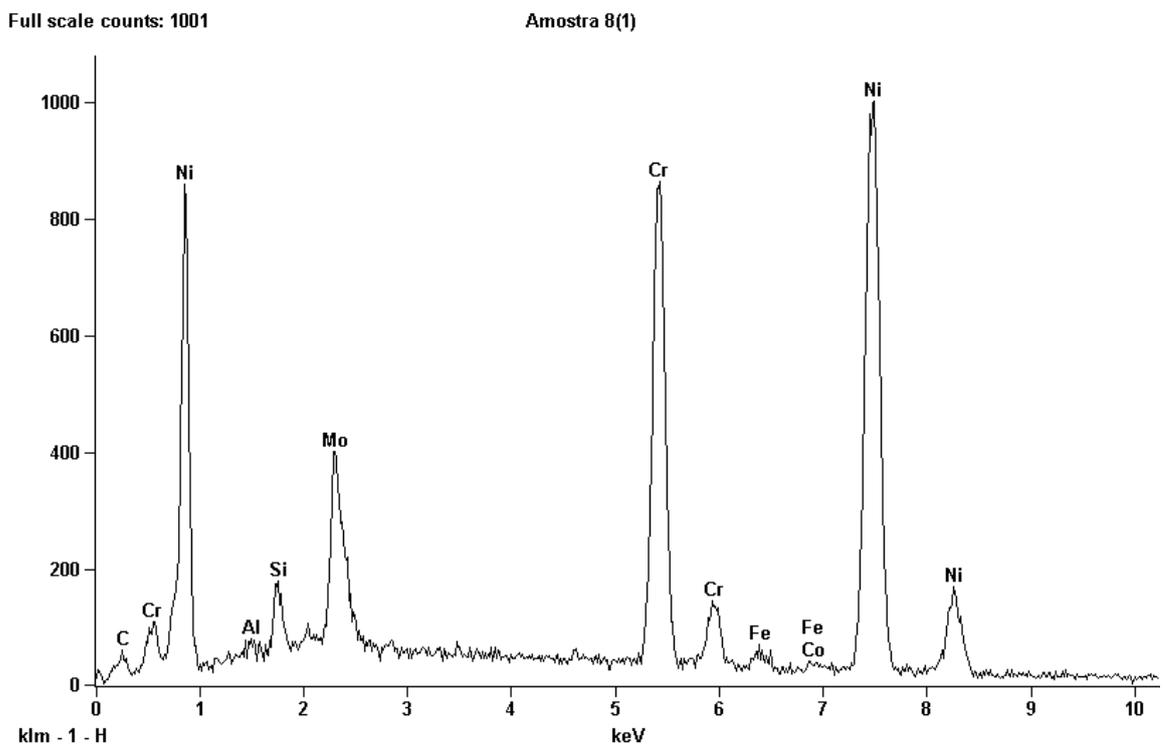


Figura 48 – Espectro do EDS para a amostra 03, do grupo F.

Os resultados obtidos para EDS nas três amostras da condição TT são apresentados nas Figuras 49 a 51. Estes espectros foram obtidos para áreas

significativamente grandes das amostras, sendo o resultado representativo da composição química geral da liga para a condição TT.

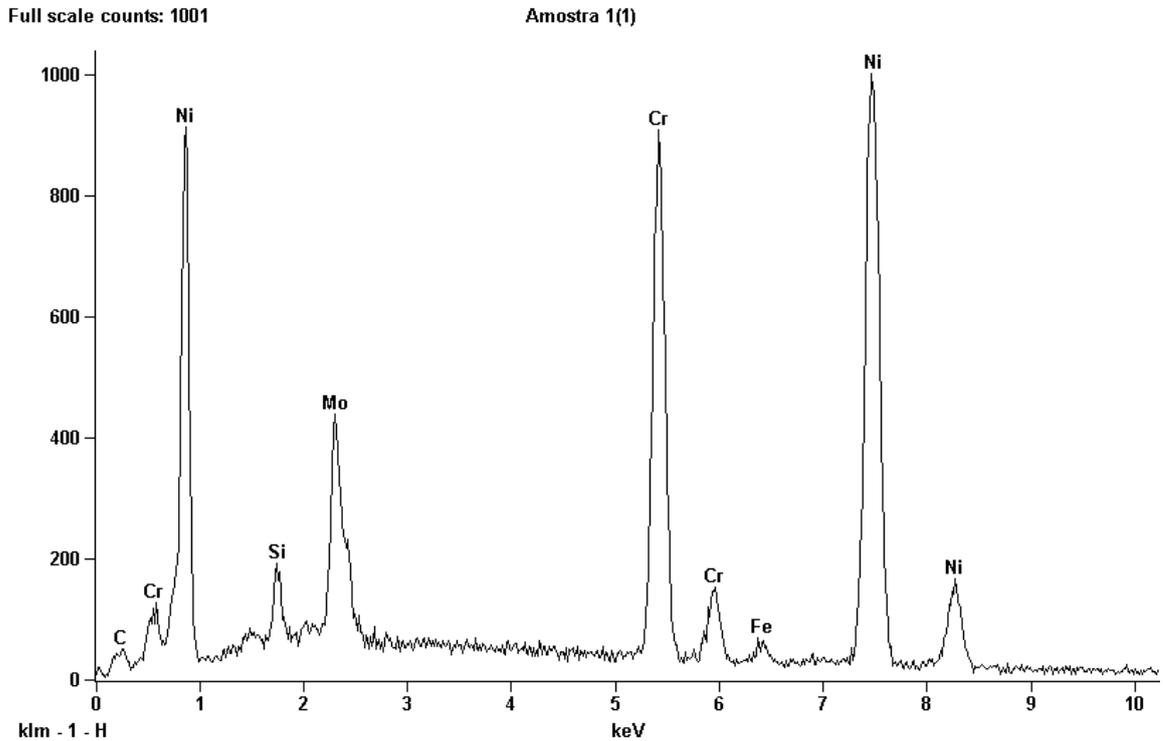


Figura 49 – Espectro do EDS para a amostra 01, do grupo TT.

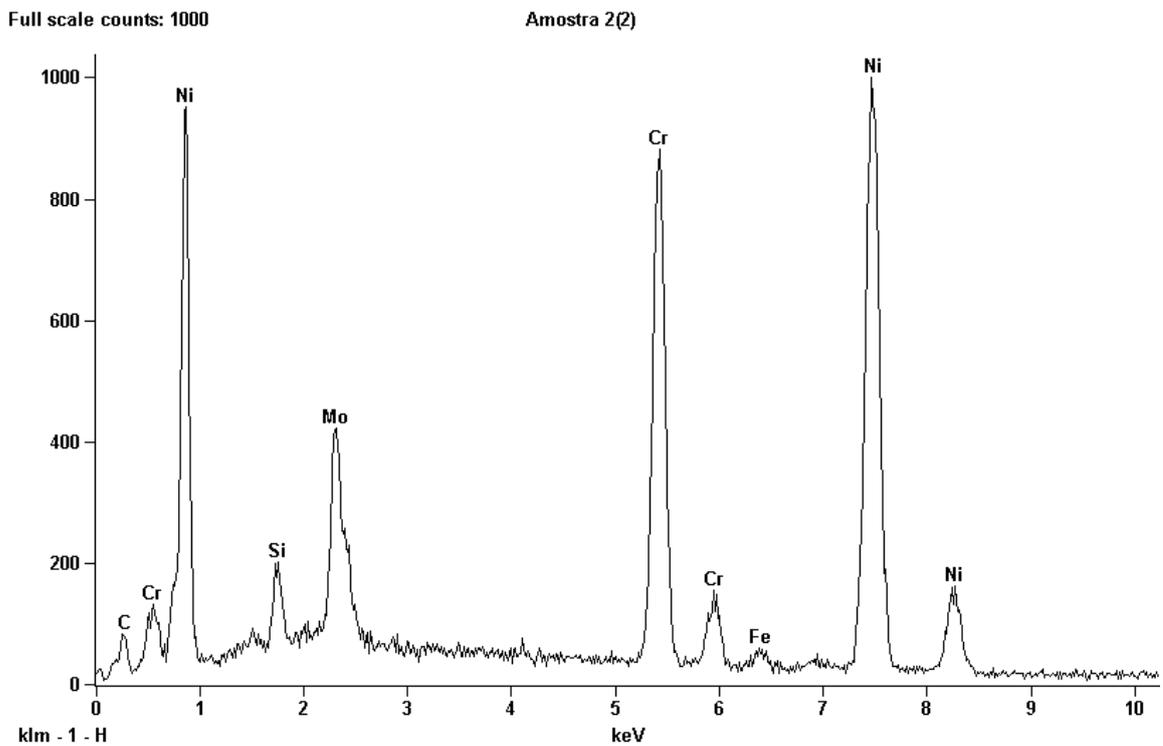


Figura 50 – Espectro do EDS para a amostra 02, do grupo TT.

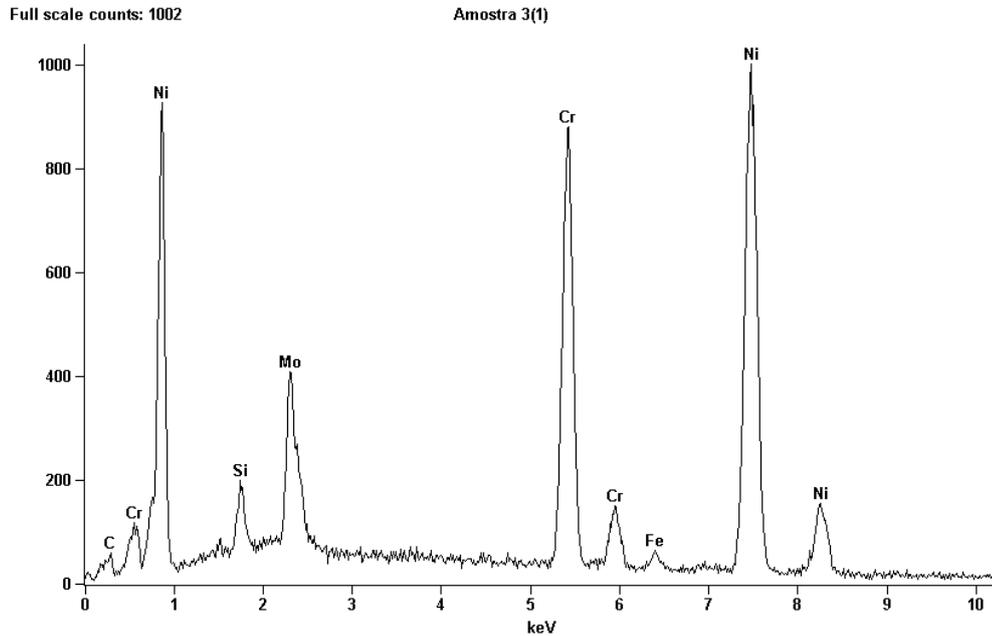


Figura 51 – Espectro do EDS para a amostra 03, do grupo TT.

O resultado único obtido para EDS na amostra do grupo CR está apresentado na Figura 52. Este espectro foi obtido para área significativamente grande da amostra, sendo o resultado representativo da composição química geral da liga para a condição CR.

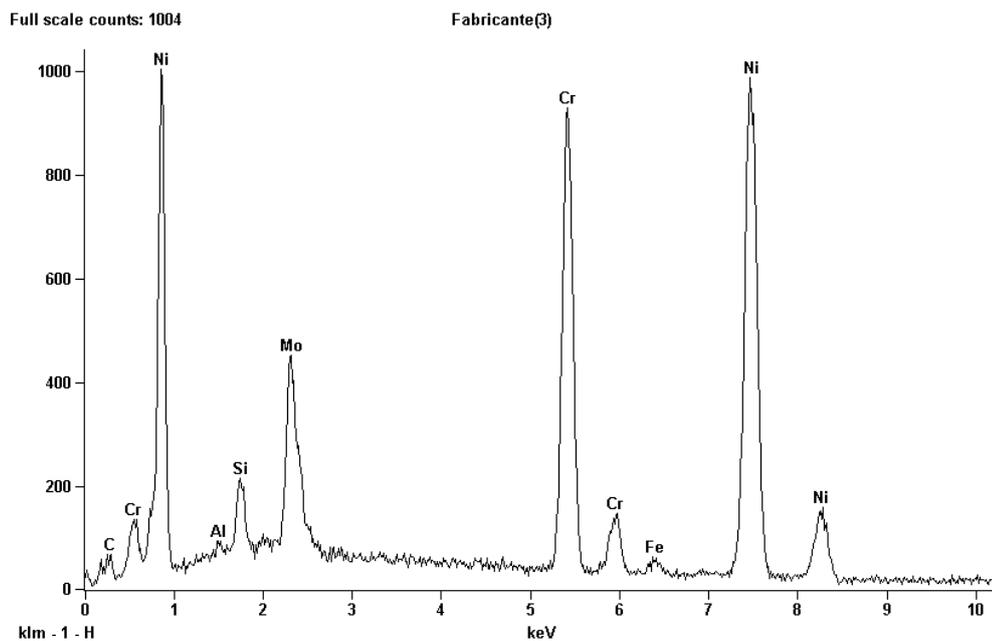


Figura 52 – Espectro do EDS para a amostra do grupo CR.

Os espectros de EDS realizados em regiões grandes das amostras indicaram a presença significativa e já esperada de níquel, cromo, molibdênio e silício. Ferro e alumínio aparecem com pequena intensidade. Destes elementos citados, apenas o ferro e o alumínio não eram indicados pelo fabricante como presentes na liga, podendo ser classificados como contaminantes. Deve-se ressaltar que a presença destes elementos provavelmente não está associada a nenhuma contaminação ocorrida durante o processo de fundição, uma vez que a amostra do grupo CR também continha picos de alumínio e ferro em seu espectro.

Segundo Brooks (1982), quando o alumínio é adicionado em ligas à base de níquel, este tende a combinar-se com o níquel, formando fases ordenadas, que necessitam de grandes aumentos para serem observadas, na ordem de 10.000X, portanto, não apareceriam nas micrografias obtidas neste estudo.

Bauer *et al* (2006a) analisaram, também através da técnica de EDS, a composição química da liga Tilitte Star, de composição similar à FIT-CAST SB, aqui utilizada. Apesar do fabricante da Tilitte Star também não indicar a presença de alumínio, os resultados obtidos pelo estudo indicaram que a liga continha este elemento em sua composição.

A técnica de EDS também foi utilizada para determinar a composição química de cada fase presente. Nas imagens da microestrutura, pode-se observar a presença de uma matriz na cor cinza, uma segunda fase interdendrítica branca e pontos pretos (precipitados). A Figura 53 apresenta uma imagem da microestrutura do material com três pontos marcados, onde foram realizados testes de EDS em área selecionada. Os pontos 1, 2 e 3 estão marcados na imagem (Figura 53) sobre as regiões selecionadas das fases preta, branca e cinza, respectivamente. Os espectros obtidos das regiões 1, 2 e 3 estão apresentados nas Figuras 54, 55 e 56, respectivamente. Os EDSs apresentados nas Figuras 53, 54, 55 e 56, foram realizados em uma amostra na condição TT, contudo, todos os grupos observados, TT, F e CR, apresentaram os mesmos resultados para os testes de EDS.

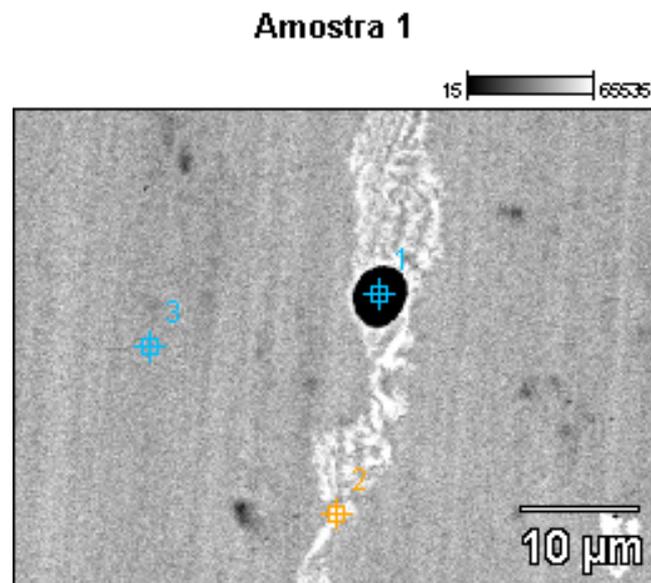


Figura 53 – Os pontos 1, 2 e 3 indicam as regiões onde foram realizados os testes de EDS sobre a microestrutura na condição TT.

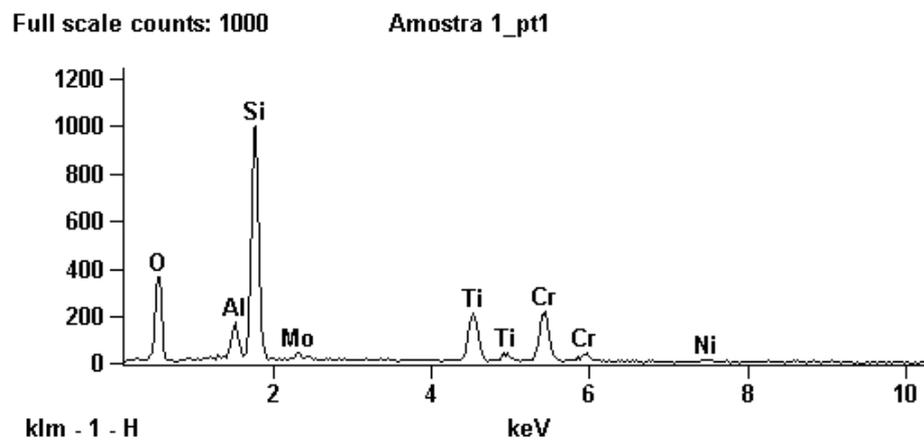


Figura 54 – Espectro do EDS do ponto 1 da Figura 53.

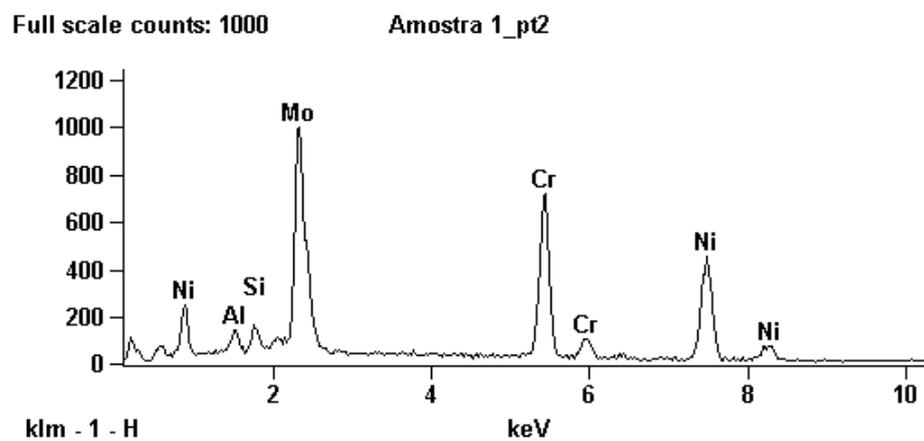


Figura 55 – Espectro do EDS do ponto 2 da Figura 53.

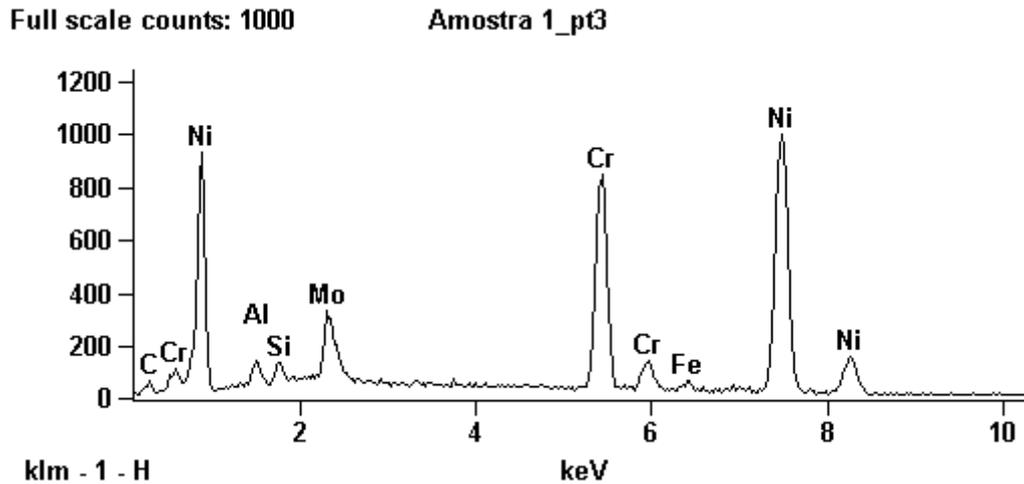


Figura 56 – Espectro do EDS do ponto 3 da Figura 53.

Os testes realizados em todas as amostras, de todos os grupos, apresentaram espectros semelhantes para todos os pontos realizados na matriz cinza e na segunda fase branca. Porém, as regiões ou pontos pretos, variavam entre precipitados de silício (ponto 1, Figura 53 e 54), de titânio ou simplesmente em porosidade do material. As Figuras 57 a 60 apresentam exemplos das regiões e dos espectros obtidos para pontos pretos, mostrando a presença de precipitados de titânio e de poros no material estudado em todas as condições.

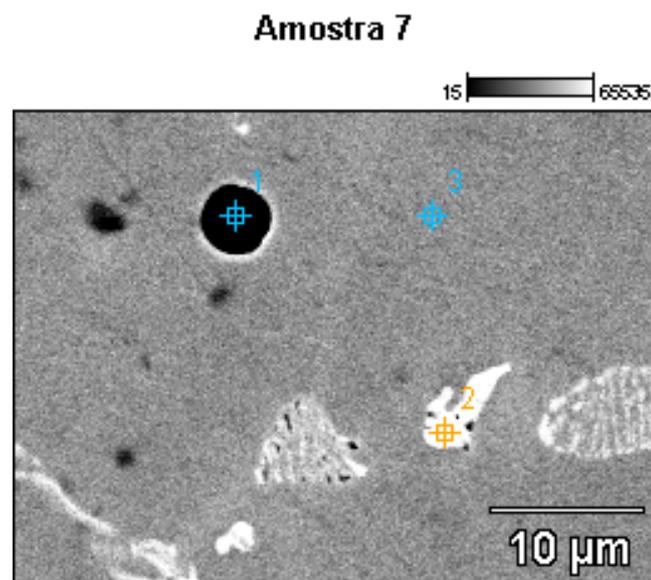


Figura 57 – O ponto 1 indica a região onde foi realizado o teste de EDS do espectro da Figura 58.

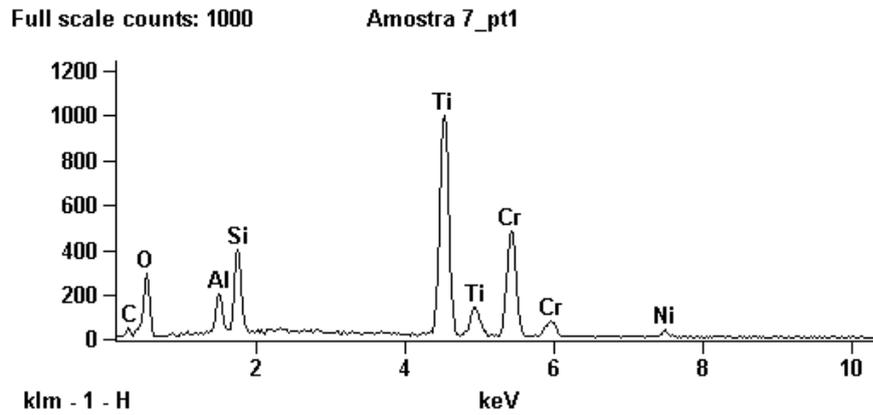


Figura 58 – Espectro do EDS do ponto 1 da Figura 57. O pico de energia referente ao titânio mostra-se intenso.

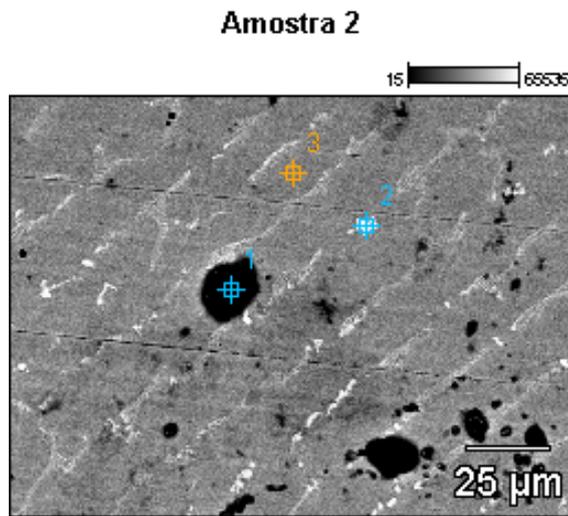


Figura 59 – O ponto 1 indica a região onde foi realizado o teste de EDS do espectro da Figura 60.

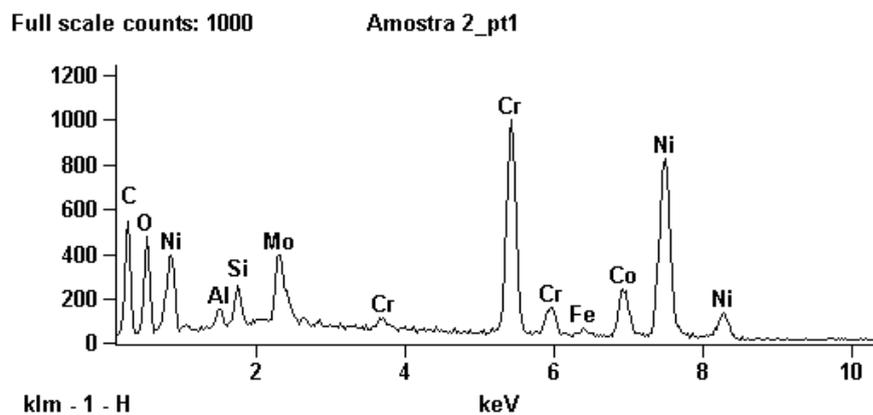


Figura 60 – Espectro do EDS, do ponto 1 da Figura 59. Trata-se de um poro, uma vez que o espectro obtido é semelhante ao da liga como um todo.

Os resultados do EDS indicaram que a matriz de cor cinza era formada principalmente por níquel e cromo, contendo baixos teores de molibdênio (espectro da Figura 56). A segunda fase interdendrítica, de cor branca e aspecto rendilhado, é rica em molibdênio (espectro da Figura 55).

É conhecida a tendência do titânio em formar precipitados, geralmente na forma de carbonetos. Em ligas contendo titânio, estudos realizados por Bauer *et al* (2006a) e Lin *et al* (2008) indicaram a presença de precipitados, porém, não foram identificados de que tipo eram.

Wylie *et al* (2007), ao analisarem a variação da composição química existente ao longo da microestrutura obtida para a liga Matchmate (Figura 13), de composição química similar à liga objeto deste estudo (ver Tabela 17), encontraram uma matriz rica em níquel e cromo, além de uma segunda fase interdendrítica, rica em molibdênio e silício. A microestrutura apresentada no trabalho de Wylie *et al* (2007) mostrou a existência de precipitados, contudo, os autores não investigaram de que tipo eram.

Tabela 17 – Comparação entre as composições químicas das ligas Matchmate e FIT-CAST SB.

Elemento	Matchmate* <sup>1</sup>	FIT-CAST SB* <sup>2</sup>
Ni	62,2	60,75
Cr	25	25
Mo	9,5	10
Si	3,3	2
Ti		< 1

\*<sup>1</sup> Fonte: Wylie *et al*, 2007, p.715.

\*<sup>2</sup> Fonte: Talladium do Brasil ([www.talladiumdobrasil.com.br](http://www.talladiumdobrasil.com.br); acesso em: 05 de Jul. 2008)

### 3.6 Resultados Obtidos pelo Tratamento Digital de Imagem

A Figura 61 exemplifica as imagens das microestruturas obtidas através do MEV neste trabalho e, através desta imagem exemplo, serão apresentadas a seguir as etapas do processamento digital utilizadas dentro do ImLab, com os resultados obtidos em cada etapa. Todas as imagens obtidas para todos os grupos testados neste trabalho foram submetidas às mesmas etapas que serão exemplificadas para imagem da Figura 61.

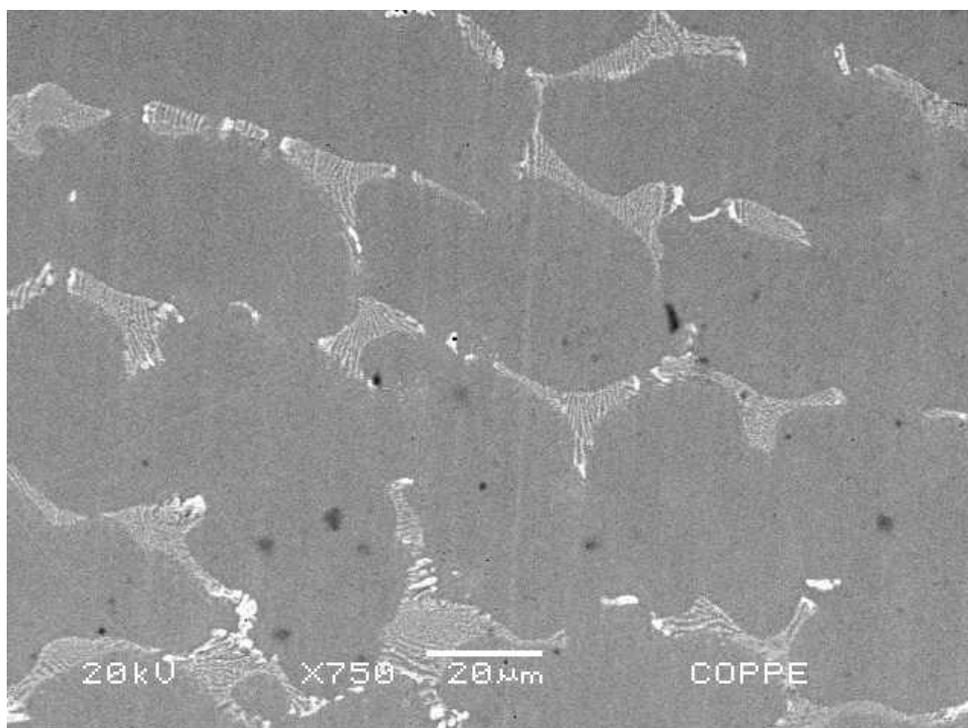


Figura 61 – Imagem exemplo para o uso do ImLab no processamento digital. MEV, modo BSE, aumento: 750X.

A etapa de pré-processamento da imagem consistiu em operações na seguinte ordem: conversão da imagem para tons de cinza; corte da parte inferior da imagem (região que continha informações sobre a operação do MEV); verificação de erros de iluminação; aplicação de um filtro “passa baixa” para permitir separação de tons.

A primeira etapa do tratamento digital de imagem, referente ao pré-processamento, foi converter o sistema de cores primárias RGB (*Red, Green, Blue*),

utilizado por microscópios em geral, para escalas de cinza, visando facilitar o processo posterior de tratamento digital de imagem. Esta etapa não alterou a imagem, uma vez que os três canais do sistema RGB sempre possuíam a mesma intensidade, portanto, a imagem só possuía tons de cinza. Este resultado já era esperado, uma vez que, as imagens obtidas em MEV, são imagens em tons de cinza.

A segunda etapa do pré-processamento consistiu em remover da imagem as informações sobre a operação do microscópio contidas na parte inferior. Esta remoção foi realizada com a operação *Crop*. A imagem, que originalmente possuía 640 x 480 pixels, teve sua coordenada Y reduzida em 57 pixels, resultando em uma imagem com 640 x 423 pixels. A Figura 62 ilustra a imagem após o comando *Crop*.

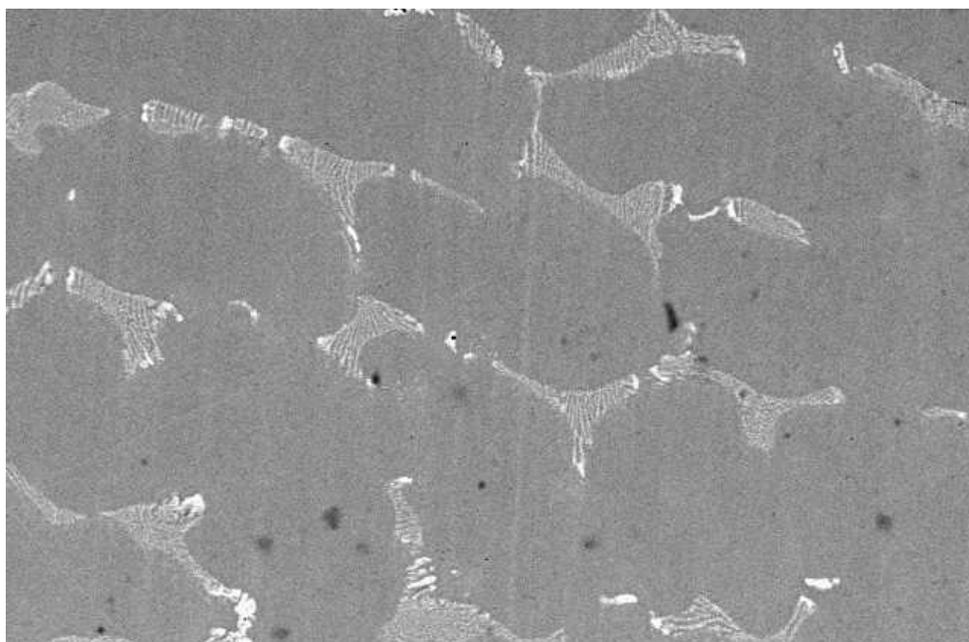


Figura 62 – Imagem da Figura 61 após comando *Crop* do ImLab.

Possíveis erros de iluminação (terceira etapa do pré-processamento), gerados na obtenção da imagem, foram verificados através da aplicação da função *Pseudo Colors*. Não foram encontrados indícios de iluminação irregular nas imagens processadas. A Figura 63 apresenta a imagem após aplicação da *Pseudo Colors Hues* e a Figura 64 após *Black Body*, ambas funções para verificação de erros de iluminação de imagens.

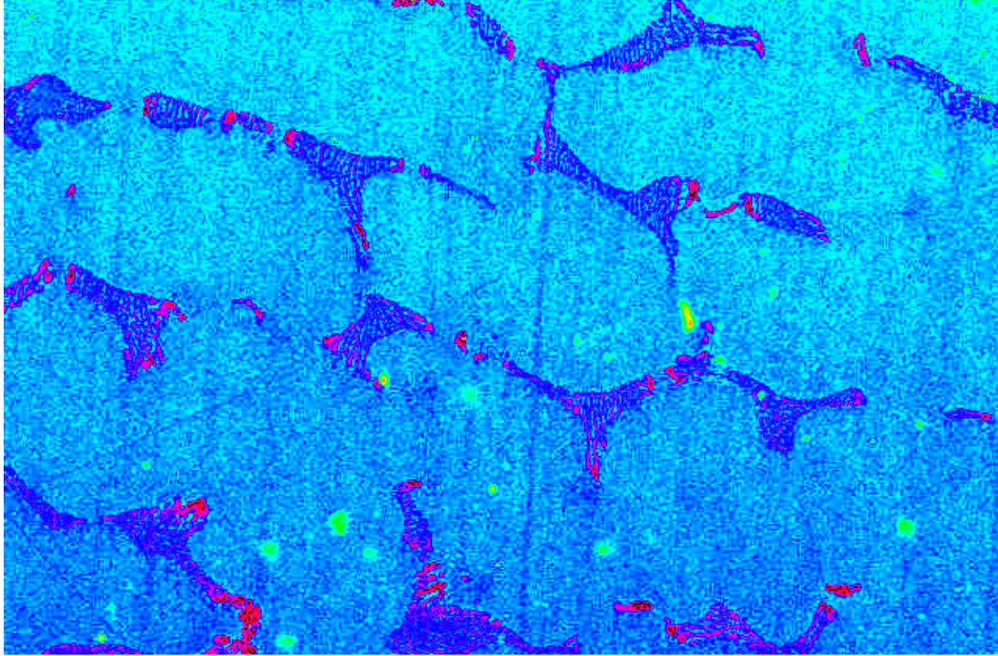


Figura 63 – Imagem da Figura 55 após *Pseudo Colors Hues*.

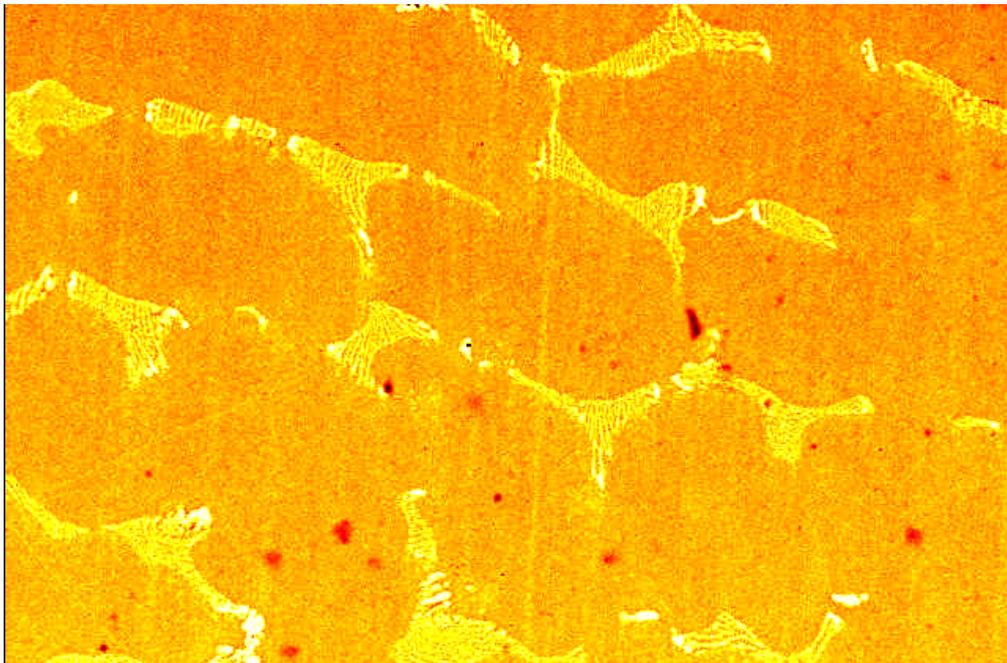


Figura 64 – Imagem da Figura 55 após *Pseudo Colors Black Body*.

A Figura 65 apresenta o histograma da imagem da Figura 62. Este diagrama exemplifica um histograma do tipo mono-modal, onde os tons predominantes dos pixels que compõem a imagem concentram-se no entorno do pico (tons de cinza) e alguns tons de pixels nas extremidades (pixels muito escuros e pixels muito claros).

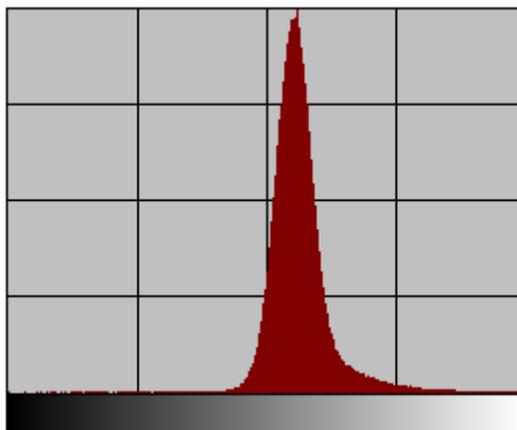


Figura 65 – Histograma da imagem da Figura 62.

Como pode ser observado no histograma da Figura 65, não existe uma separação nítida entre os pixels pertencentes à região de tons cinza e aqueles pertencentes à região de tons brancos.

Para tornar nítida a separação dos tons, das regiões das imagens, e transformar o histograma de distribuição de tons (entre o preto total e o branco total) das mesmas em bi-modal, o filtro passa baixa, denominado *Circular Mean*, foi utilizado três vezes nas imagens processadas. Foi necessária a utilização três vezes, pois somente após a terceira operação, notou-se a separação entre os tons no histograma. As Figuras 66 e 67 exemplificam, respectivamente, a imagem após a seqüência de filtros e o histograma bi-modal da nova imagem gerada. Esta foi a última etapa do pré-processamento das imagens. As etapas daqui em diante pertencem ao processamento digital propriamente dito.

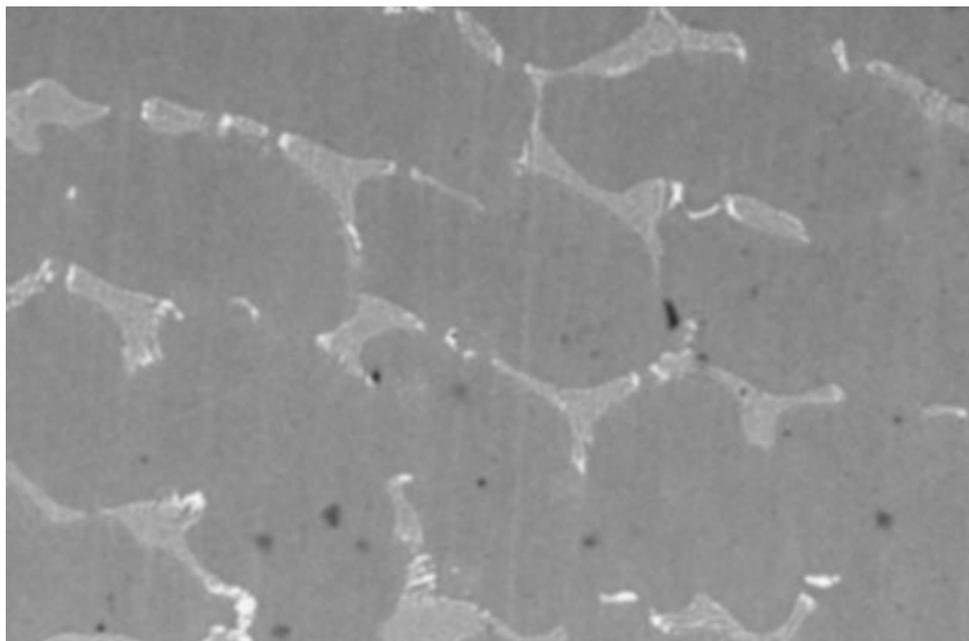


Figura 66 – Imagem da Figura 62 após o filtro *Circular Mean* ser passado três vezes.

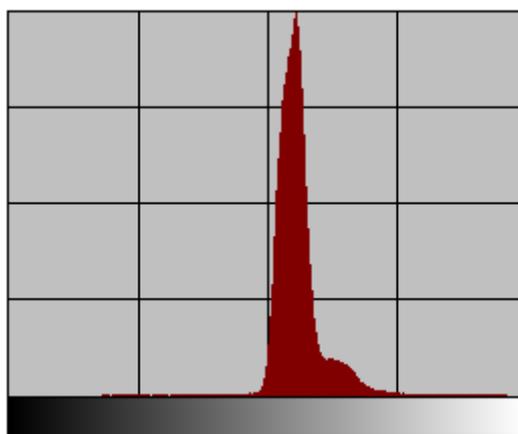


Figura 67 – Histograma da imagem da Figura 66.

A etapa de segmentação da imagem foi realizada através do comando *Threshold*, de forma manual. Nas etapas seguintes (ditas pós-processamento) foram utilizados os comandos *Fill Holes*, *Prune* e *Colse*. As Figuras 68 a 71 apresentam as etapas de segmentação e pós-processamento realizadas para as regiões / fases pretas e as Figuras 72 a 77, para as regiões / fases brancas.

A citada etapa de segmentação faz a binarização da imagem (somente tons de preto e branco) e seleciona regiões específicas. As regiões escuras (pretas) da imagem original foram segmentadas, utilizando uma operação de segmentação

manual na tonalidade 70. O resultado desta segmentação é apresentado na Figura 68.

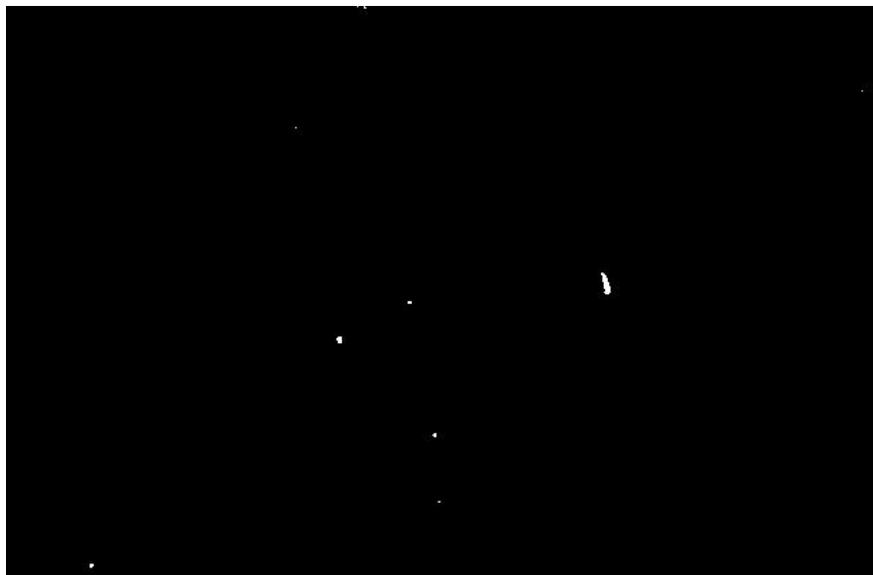


Figura 68 – Imagem da Figura 66, após segmentação no tom 70. Comando *Threshold*, do ImLab.

A presença de pequenos ruídos na imagem foi resolvida através do comando *Prune*. Pixels erroneamente incluídos durante a etapa de segmentação foram, através desta etapa, eliminados. A imagem da Figura 69 exemplifica este tipo de erro / ruído.

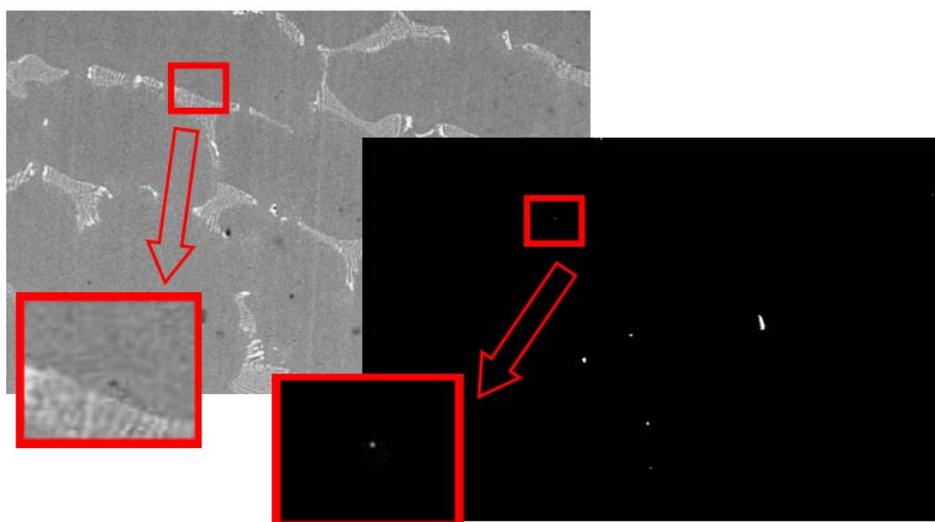


Figura 69 – Pequenas regiões pretas inseridas por equívoco na segmentação da fase preta.

Para eliminar este erro, todos os objetos menores que 5 pixels foram eliminados da imagem. O resultado após o comando *Prune* está exemplificado na Figura 70.

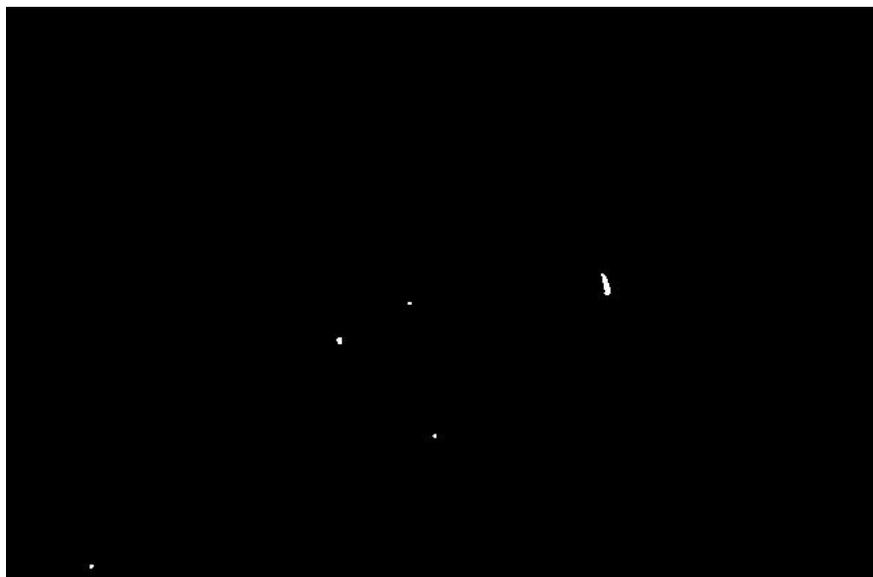


Figura 70 – Imagem da Figura 68, após comando *Prune* para objetos menores que 5 pixels.

Utilizou-se o comando *Fill Holes* para preencher vazios existentes no interior dos objetos ou fases segmentadas. Na imagem que está sendo utilizada para ilustrar a metodologia, esta etapa não se aplica. A Figura 71 ilustra um caso onde foi necessária a utilização do comando *Fill Holes*.

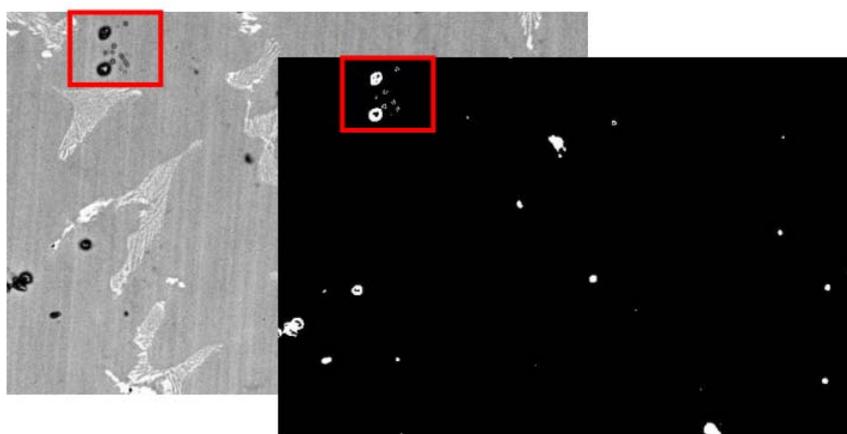


Figura 71 – Imagem exemplo onde se faz necessária a utilização do comando *Fill Holes*.

A imagem da Figura 66 foi segmentada utilizando o ponto mínimo do vale formado pelos dois picos do histograma (Figura 67). Apesar do vale aparecer de forma sutil no histograma, a separação de tons foi suficiente para que a segmentação fosse realizada, tornando possível separar as regiões cinzas das regiões brancas de forma satisfatória, como pode ser visto na Figura 72, que exemplifica o resultado desta operação.



Figura 72 – Imagem da Figura 66 após segmentação no ponto mínimo do seu histograma.

Devido às regiões brancas (fase interdendrítica) possuírem uma estrutura lamelar em algumas partes da imagem, uma única região acabava sendo fracionada em mais de um objeto, o que tornou necessária, após a segmentação, a utilização do comando *Close*. Este comando é formado por uma etapa de dilatação, seguida de uma erosão, com o objetivo de juntar pequenas regiões que tivessem sido separadas durante a etapa de segmentação. A imagem da Figura 72 após o comando *Close* é apresentada na Figura 73. A Figura 74 ressalta a importância da utilização do comando *Close*.



Figura 73 – Imagem da Figura 72 após comando *Close*.

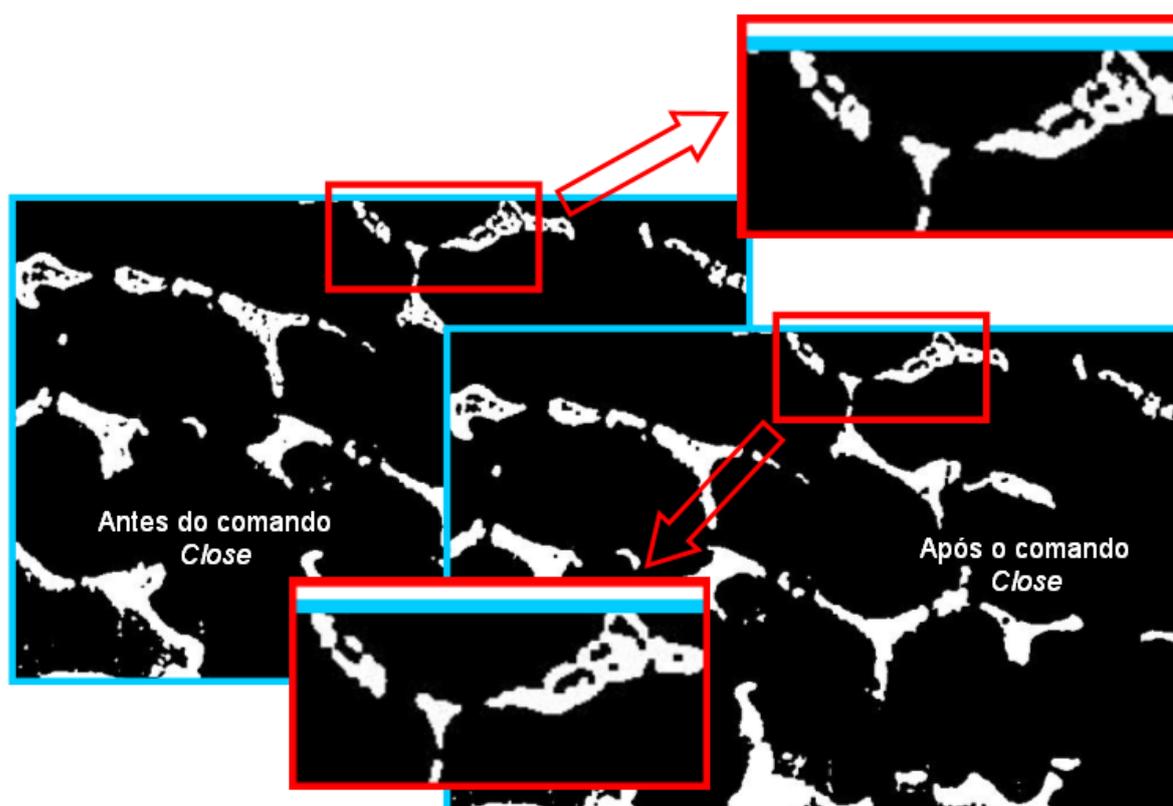


Figura 74 – Ilustração da importância do comando *Close*.

Contudo, ainda existiam muitos furos no interior dos objetos (mesmo após o comando *Close*), também originados pela forma rendilhada das regiões brancas. O

comando *Fill Holes* foi utilizado para preencher a possível existência de espaços ou “furos” em fases já segmentadas, quando necessário. A Figura 75 exemplifica a aplicação do comando *Fill Holes* sobre a imagem da Figura 73.



Figura 75 – Imagem da Figura 73 após comando *Fill Holes*.

Para imagens que nesta etapa do processamento ainda continham “ruídos”, tais como objetos menores que 30 pixels, o comando *Prune* foi novamente utilizado. O resultado após o comando *Prune* aplicado à imagem da Figura 75 está apresentado na Figura 76.



Figura 76 – Imagem da Figura 75 após comando *Prune*.

A Figura 77 exemplifica a operação da soma das imagens, antes e após as etapas de processamento digital (as imagens das Figuras 76 e 62), para realçar a fase que será quantificada digitalmente como sendo a fase mais clara.

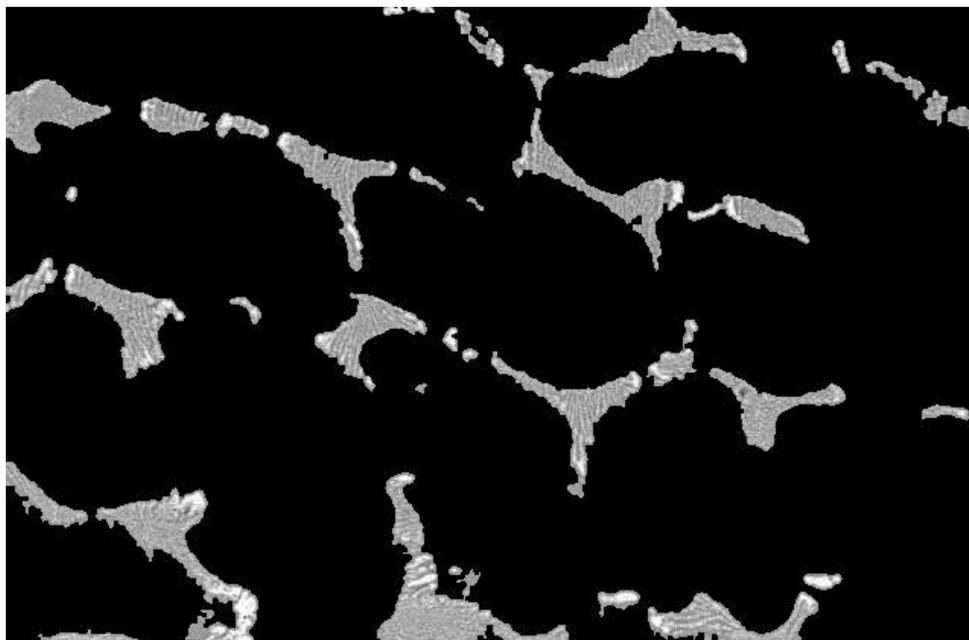


Figura 77 – Imagens das Figuras 76 e 62 somadas.

A etapa de quantificação das fases presentes foi realizada em dois módulos. O primeiro, em que onde apenas os objetos (ou fases) no interior da imagem foram contados, ou seja, os objetos que tocavam a borda da imagem eram desconsiderados, e uma segunda fase, em que todos os objetos foram considerados (bordas, inclusive). Os resultados da primeira fase (Figura 78 para as regiões pretas e Figura 79 para as regiões brancas) foram utilizados na análise dos tamanhos das regiões, e os resultados da segunda fase (Figura 80 para as regiões pretas e Figura 81 para as regiões brancas) foram utilizados para cálculo de percentual de áreas.

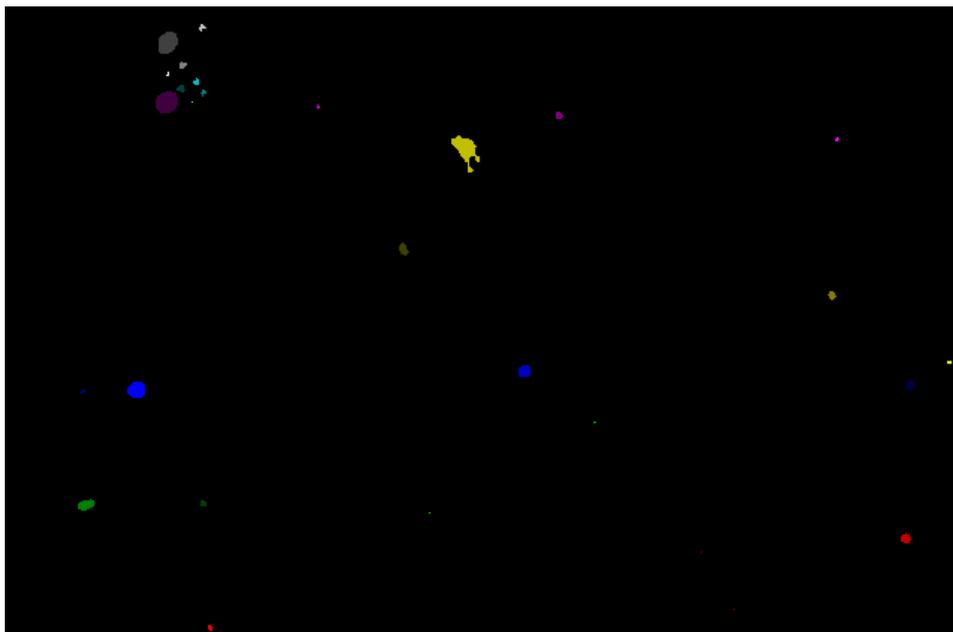


Figura 78 – Quantificação dos objetos pretos, excluindo aqueles que tocam a borda da imagem. Comando *Find Regions, Touching Border False*, do ImLab.

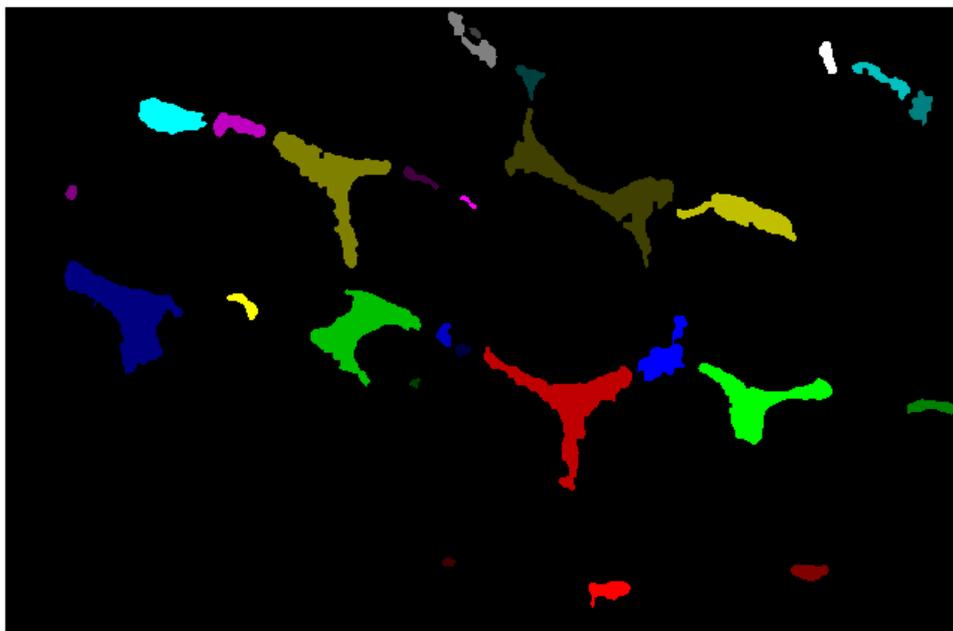


Figura 79 – Quantificação dos objetos brancos, excluindo aqueles que tocam a borda da imagem. Comando *Find Regions, Touching Border False*, do ImLab.

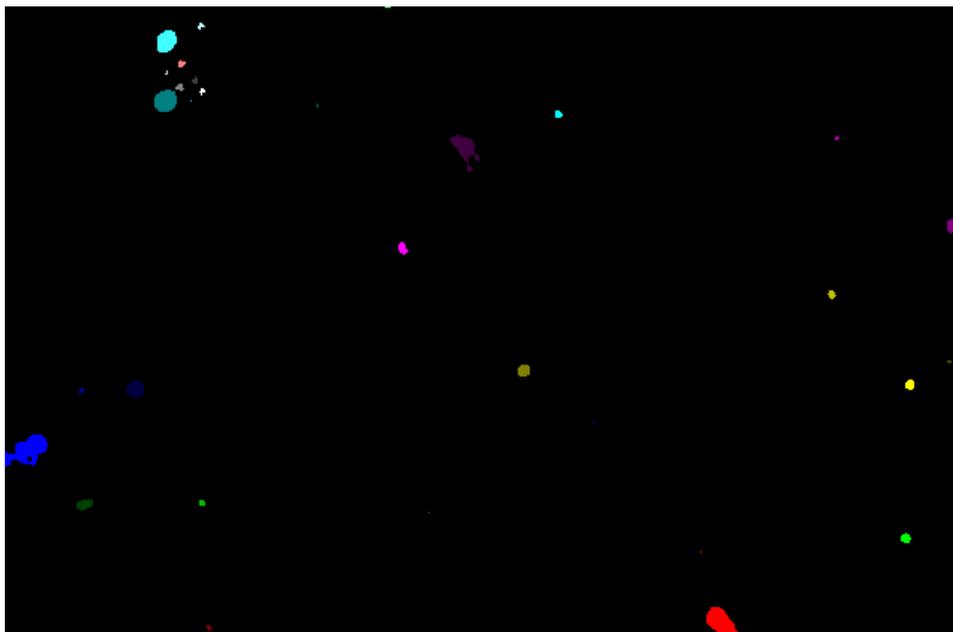


Figura 80 – Quantificação dos objetos pretos, incluindo aqueles que tocam a borda da imagem. Comando *Find Regions, Touching Border True*, do ImLab.

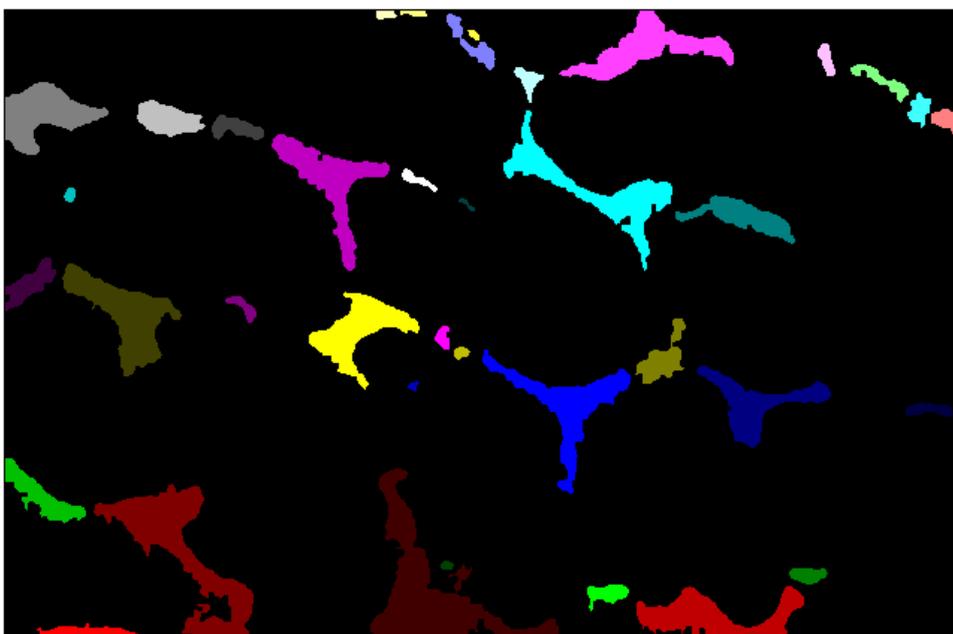


Figura 81 – Quantificação dos objetos brancos, incluindo aqueles que tocam a borda da imagem. Comando *Find Regions, Touching Border True*, do ImLab.

Após a quantificação dos objetos, o comando *Measure Regions* foi utilizado para contar o tamanho de cada objeto. As Tabelas 18 e 19 apresentam a porcentagem de cada região, para cada uma das três amostras pertencentes aos

grupos F e TT, respectivamente, estes valores foram obtidos através do processamento digital de imagem.

Tabela 18 – Percentagem das regiões presentes nas amostras do grupo F

Amostra	Matriz Cinza [%]	Segunda Fase Branca [%]	Regiões Pretas [%]
Amostra 01	86,98	11,63	1,39
Amostra 02	86,77	12,15	1,08
Amostra 03	86,17	12,83	1,01
Média	86,64	12,20	1,16
Desvio Padrão	0,43	0,60	0,20

Tabela 19 – Percentagem das regiões presentes nas amostras do grupo TT

Amostra	Matriz Cinza [%]	Segunda Fase Branca [%]	Regiões Pretas [%]
Amostra 01	88,63	11,10	0,27
Amostra 02	85,11	12,35	2,54
Amostra 03	87,70	10,91	1,39
Média	87,15	11,46	1,40
Desvio Padrão	1,82	0,78	1,13

Não foram encontrados trabalhos na literatura que tenham quantificado a percentagem de cada fase existente em ligas de níquel para uso odontológico. Portanto, não foi possível a comparação destes resultados com outros trabalhos já publicados.

A Tabela 19 indica que houve uma significativa variação na quantidade de regiões pretas entre as amostras analisadas para o grupo TT, não se pode afirmar se esta variação ocorreu devido a quantidade / presença de precipitados ou na quantidade / presença de porosidades, porém, alguns autores como Yamakami *et al* (2006), Pellizzer, Bombonatti e Valério Filho (1995) além de Olivieri (2000), apontam a baixa qualidade no processo de fabricação utilizado na odontologia, o que acarreta porosidades no material. Esta variação na presença de objetos pretos (precipitados ou poros) não parece estar associada às questões relacionadas ao tratamento

térmico dado para adesão da porcela, entretanto, mais testes seriam necessários para confirmar tal afirmação.

Os gráficos das Figuras 82, 83 e 84 apresentam, de forma comparativa, os valores das médias e dos desvios padrões para os grupos F e TT, para quantidades da matriz, da segunda fase branca e das regiões pretas, respectivamente.

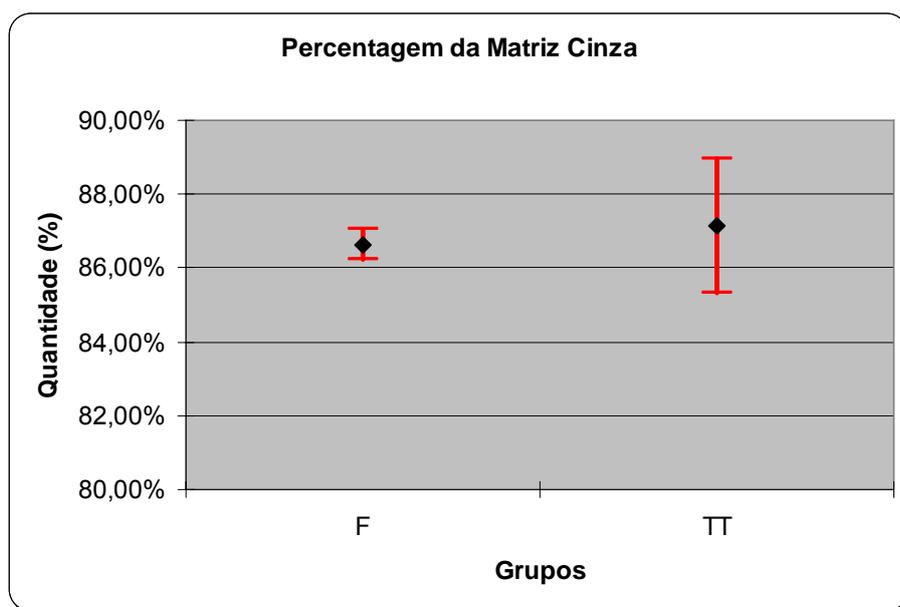


Figura 82 – Gráfico com os valores percentuais das quantidades de matriz cinza para os grupos F e TT.

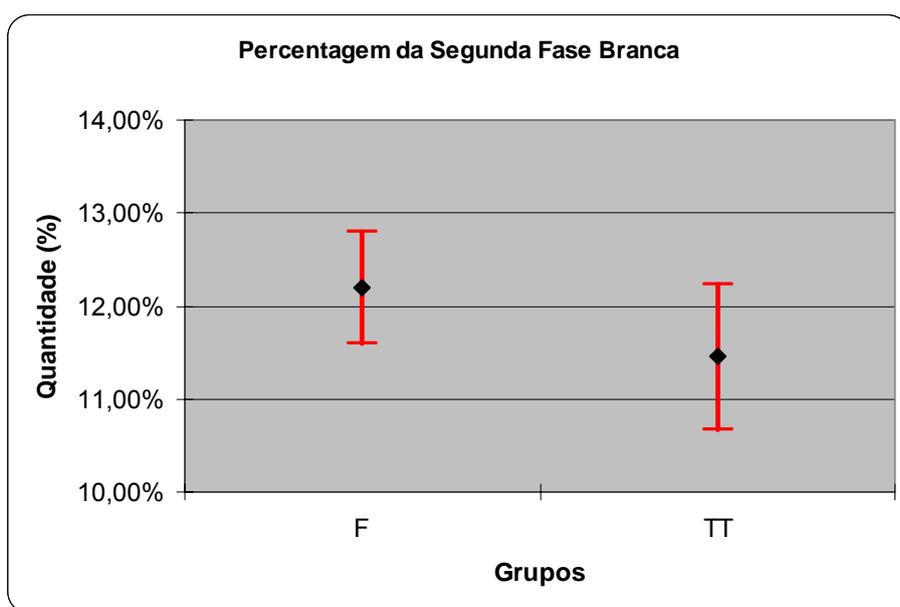


Figura 83 – Gráfico com os valores percentuais das quantidades de segunda fase branca (interdendrítica) para os grupos F e TT.

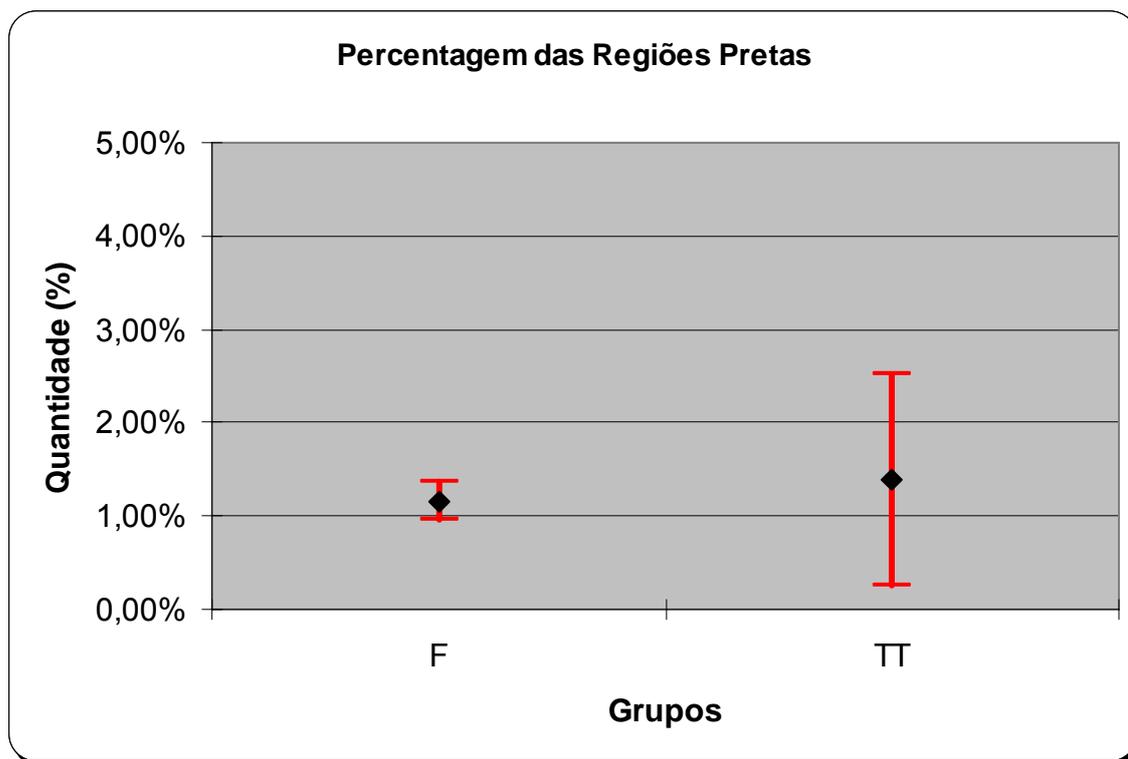


Figura 84 – Gráfico com os valores percentuais das quantidades de regiões pretas para os grupos F e TT.

Os valores de  $f$  e  $t$ , calculados para os teste de distribuição F e de distribuição t de Student, assim como os valores do  $f_c$  e do  $t_c$  tabelados, para os resultados da análise quantitativa das fases presentes, são apresentados na Tabela 20. Como se pode verificar, os valores dos  $f$  calculados são menores que os valores de  $f_c$ , portanto, pode-se afirmar que os grupos possuem a mesma variância, podendo ser aplicado o teste t de Student para grupos com mesma variância.

Os resultados das regiões pretas, não foram submetidos ao teste de hipóteses, pois não foi possível determinar se os mesmos eram precipitados ou porosidade.

Tabela 20 – Valores de  $f$  e  $t$  calculados e valores de  $f_c$  e  $t_c$  tabelados para resultados da análise quantitativa das fases presentes.

Famílias comparadas	Valor de $f$	Valor de $f_c$	Valor de $t$	Valor de $t_c$
Matriz cinza, Grupos F e TT	1,69	19,00	1,307	2,447
Segunda fase branca, Grupos F e TT	18,37	19,00	0,468	2,447

Os resultados do teste “ $t$ ” de Student revelaram, com confiabilidade de 95%, que a hipótese nula foi aceita, e portanto, que não houve alteração no percentual das fases presentes na microestrutura.

O gráfico da Figura 85 apresenta a distribuição dos tamanhos (área) da segunda fase de cor branca. Este gráfico apresenta o resultado para cada uma das três amostras analisadas de cada grupo, sendo as amostras do grupo F, denominadas “A 01 F”, “A 02 F” e “A 03 F”, representadas em tons de vermelho e as amostras do grupo TT, denominadas “A 01 TT”, “A 02 TT” e “A 03 TT”, representadas em tons de azul.

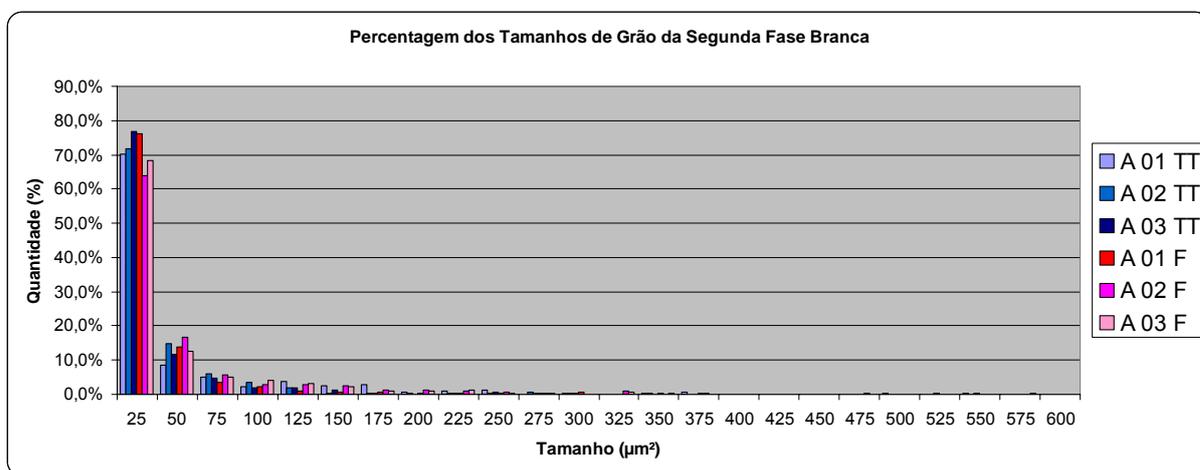


Figura 85 – Percentagem dos tamanhos da fase branca, entre 25 e 600  $\mu\text{m}^2$ .

Como se pode observar no gráfico da Figura 85, parece não haver diferença significativa entre os tamanhos individuais da fase de cor branca, antes e após o tratamento térmico para adesão da porcelana. Porém, como cerca de 70% das regiões individuais interdendríticas possuem tamanho de até 25  $\mu\text{m}^2$ , o gráfico da Figura 86 apresenta os resultados com maior detalhamento entre 3 a 26  $\mu\text{m}^2$ . O

gráfico da Figura 86 também indica que, muito provavelmente, não houve variação nos tamanhos da fase branca, antes e após o tratamento térmico de queima para adesão da porcelana.

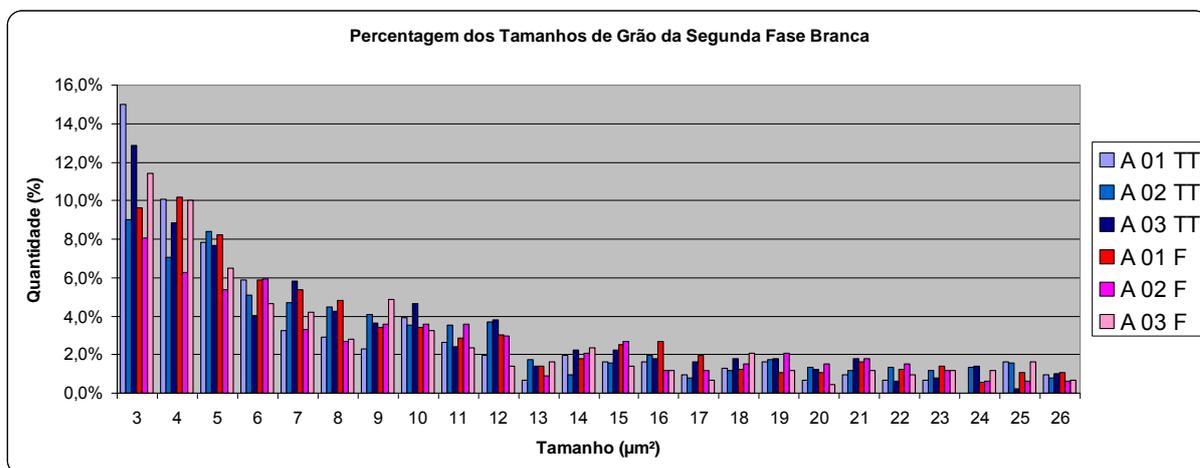


Figura 86 – Percentagem dos tamanhos da fase branca, entre 3 e 26  $\mu\text{m}^2$ .

#### 4. CONCLUSÃO

Após a realização dos ensaios de tração, microdureza, microscopia eletrônica de varredura e análise química, bem como o processamento digital de imagens e a análise estatística dos resultados, pode-se concluir que:

1 – A liga odontológica denominada comercialmente por FIT-CAST SB, comercializada pela Talladium do Brasil, depois de fundida seguindo as recomendações do fabricante, com utilização do revestimento Micro Fine 1700 e maçarico oxi-acetilênico, apresenta propriedades mecânicas de limite de resistência e microdureza, superiores aos informados pelo fabricante. Enquanto o limite de escoamento foi ligeiramente inferior.

2 – Pode-se afirmar com 95% de confiabilidade que o tratamento térmico para adesão da porcelana, denominado de “queima da porcelana”, não acarreta mudanças nas propriedades mecânicas testadas nem na microestrutura do material.

3 – A microestrutura da liga FIT-CAST SB, quando observada em MEV no modo BSE, é formada por uma matriz de estrutura dendrítica de coloração cinza, uma segunda fase interdendrítica de coloração branca e precipitados de coloração preta, apresentando também porosidades. A matriz é rica em níquel e cromo, a fase interdendrítica é rica em molibdênio e os precipitados são ricos em silício ou titânio.

4 – A microestrutura do material, como fornecido pelo fabricante, possui um tamanho médio da fase interdendrítica menor que o da liga depois de fundida.

#### SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Outras pesquisas podem ser realizadas, tais como:

- Pesquisa de um ataque químico que consiga revelar com eficiência a microestrutura da liga, reduzindo o custo de trabalhos futuros;
- Desenvolvimento de um tratamento térmico que seja capaz de melhorar as propriedades mecânicas da liga;

- Estudo da influência do tratamento térmico de queima para adesão da porcelana na resistência à corrosão da liga.

## REFERÊNCIAS

ALEXANDER, H. et al. Classes of materials used in medicine. In: RATNER, B. D.; HOFFMAN, A. S.; SCHOEN, F. J.; LEMONS, J. E. (Org.). **Biomaterials science an introduction to materials in medicine**. San Diego: Academic Press, 1996. p. 37-130.

ALI, S. A.; GROTTI, A.; RISCALA, C. M. O níquel e suas ações sobre o organismo humano. **Anais Brasileiros de Dermatologia**. [ ] v. 62, n. 2, p. 85-96, 1987. Disponível em: <<http://www.anaisdedermatologia.org.br/public/artigo.aspx?id=506>>. Acesso em: 30 Nov. 2008.

ALVES, F. S. **Caracterização mecânica e metalúrgica de juntas soldadas de biomaterial à base de níquel-cromo**. Rio de Janeiro: Universidade do Estado do Rio de Janeiro, 2009.

AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. **Guide to dental materials and devices specification n° 5 for dental casting gold alloy**. Chicago: ADA American Dental Association, 1972.

ANDERSON, J. M. Biological responses to materials. **Annual Review Materials Research**. [S.l.], v. 31, p. 81-110, 2001. Disponível em: <<http://arjournals.annualreviews.org/toc/matsci/31/1>>. Acesso em: 13 Ago. 2008.

ANDERSON, J. M. et al. Implantes and devices. In: RATNER, B. D.; HOFFMAN, A. S.; SCHOEN, F. J.; LEMONS, J. E. (Org.). **Biomaterials science an introduction to materials in medicine**. San Diego: Academic Press, 1996. p. 415-455.

ANDRADE, M. F. et al. Resistência à corrosão de liga alternativa à base de cobre. **Revista Paulista de Odontologia**, São Paulo, v. 14, n. 4, 1992.

ARAÚJO, A. M. A. et al. Metalização com titânio de sistemas odontológicos Ni-Cr / porcelana odontológica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E

CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 17., 2006, Foz do Iguaçu. **Anais...** [São Paulo]: IPEN Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 2007. p. 4398-4411. 1 CD-ROM.

ASGAR, K. Casting metals in dentistry past present future. **Advances Dental Research**. [S.l.], v. 2, n. 1, p. 33-43, 1988. Disponível em: <<http://adr.sagepub.com/cgi/reprint/2/1/33>>. Acesso em: 30 Dez. 2008.

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **The science and engineering of materials**. Florence: Cengage Learning, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 5832-3**: Implantes para cirurgia – materiais metálicos – parte 3: liga conformada de titânio 6-alumínio 4-vanádio. Rio de Janeiro, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR NM ISO 6507-1**: Materiais metálicos – ensaios de dureza Vickers – parte 1: métodos de ensaio. Rio de Janeiro, 2008a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR NM ISO 6507-4**: Materiais metálicos – ensaios de dureza Vickers – parte 4: tabela de valores de dureza. Rio de Janeiro, 2008b.

BARBOSA, S. R. S. et al. Caracterização das propriedades mecânicas das ligas ternárias Ti-Al-Nb para aplicação de implantes ortopédicos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 18., 2008, Porto de Galinhas. **Anais...** [S.l.: s.n.], 2008. p. 5550-5555. 1 CD-ROM.

BATISTA, W. W.; CONTIERI, R. J.; CARAM, R. Microestrutura de ligas Ti-6Al-4V e Ti-6Al-7Nb fundidas por centrifugação. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 18., 2008, Porto de Galinhas. **Anais...** [S.l.: s.n.], 2008. p. 5431-5441. 1 CD-ROM.

BAUER, J. R. O. et al. Microhardness of Ni-Cr alloys under different casting conditions. **Braz Oral Res**, [São Paulo], v. 20, n. 1, p. 40-46, Mar. 2006a. Disponível

em: <[http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S1806-83242006000100008&script=sci\\_arttext](http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S1806-83242006000100008&script=sci_arttext)>. Acesso em: 24 Jan. 2009.

BAUER, J. R. O. et al. Resistência a tração e alongamento de ligas de Ni-Cr fundidas sob diferentes condições. **Revista da Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo**, São Paulo, v. 13, n. 1, p. 83-88, 2006b. Disponível em: <[http://www.fo.usp.br/revistas/rpg/EDICOES/13\\_1\\_m.pdf](http://www.fo.usp.br/revistas/rpg/EDICOES/13_1_m.pdf)>. Acessado em: 06 Ago. 2008.

BAUER, J. R. O. et al. Microstructure and bonding of basic alloys to a resin cement. In: International Association Dental Research, 2008, Toronto. **Anais...** [S.l.: s.n.], 2008.

BEGO DENTAL. Produtos dentários. Disponível em: <<http://www.bego.com/357.0.html?navi=583&catid=588&subcatid=603&subsubcatid=&sucho=&prodid=50225&limit=&L=3>>. Acessado em: 30 Set. 2008.

BILLOTTE, W. G. Ceramic biomaterials. In: PARK, J. B. **The biomedical engineering handbook**. Boca Raton: CRC Press LLC, 2000.

BOSS, J. H. Biocompatibility review of the concept and its relevance to clinical practice. In: WISE, D. L. **Biomaterials and bioengineering handbook**. [Boca Roton]: CRC Press LLC, 2000.

BROOKS, C. R. Nickel-base alloys. In: \_\_\_\_\_. **Heat treatment structure and properties of nonferrous alloys**. Ohio: American Society for Metals, 1982.

BUSSAB, W. O.; MORETTIN, P. A. **Estatística Básica**. São Paulo: Saraiva, 2005.

CANABARRO, A. et al. High concentration of residual aluminum oxide on titanium surface inhibits extracellular matrix mineralization. **Journal of Biomedical Materials Research**. [New York], v. 84, n. 1, p. 588-597, 2008. Disponível em: <<http://www3.interscience.wiley.com/journal/117347119/issue>>. Acessado em: 30 Jan. 2009.

CENTRO DE INFORMAÇÃO METAL MECÂNICA. Pagina na Internet com informações sobre materiais. Disponível em: <<http://www.cimm.com.br/portal>>. Acessado em: 19 Set. 2009.

COMPAGAS. Pagina Internet com informações sobre gás natural. Disponível em: <[www.compagas.com.br](http://www.compagas.com.br)>. Acessado em: 18 Set. 2009.

COOKE, F. W.; LEMONS, J. E.; RATNER, B. D. Properties of materials. In: RATNER, B. D.; HOFFMAN, A. S.; SCHOEN, F. J.; LEMONS, J. E. (Org.). **Biomaterials science an introduction to materials in medicine**. San Diego: Academic Press, 1996. p. 11-36.

DINIZ, M. G. **Influência de tratamentos superficiais sobre chapas de titânio na osteogênese em culturas de células com origem na medula óssea humana**. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2001.

DRÁPAL, S.; POMAJBÍK, J. Segregation in precious-metal dental-casting alloys. **Journal of Dental Research**. [S.l.], v. 72, n. 3, p. 587-591, 1993. Disponível em: <<http://jdr.sagepub.com/content/vol72/issue3/>>. Acessado em: 30 Jan. 2009.

DUTRA, C. A. M. et al. Comportamento eletroquímico das ligas Ni-Cr-Mo em diferentes líquidos para limpeza bucal. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 17., 2006, Foz do Iguaçu. **Anais...** [São Paulo]: IPEN Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 2007. p. 4484-4494. 1 CD-ROM.

ESCADA, A. L. A. et al. Processamento e caracterização de cerâmicas de TiO<sub>2</sub> para aplicações odontológicas. In: CONGRESSO LATINO AMERICANO DE ÓRGÃOS ARTIFICIAIS E BIOMATERIAIS, 5., 2008, Ouro Preto. **Anais...** [S.l.: s.n.], 2008. Não paginado. 1 CD-ROM.

ENGLAND. Pagina na Internet com informações sobre materiais. Disponível em: <<http://www.gordonengland.co.uk/>>. Acessado em: 19 Set. 2009.

FRIEND, W. Z. **Corrosion of nickel and nickel-base alloys**. New York: John Wiley and Sons, 1980.

GHASSEMIEH, E. Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. **Dental Materials**, [S.I.], v. 24, p. 536-547, 2008. Disponível em: <[http://www.sciencedirect.com/science?\\_ob=PublicationURL&\\_tokey=%23TOC%236195%232008%23999759995%23680300%23FLA%23&\\_cdi=6195&\\_pubType=J&\\_auth=y&\\_acct=C000050221&\\_version=1&\\_urlVersion=0&\\_userid=10&md5=245fa704e7da4dc8aeed3e34e82d176a](http://www.sciencedirect.com/science?_ob=PublicationURL&_tokey=%23TOC%236195%232008%23999759995%23680300%23FLA%23&_cdi=6195&_pubType=J&_auth=y&_acct=C000050221&_version=1&_urlVersion=0&_userid=10&md5=245fa704e7da4dc8aeed3e34e82d176a)>. Acessado em: 24 Jan. 2009.

GIL, F. J.; FERNÁNDEZ, O.; MORENZA, N. Estudio comparativo entre las aleaciones cromo-níquel cromo-cobalto y titanio para su aplicación en prótesis odontológica. *Gaceta dental industria y profesiones*, [S.I.], v. 162, p. 54-67, 2005. Disponível em: <[http://dialnet.unirioja.es/servlet/listaarticulos?tipo\\_busqueda=EJEMPLAR&revista\\_busqueda=6313&clave\\_busqueda=117372](http://dialnet.unirioja.es/servlet/listaarticulos?tipo_busqueda=EJEMPLAR&revista_busqueda=6313&clave_busqueda=117372)>. Acessado em: 24 Jan. 2009.

GONZALES, R. C.; WOODS, R. **Digital image processing**. [S.I.]: Wesley, 1993.

GUASTALDI, F. P. S. et al. Avaliação da osseointegração em implantes dentários com superfície modificada por feixes de laser estudo biomecânico em tibia de coelhos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 18., 2008, Porto de Gualinhas. **Anais...** [S.I.: s.n.], 2008. p. 5700-5711. 1 CD-ROM.

HUANG, H. H. Effect of chemical composition on the corrosion behavior of Ni-Cr-Mo dental casting alloys. **Journal of Biomedical Materials Research**. [New York], v. 60, n. 3, p. 458-465, 2002. Disponível em: <<http://www3.interscience.wiley.com/journal/90510699/issue>>. Acessado em: 30 Jan. 2009.

KELLY, J. R. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. **Journal of Prosthetic Dentistry**. [S.I.], v. 87, p. 351-363, 2002. Disponível em:

<[http://www.prosdent.org/issues/contents?issue\\_key=S0022-3913\(05\)X7065-2](http://www.prosdent.org/issues/contents?issue_key=S0022-3913(05)X7065-2)>.

Acessado em: 24 Jan. 2009.

KOLER, M. Effect of the elevated temperature precipitation in alloy 625 on properties and microstructure. **Minerals Metals & Materials Society**, [S.l.], p. 363- 374, 1991.

LAKES, R. Composite biomaterials. In: PARK, J. B. **The biomedical engineering handbook**. Boca Raton: CRC Press LLC, 2000.

LEE, H. B.; KHANG, G.; LEE, J. H. Polymeric biomaterials. In: PARK, J. B. **The biomedical engineering handbook**. Boca Raton: CRC Press LLC, 2000.

LEE, J. et al. In vitro corrosion analyses of nickel-base alloys. **Journal Dental Research**. v. 64, p. 317, 1985.

LIN, H. Y. et al. Metallurgical surface and corrosion analysis of Ni-Cr dental casting alloys before and after porcelain firing. **Dental Materials**, [S.l.], v. 24, p. 378-385, 2008. Disponível em: <[http://www.sciencedirect.com/science?\\_ob=PublicationURL&\\_tockey=%23TOC%236195%232008%23999759996%23679157%23FLA%23&\\_cdi=6195&\\_pubType=J&\\_auth=y&\\_acct=C000050221&\\_version=1&\\_urlVersion=0&\\_userid=10&md5=91fb200735bd8139816f2914aacf7951](http://www.sciencedirect.com/science?_ob=PublicationURL&_tockey=%23TOC%236195%232008%23999759996%23679157%23FLA%23&_cdi=6195&_pubType=J&_auth=y&_acct=C000050221&_version=1&_urlVersion=0&_userid=10&md5=91fb200735bd8139816f2914aacf7951)>. Acessado em: 24 Jan. 2009.

LIU, W. B.; WANG, J. N. Strengthening of a Pd-free high gold dental alloy for porcelain bonding by a pre-firing heat treatment. **Dental Materials**, [S.l.], v. 23, p. 1136-1141, 2007. Disponível em: <[http://www.sciencedirect.com/science?\\_ob=PublicationURL&\\_tockey=%23TOC%236195%232007%23999769990%23663860%23FLA%23&\\_cdi=6195&\\_pubType=J&\\_auth=y&\\_acct=C000050221&\\_version=1&\\_urlVersion=0&\\_userid=10&md5=6828b586cb355b8d5194b864d6737ce2](http://www.sciencedirect.com/science?_ob=PublicationURL&_tockey=%23TOC%236195%232007%23999769990%23663860%23FLA%23&_cdi=6195&_pubType=J&_auth=y&_acct=C000050221&_version=1&_urlVersion=0&_userid=10&md5=6828b586cb355b8d5194b864d6737ce2)>. Acessado em: 24 Jan. 2009.

MANARANCHE, C.; HORNBERGER, H. A proposal for the classification of dental alloys according to their resistance to corrosion. **Dental Materials**, [S.l.], v. 23, p. 1428-1437, 2007. Disponível em: <[http://www.sciencedirect.com/science?\\_ob=PublicationURL&\\_tockey=%23TOC%236195%232007%23999769988%23668579%](http://www.sciencedirect.com/science?_ob=PublicationURL&_tockey=%23TOC%236195%232007%23999769988%23668579%)>

23FLA%23&\_cdi=6195&\_pubType=J&\_auth=y&\_acct=C000050221&\_version=1&\_urlVersion=0&\_userid=10&md5=7445ccad4f2f2bd56ee6bc735c055df4>. Acessado em: 24 Jan. 2009.

MANNHEIMER, W. A. **Microscopia dos materiais uma introdução**. Rio de Janeiro: E-papers Serviços Editoriais, 2002.

MATKOVIĆ, T.; MATKOVIĆ, P.; MALINA, J. Effects of Ni and Mo on the microstructure and some other properties of Co-Cr dental alloys. **Journal of Alloys and Compounds**. [S.l.], v. 366, p. 293-297, 2004. Disponível em: <[http://www.sciencedirect.com/science?\\_ob=PublicationURL&\\_tockey=%23TOC%235575%232004%23996339998%23477750%23FLA%23&\\_cdi=5575&\\_pubType=J&\\_auth=y&\\_acct=C000050221&\\_version=1&\\_urlVersion=0&\\_userid=10&md5=d4b10f952e562a7a507796954be3d2c1](http://www.sciencedirect.com/science?_ob=PublicationURL&_tockey=%23TOC%235575%232004%23996339998%23477750%23FLA%23&_cdi=5575&_pubType=J&_auth=y&_acct=C000050221&_version=1&_urlVersion=0&_userid=10&md5=d4b10f952e562a7a507796954be3d2c1)>. Acessado em: 30 Jan. 2009.

METALS HANDBOOK, **Volume 3 Alloy phase diagrams**. USA: ASM American Society for Metals, 1992.

METIKOŠ-HUKOVIĆ, M. et al. Influence of alloying elements on the corrosion stability of CoCrMo implant alloy in Hank`s solution. **ActaBIOMATERIALIA**, [Oxford], v. 2, p. 693-700, 2006. Disponível em: <[http://www.sciencedirect.com/science?\\_ob=PublicationURL&\\_cdi=20189&\\_pubType=J&\\_acct=C000050221&\\_version=1&\\_urlVersion=0&\\_userid=10&md5=f7106a30051ed47a3ffa2c27680e8884&jchunk=2#2](http://www.sciencedirect.com/science?_ob=PublicationURL&_cdi=20189&_pubType=J&_acct=C000050221&_version=1&_urlVersion=0&_userid=10&md5=f7106a30051ed47a3ffa2c27680e8884&jchunk=2#2)>. Acesso em: 27 Out. 2008.

MOFFA, J. P. Alternative dental casting alloys. **Dental Clinics of North America**. [S.l.], v. 27, n. 4, p. 733-746, 1983.

MONDELLI, J. **Ligas alternativas para reconstruções fundidas**. São Paulo: Panamericanas, 1995.

MORRIS, H. F. et al. Casting alloys the materials and the clinical effects. **Advances Dental Research**. [S.l.], v. 6, p. 28-31, 1992. Disponível em: <<http://adr.sagepub.com/cgi/reprint/6/1/28>>. Acesso em: 30 Dez. 2008.

MONTGOMERY, D. G. **Design and analysis of experiments**. New York: John Wiley and Sons, 2001.

NEISSER, M. P. **Contribuição para avaliação da biocompatibilidade de ligas de cromo-níquel pelo estudo histomorfológico das reações teciduais em conjuntivo de ratos**. São José dos Campos: Universidade Estadual Paulista, 1992.

NOBILIUM. Quality Materials & Equipment for the Professional Dental Lab. Disponível em: <<http://www.cmpindustry.com/nobilium/NobiliumCatalog07.pdf>>. Acessado em: 30 Set. 2008.

OLIVIERI, K. A. N. et al. Propriedades mecânicas e dureza de ligas odontológicas Co-Cr e Ni-Cr. In: REUNIÃO ANUAL da SBPqO, 17., 2000, Águas de Lindóia. **Resumos...** [São Paulo]: Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica, 2000. Disponível em: <<http://www.sbpqo.org.br/>>. Acesso em: 06 Ago. 2008.

OLIVIERI, K. A. N. **Análise química microestrutural determinação das propriedades mecânicas e dureza de ligas odontológicas AgPd CoCr e NiCr fundidas em diferentes temperaturas**. São José dos Campos: Universidade Estadual Paulista, 2000.

OLIVIERI, K. A. N. et al. Mechanical properties and micro structural analysis of a NiCr alloy cast under different temperatures. **Braz J Oral Sci**, [São Paulo], v. 3, n. 8, p. 414-419, Jan/Mar. 2004. Disponível em: <<http://www.fop.unicamp.br/brjorals/index.htm>>. Acesso em: 27 Out. 2008.

PACIORNIK, S.; MAURICIO, M. H. P. Digital Imaging. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Handbook metallography and microstructures**. Ohio: American Society for Metals, 2004.

PACIORNIK, S. Processamento Digital de Imagem. Disponível em: <[www.dcmmm.puc-rio.br/cursos/ipdi/](http://www.dcmmm.puc-rio.br/cursos/ipdi/)>. Acessado em: 25 Abr. 2008.

PARK, J. B. Introduction. In: \_\_\_\_\_. **The biomedical engineering handbook**. Boca Raton: CRC Press LLC, 2000.

PARK, J. B.; KIM, Y. K. Metallic biomaterials. In: PARK, J. B. **The biomedical engineering handbook**. Boca Raton: CRC Press LLC, 2000.

PELLIZZER, A. J.; BOMBONATTI, P. E.; VALERIO FILHO, W. V. Fluidez de liga de níquel-cromo de procedência nacional: ação da elevação da temperatura de estufagem dos revestimentos fosfatados. **Rev. Odontol. UNESP**, São Paulo, v. 24, n. 1, p. 99-107, 1995. Disponível em: <<http://rou.hostcentral.com.br/previous.php>>. Acesso em: 28 Jan. 2009.

PEPPAS, N. A.; LANGER, R. New challenges in biomaterials. **Science**. [S.l.], v. 263, p. 1715-1720, 1994.

RATNER, B. D. Biomaterials science an interdisciplinary endeavor. In: RATNER, B. D.; HOFFMAN, A. S.; SCHOEN, F. J.; LEMONS, J. E. (Org.). **Biomaterials science an introduction to materials in medicine**. San Diego: Academic Press, 1996. p. 1-8.

RIGO, E. C. S. et al. Implantes metálicos recobertos com hidroxiapatita. **Revista Brasileira de Engenharia Biomédica**, [S.l.], v. 15, n. 1-2, p. 21-29, jan/ago 1999. Disponível em: < [http://rbeb.ceb.unicamp.br/artigos/rev15/n1\\_2/art-d\\_15\\_1\\_2.pdf](http://rbeb.ceb.unicamp.br/artigos/rev15/n1_2/art-d_15_1_2.pdf)>. Acessado em: 30. Jan. 2009.

RIVAS, G.; MARIA, A. Evaluación visual y radiográfica de discontinuidades en estructuras metálicas de prótesis parciales removibles. **Acta Odontológica Venezolana**. Caracas, v. 39, n. 2, p. 25-34, 2001. Disponível em: <<[http://www.scielo.org.ve/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0001-63652001000200005&lng=es&nrm=iso](http://www.scielo.org.ve/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0001-63652001000200005&lng=es&nrm=iso)>>. Acesso em: 30 Mar. 2008.

ROLLO, J. M. D. A.; ROSSITTI, S. M. Restauração metalocerâmica um estudo comparativo da compatibilidade térmica de ligas Ni-Cr e porcelanas odontológicas. **Rev Odontol Univ São Paulo**, São Paulo, v. 13, n. 1, p. 61-66, jan./mar. 1999.

Disponível em: <[http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0103-06631999000100013&script=sci\\_arttext](http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0103-06631999000100013&script=sci_arttext)>. Acessado em: 27 Out. 2008.

SÁ, J. C. et al. Avaliação da resposta biológica de células-tronco sobre superfícies de titânio nitretadas por plasma. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 18., 2008, Porto de Galinhas. **Anais...** [S.l.: s.n.], 2008. p. 5471-5479. 1 CD-ROM.

SAMPAIO, C. A. F. Avaliação comparativa de propriedades geradas pelos processos de soldagem TIG e brasagem em uma liga odontológica à base de Ni-Cr. Rio de Janeiro: Universidade do Estado do Rio de Janeiro, 2009.

SEGALLA, J. C. M. et al. Ligas alternativas de cobre: influência do tratamento térmico na propriedade de dureza. **Rev. Odontol. UNESP**, São Paulo, v. 27, n. 1, p. 151-163, 1998a. Disponível em: <<http://rou.hostcentral.com.br/previous.php>>. Acesso em: 27 Out. 2008.

SEGALLA, J. C. M. et al. Influência do tratamento térmico na resistência a corrosão de ligas metálicas alternativas à base de cobre. **Rev. Odontol. UNESP**, São Paulo, v. 27, n. 1, p. 165-173, 1998b. Disponível em: <<http://rou.hostcentral.com.br/previous.php>>. Acesso em: 27 Out. 2008.

SETCOS, J. C. et al. The safety of nickel containing dental alloys. **Dental Materials**, [S.l.], v. 22, p. 1163-1168, 2006. Disponível em: <[http://www.sciencedirect.com/science?\\_ob=PublicationURL&\\_cdi=6195&\\_pubType=J&\\_auth=y&\\_acct=C000050221&\\_version=1&\\_urlVersion=0&\\_userid=10&md5=364c479f8a104616bf8ad566fe4900cc&jchunk=22#22](http://www.sciencedirect.com/science?_ob=PublicationURL&_cdi=6195&_pubType=J&_auth=y&_acct=C000050221&_version=1&_urlVersion=0&_userid=10&md5=364c479f8a104616bf8ad566fe4900cc&jchunk=22#22)>. Acessado em: 24 Jan. 2009.

SOURCEFORGE. Programa ImLab para tratamento digital de imagem. Disponível em: <<http://imlab.sourceforge.net/>>. Acessado em: 20 Abr. 2009.

SOUSA, L. L. **Caracterização microestrutural e resistência à corrosão de ligas Ni-Cr-Mo refundidas utilizadas em próteses dentárias**. Guaratinguetá: Universidade Estadual Paulista, 2005.

SOUZA, D. F. **Análise química e microestrutural de ligas odontológicas Ag-Pd Co-Cr e Ni-Cr fundidas em diferentes temperaturas.** São José dos Campos: Universidade Estadual Paulista, 2000.

SOUZA, D. F. et al. Análise química e microestrutural de ligas odontológicas Co-Cr e Ni-Cr. In: REUNIÃO ANUAL da SBPqO, 17., 2000, Águas de Lindóia. **Resumos...** [São Paulo]: Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica, 2000. Disponível em: <<http://www.sbpqo.org.br/>>. Acesso em: 06 Ago. 2008.

STAIGER, M. P. et al. Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials a review. **Biomaterials.** [S.l.], v. 27, p. 1728-1734, 2006. Disponível em: <[http://www.sciencedirect.com/science?\\_ob=PublicationURL&\\_toctkey=%23TOC%235558%232006%23999729990%23613138%23FLA%23&\\_cdi=5558&\\_pubType=J&\\_auth=y&\\_acct=C000050221&\\_version=1&\\_urlVersion=0&\\_userid=10&md5=fa427413887168fb315251e067e414b2](http://www.sciencedirect.com/science?_ob=PublicationURL&_toctkey=%23TOC%235558%232006%23999729990%23613138%23FLA%23&_cdi=5558&_pubType=J&_auth=y&_acct=C000050221&_version=1&_urlVersion=0&_userid=10&md5=fa427413887168fb315251e067e414b2)>. Acesso em: 13 Ago. 2008.

TALLADIUM DO BRASIL. Materiais odontológicos. Disponível em: <[www.talladiumdobrasil.com.br](http://www.talladiumdobrasil.com.br)>. Acesso em: 05 Jul. 2008.

VERGANI, C. E. et al. Análise qualitativa e quantitativa de ligas metálicas para próteses parciais removíveis. **Rev. Odontol. UNESP**, São Paulo, v. 23, n. 2, p. 297-305, 1994. Disponível em: <<http://rou.hostcentral.com.br/previous.php>>. Acesso em: 27 Out. 2008.

WASSELL, R. W.; WALLS, A. W. G.; STEELE, J. G. Crowns and extra-coronal restorations materials selection. **British Dental Journal.** [S.l.], v. 192, n. 4, p. 199-211, 2002. Disponível em: <[http://web.ebscohost.com/ehost/results?vid=2&hid=106&sid=7ce9f7c4-1250-4de1-b61d-8cd92253c0bf%40sessionmgr111&bquery=\(JN+%22British+Dental+Journal%22+and+DT+20020223\)&bdata=JmRiPWRkaCZ0eXBIPTAmc2l0ZT1laG9zdC1saXZI](http://web.ebscohost.com/ehost/results?vid=2&hid=106&sid=7ce9f7c4-1250-4de1-b61d-8cd92253c0bf%40sessionmgr111&bquery=(JN+%22British+Dental+Journal%22+and+DT+20020223)&bdata=JmRiPWRkaCZ0eXBIPTAmc2l0ZT1laG9zdC1saXZI)>. Acesso em: 13 Ago. 2008.

WATAHA, J. C. Alloys for prosthodontic restorations. **Journal of Prosthetic Dentistry**. [S.l.], v. 87, p. 351-363, 2002. Disponível em: <[http://www.prosdent.org/issues/contents?issue\\_key=S0022-3913\(05\)X7023-8](http://www.prosdent.org/issues/contents?issue_key=S0022-3913(05)X7023-8)>. Acessado em: 24 Jan. 2009.

WILLIAMS, D. F. Definitions in biomaterials. **Progress in Biomedical Engineering**, Amsterdam, v. 4, n. 6, p. 49-59, 1987.

WYLIE, C. M. et al. Corrosion of nickel-based dental casting alloys. **Dental Materials**, [S.l.], v. 23, p. 714-723, 2007. Disponível em: <[http://www.sciencedirect.com/science?\\_ob=PublicationURL&\\_tockey=%23TOC%236195%232007%23999769993%23650254%23FLA%23&\\_cdi=6195&\\_pubType=J&\\_auth=y&\\_acct=C000050221&\\_version=1&\\_urlVersion=0&\\_userid=10&md5=a28f548f7d0861f28c3730090ac51603](http://www.sciencedirect.com/science?_ob=PublicationURL&_tockey=%23TOC%236195%232007%23999769993%23650254%23FLA%23&_cdi=6195&_pubType=J&_auth=y&_acct=C000050221&_version=1&_urlVersion=0&_userid=10&md5=a28f548f7d0861f28c3730090ac51603)>. Acessado em: 24 Jan. 2009.

YAMAKAMI, W. J. et al. Influência do percentual de vazios nas propriedades mecânicas de ligas odontológicas fundidas a base de Co-Cr-Mo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 17., 2006, Foz do Iguaçu. **Anais...** [São Paulo]: IPEN Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 2007. p. 6804-6815. 1 CD-ROM.