



**Ermelinda da  
Conceição Portela  
Salgueiredo**

**Ferramentas odontológicas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  revestidas com  
diamante CVD**





**Ermelinda da  
Conceição Portela  
Salgueiredo**

**NCD diamond coated  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramic odontological  
drill bits**

dissertação apresentada à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia de Materiais – 2º Ciclo, realizada sob a orientação científica do Dr. Filipe José Alves de Oliveira, Investigador Auxiliar do Laboratório Associado CICECO da Universidade de Aveiro, e sob a co-orientação científica do Prof. Dr. Rui Ramos Ferreira e Silva, Professor Associado do Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro da Universidade de Aveiro

Apoio financeiro do  
POCTI/CTM/45423/2002 e do  
POCTI/CTM/59449/2004 no âmbito  
do III Quadro Comunitário de Apoio.

Apoio financeiro da FCT no âmbito  
do III Quadro Comunitário de Apoio.





Para ti, Maria.

*Não se perdeu nenhuma coisa em mim*

Não se perdeu nenhuma coisa em mim.  
Continuam as noites e os poentes  
Que escorreram na casa e no jardim,  
Continuam as vozes diferentes  
Que intactas no meu ser estão suspensas.  
Trago o terror e trago a claridade,  
E através de todas as presenças  
Caminho para a única unidade.

Sophia de Mello Breyner Andresen



## **o júri**

Presidente

**Prof. Dr. Joaquim Manuel Vieira**  
professor catedrático da Universidade de Aveiro

**Prof. Dr. Rui Ramos Ferreira e Silva**  
professor associado da Universidade de Aveiro

**Prof. Dr. João Miguel Maia Carrapichano**  
professor adjunto equiparado do Instituto Superior de Engenharia de Coimbra



## **agradecimentos**

Gostaria de agradecer ao Dr. Filipe Oliveira e ao Prof. Dr. Rui Silva por me terem orientado ao longo deste trabalho, e pelo apoio prestado sem o qual este trabalho nunca teria sido concretizado.

À Dr.<sup>a</sup> Florinda Costa do Departamento de Física da Universidade de Aveiro desejo expressar a minha gratidão pela colaboração prestada.

Os meus agradecimentos à FCT pela bolsa SFRH/BD/41757/2007.

Aos meus pais por, apesar de tudo, acreditarem em mim e por me amarem. Porque em todos os momentos difíceis me carregam no colo...

À minha filha Maria, por tudo o que me ensina dia-a-dia, por me dar razões para sorrir, mesmo quando tudo parece ter perdido o sentido. Obrigada filha pelo teu amor, pelo teu sorriso...

Um obrigada muito especial aos meus (verdadeiros) Amigos que estiveram comigo sempre, dando-me força e coragem para não desistir, ajudando-me a atravessar este tempo de profunda dor e desânimo. Faltam-me as palavras para agradecer como merecem. Quero que saibam que estarão sempre no meu coração.



## palavras-chave

Brocas para odontologia, Diamante micro e nanocristalino, HFCVD, nitreto de silício

## resumo

Os filmes de diamante depositados por deposição Química em Fase Vapor (CVD) apresentam um grande potencial para aplicação como brocas para odontologia.

No presente trabalho, brocas de cerâmicos à base de nitreto de silício,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , foram produzidas a partir de pós comerciais, sinterizadas sem pressão aplicada e maquinadas até à forma final, usando como modelo uma broca comercial de aço. O nitreto de silício usado como substrato garante elevados níveis de adesão para os filmes de diamante microcristalino e nanocristalino. Antes de efectuar a deposição dos filmes de diamante, as brocas sofreram um tratamento superficial por plasma de  $\text{CF}_4$  para aumentar a adesão dos filmes ao substrato, seguindo-se uma riscagem em suspensão de pó de diamante visando favorecer a nucleação do diamante durante a deposição.

Filmes de diamante foram depositados pela técnica de CVD assistida por Filamento Quente (HFCVD) sobre brocas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , começando por uma camada de diamante microcristalino que apresenta excelente adesão nestes cerâmicos, seguindo-se uma camada de diamante nanocristalino de baixa rugosidade. Os filmes foram caracterizados microestruturalmente por SEM e espectroscopia Raman. Por SEM foi possível observar a densidade e homogeneidade dos filmes depositados e por espectroscopia Raman verificou-se a qualidade dos filmes depositados.

Antes da colocação de um implante dentário no leito mandibular é necessário proceder à furação do osso com brocas de dimensão adequada. Para efectuar os ensaios de furação foi utilizada uma máquina de ensaios mecânicos universal, com um berbequim de velocidade variável acoplado. Para simular o osso mandibular humano foi utilizado um bloco de espuma rígida de poliuretano (ASTM F-1839). A velocidade de corte e o aumento local de temperatura durante o corte são parâmetros essenciais para o sucesso do implante. Nos ensaios de furação efectuados a velocidade de corte variou na gama 50-1400 RPM, oscilando a velocidade de penetração entre 7,5 e 30 mm/min. O aumento de temperatura foi monitorizado durante o corte através de dois termopares acoplados ao polímero, a alturas de penetração diferentes. Pelos resultados obtidos foi possível concluir que as brocas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  revestidas por HFCVD com a bicamada MCD/NCD apresentam melhor desempenho, tanto a alta como a baixa velocidade de corte, quando comparadas com as brocas comerciais de aço (AISI 420) usadas como referência: força de avanço cerca de 4 vezes menor; aumento da temperatura local inferior em cerca de  $4^\circ\text{C}$ ; possibilidade de corte a velocidades de rotação reduzidas (100 RPM), o que permite a recolha de aparas de osso autógeno; possibilidade de corte com elevada velocidade de penetração (30 mm/min), o que reduz significativamente a duração do procedimento.





**keywords**

Odontological drill bits, micro and nanocrystalline diamond, HFCVD, silicon nitride

**abstract**

Diamond films deposited by Chemical Vapour Deposition (CVD) have a good potential for applications such as odontological drill bits.

In the present work,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  based ceramic drill bits were produced starting from commercial powders, sintered without applied pressure and machined until final shape, using a commercial steel drill bit as reference.

The silicon nitride used as substrate provides high adhesion levels for micro and nanocrystalline (NCD) diamond films. Before film deposition the ceramics are submitted to a  $\text{CF}_4$  plasma treatment (plasma etching) to enhance the film adhesion onto the substrate, followed by ultrasonic scratching the ceramics surface with a diamond powder suspension to promote the nucleation of diamond during deposition.

Diamond films were deposited by the CVD technique assisted by Hot Filament (HFCVD) over  $\text{Si}_3\text{N}_4$  drill bits, starting with a layer of microcrystalline diamond that presents high adhesion levels on this ceramics, followed by a layer of NCD that presents low roughness.

The coatings were characterized by Scanning Electronic Microscopy (SEM) e Raman spectroscopy. SEM allowed the evaluation of films density and homogeneity and Raman spectroscopy confirmed the quality of the films.

Before placing a dental implant in the mandible bone, it is necessary to drill the bone to create a hole of adequate dimension. For the drilling experiments a variable speed drill was used coupled to a Universal Testing Machine.

A block of rigid polyurethane foam (ASTM F-1839) was used to simulate the human mandible bone. Cutting speed and the temperature rise during cutting are key parameters for the success of the implant. In the drilling experiments the cutting speed varied in the range 50 to 1400 RPM, and the penetration speed between 7.5 to 30 mm/min. The temperature oscillation during cutting was evaluated by two thermocouples placed in the polymer at different heights.

By looking at the results, it is possible to conclude that  $\text{Si}_3\text{N}_4$  drill bits diamond coated with a bilayer of MCD/NCD by HFCVD present a better performance, both at low and high cutting speeds, with a smaller increase in temperature, when compared to commercial steel drill bits (AISI 420), used as reference: the applied force is lower in approximately 4 times; the local temperature rise is smaller in about 4 °C; possibility to cut using low rotation speeds (100 RPM), which will allow the recovery of autogeneous bone; use of high penetration speeds (30 mm/min), that will reduce the duration of the procedure.



## ÍNDICE

Introdução	1
Capítulo I – Revisão bibliográfica	5
1. Brocas para odontologia	7
1.1. Os implantes dentários	7
1.2. Constituição do osso mandibular e maxilar	8
1.3. Furação do osso	10
2. Filmes de diamante	12
2.1. O processo CVD para o diamante	13
2.2. Tamanho de cristalite	15
2.3. A deposição química em fase vapor assistida por filamento quente, HFCVD	16
2.3.1. Nucleação	18
2.3.2. Crescimento	20
2.4. Revestimentos em bicamada MCD/NCD	22
2.5. $\text{Si}_3\text{N}_4$ como substrato para a bicamada MCD/NCD	23
2.6. Diamante como biomaterial	24
Referências Capítulo I	26
Capítulo II – Parte experimental e discussão de resultados	33
1. Produção das brocas de nitreto de silício, $\text{Si}_3\text{N}_4$	35
2. Tratamento superficial das brocas de $\text{Si}_3\text{N}_4$	37
3. Produção das bocas revestidas com filmes de diamante	40
3.1. Deposição da bicamada de diamante por HFCVD	40
3.2. Caracterização das brocas revestidas com diamante CVD	42
4. Teste das ferramentas odontológicas	45
4.1. Testes de furação	45
4.2. Evolução da força de avanço com a profundidade de corte	49
4.3. Força máxima aplicada em função da velocidade de corte	52
4.4. Efeito da velocidade de penetração	53
4.5. Evolução da temperatura em função da profundidade de corte e do tempo de furação	56

5. Caracterização das brocas após os ensaios de furação	64
Referências Capítulo II	65
Capítulo III – Conclusões	67

## **Introdução**



Os implantes dentários são considerados a melhor técnica para substituição total de dentes danificados, sendo por isso largamente usados nos dias de hoje. Sendo um procedimento sensível do ponto de vista técnico e de elevados custos, é de fundamental importância o desenvolvimento de brocas odontológicas para furação do osso mandibular para posterior colocação do implante dentário que possuam maior tempo de vida e melhor resistência aos processos de esterilização usados. Assim, ocorrerá uma redução dos custos totais da cirurgia, tornando este procedimento acessível a um maior número de pacientes.

Os materiais mais usados para as brocas de furação são o aço e as ligas de titânio, bem como aços revestidos com TiN. O factor mais importante a ter em conta é a temperatura provocada pelo processo de furação, dado que os tecidos vivos não devem ser submetidos a temperaturas acima da gama 42-47 °C, pois acima desta temperatura ocorre necrose das células e conseqüentemente haverá falha do implante.

Assim, sendo a geometria da broca um factor crucial na produção de calor as brocas comercialmente disponíveis apresentam algumas limitações. Por um lado, para velocidades de furação elevadas ocorre aquecimento excessivo e necrose das células. No entanto, baixas velocidades de rotação não são adequadas, porque embora evitem o aquecimento excessivo e dispensem refrigeração, não possuem a capacidade de corte do osso adequada. O facto de não se usar refrigeração possibilita a recolha de resíduos do osso autógeno para reutilizar no paciente (caso seja necessário aumentar a quantidade de osso para melhorar a fixação do implante). É assim de fundamental importância o uso de brocas que combinem uma elevada capacidade de corte, mas que não produzam um aumento de temperatura prejudicial aos tecidos vivos, possibilitando também a recolha de osso por não ser usada refrigeração.

Os filmes de diamante utilizados como revestimento apresentam vantagens significativas em relação aos materiais actualmente utilizados para ferramentas odontológicas. Possuem excelentes propriedades mecânicas como a elevada dureza, apresentam uma boa condutividade térmica (essencial em aplicações em que existem severas limitações ao aumento da temperatura em uso) e uma elevada resistência ao desgaste. Para além disso, são quimicamente inertes e biocompatíveis, sendo por isso adequados para aplicações biomédicas. Os cerâmicos à base de nitreto de silício apresentam-se como excelentes substratos para a deposição dos filmes de diamante CVD, devido às suas excelentes propriedades mecânicas, térmicas e químicas, além da

compatibilidade com o diamante. Podem ser maquinadas permitindo a criação de peças de formas complexas, tais como brocas para odontologia.

A técnica de Deposição Química em Fase Vapor assistida por Filamento Quente (Hot Filament Chemical Vapour Deposition, HFCVD) utilizada para a deposição dos filmes de diamante apresenta muitas vantagens, tais como o baixo custo do equipamento, possibilidade de depositar em grandes superfícies e em substratos de formas complexas, por alteração da configuração dos filamentos.

Neste trabalho, brocas cerâmicas à base de nitreto de silício foram depositadas por HFCVD com uma bicamada de filmes de diamante, sendo a camada inicial de diamante microcristalino (microcrystalline diamond, MCD) que garante uma elevada adesão ao substrato referido, seguindo-se uma camada de diamante nanocristalino (nanocrystalline diamond, NCD) que apresenta uma baixa rugosidade superficial, benéfica para a aplicação em brocas odontológicas. As brocas foram testadas para avaliação da eficiência de corte, a baixas e elevadas velocidades de corte, sendo também monitorizado o aumento de temperatura durante o corte.

No Capítulo I é feita a Revisão Bibliográfica aos assuntos mais relevantes no que concerne a deposição de filmes de MCD e NCD por HFCVD para aplicações em odontologia.

O Capítulo II é dedicado à apresentação e discussão dos resultados mais relevantes obtidos no decurso deste trabalho.

No Capítulo III são apresentadas as principais conclusões deste trabalho. Analisando os resultados obtidos é possível afirmar que as brocas revestidas com a bicamada MCD/NCD apresentam maior eficiência de corte a baixas e elevadas velocidades de corte com menor aumento de temperatura, quando comparadas com as brocas comerciais (Aço AISI 420) utilizadas como referência.



# Capítulo 1

## **Revisão bibliográfica**



## 1. Brocas para odontologia

### 1.1. Os implantes dentários

De acordo com Cranin *et al.* [1] e Lee *et al.* [2], a tentativa de restaurar dentes danificados, ou em falta, remonta aos Egípcios, mas o grande avanço nesta área foi dado pelo cirurgião ortopédico Per-Invar Branemark que em 1952 descobriu que ocorria osteointegração (conexão estrutural e funcional entre o osso vivo e a superfície do implante) sobre o titânio colocado no fêmur de coelhos. Em 1965 colocou o primeiro implante dentário de titânio num humano [1,2].

Os implantes dentários são considerados a alternativa adequada para substituição total de dentes danificados, sendo por isso largamente usados nos dias de hoje (Figura 1) [3]. São normalmente de titânio ou preferencialmente de ligas de titânio como a Ti-6Al-4V, pois estas ligas possuem maior tenacidade que o titânio puro. O titânio e suas ligas possuem excelentes propriedades mecânicas e biocompatibilidade favorecendo a osteointegração, colocando-se no osso mandibular para substituir o dente em falta, incluindo a raiz [4]



Figura 1: Representação esquemática de um implante dentário na cavidade bucal [5]

Para que o implante tenha sucesso é necessário que [6]:

1. exista osso suficiente na mandíbula para suportar o implante;
2. os dentes e tecidos que circundam o implante estejam em boas condições;
3. a profundidade do furo deve ser suficiente, mas sem atingir o nervo alveolar inferior.

A recuperação do paciente após cirurgia depende obviamente da técnica cirúrgica empregue, que deve minimizar o trauma no osso e no local de implantação. Branemark e os seus colaboradores, citado por Beirne *et al.* [7] usavam brocas de diâmetros sequencialmente maiores, com velocidades de rotação abaixo de 2000 RPM constantemente irrigadas com solução salina para preparar o local do implante.

Inicialmente, no procedimento cirúrgico, é usada uma broca redonda de pequena dimensão (broca piloto) para marcar os locais de implante no osso. São depois usadas brocas de diâmetro crescente (2 a 3 mm) para remover o osso e preparar o leito implantar para posterior colocação do implante. Neste procedimento é crucial para que o implante permaneça estável, pois se a distância entre o implante e o osso após implantação for superior a 0,35 e até 0,8 mm, não ocorrerá desenvolvimento da interface osso-implante e assim o implante deslocar-se-á.

Após a furação é colocado um parafuso que é tapado com o tecido circundante e que permanece durante cerca de três meses para que ocorra osteointegração. Seguidamente é colocada uma base (*abutment*) e uma coroa temporária. A coroa definitiva é normalmente colocada 6 a 7 meses depois da cirurgia [7,8].

## **1.2. Constituição do osso mandibular e maxilar**

O osso pode ser definido como um tecido conectivo e dinâmico, constituído por células metabólicas activas que estão inseridas numa estrutura rígida [9]. As principais funções do osso na manutenção do sistema corporal são: protecção dos órgãos vitais, oferecer localização e suporte para a ligação muscular e locomoção, criação de células sanguíneas vermelhas e brancas para imunoprotecção e oxigenação dos outros tecidos e retenção e armazenamento de iões fundamentais como o cálcio, fosfato, entre outros.

O esqueleto adulto possui dois tipos de osso: o osso cortical (ou compacto) e o osso trabecular. O osso trabecular é poroso (50-90%), sendo que o seu módulo de elasticidade e resistência à compressão são aproximadamente 10 vezes menores que no osso compacto, que é quase 100% denso (10% de porosidade) [10].

A mandíbula (Figura 2) é um osso vivo que é submetido a distorção espacial contínua por aplicação de carga em vários locais nas regiões temporomandibular e dentoalveolar, bem como a variadas solicitações em tensão [11].

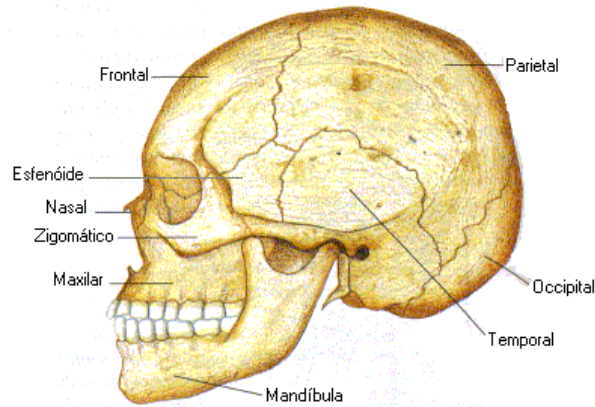


Figura 2: Vista lateral da zona craniofacial [12]

O canal mandibular localiza-se no interior da mandíbula e com um trajecto que se inicia no forame mandibular e termina no forame mental, dando passagem aos nervos, artérias e veias alveolares inferiores [13].

O nervo alveolar inferior (Figura 3), proveniente do nervo mandibular (terceira divisão do nervo trigémeo), emite ramos que inervam os dentes inferiores e o tecido ósseo circunjacente, papilas interdentais, periodonto, lábio inferior, mucosa e gengiva vestibular dos dentes anteriores.

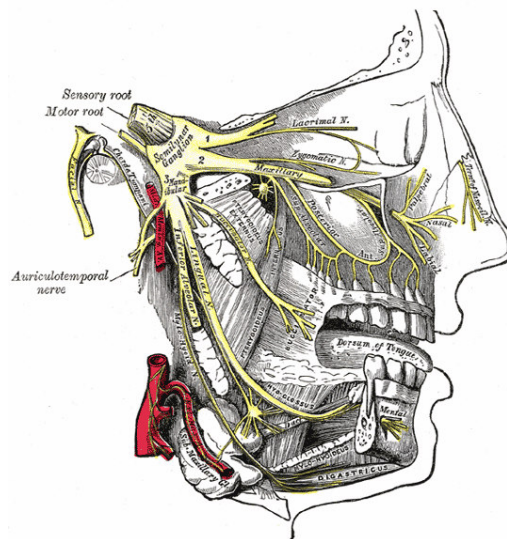


Figura 3: Articulação temporomandibular e nervo alveolar inferior [14]

Conhecer a anatomia da mandíbula bem como o trajecto do nervo alveolar inferior pelo canal mandibular é de grande importância para os cirurgiões dentistas, especialmente para aqueles que executam reconstruções mandibulares ou instalação de implantes osseointegrados, pois na furação da mandíbula a broca não pode atingir o nervo alveolar inferior [13].

A mandíbula é considerada uma das regiões mais expostas aos traumas da face. Os traumas de mandíbula algumas vezes não são detectados, principalmente quando a fractura ocorre na região do côndilo. A incidência de um grande número de traumas nesta articulação é influenciada não apenas por seu uso regular durante a mastigação, mas também devido às forças intensas aplicadas pelos músculos e pela grande faixa de movimentos que ela é capaz de produzir (6 graus de liberdade) [15].

### **1.3. Furação do osso**

Os materiais mais usados para as brocas de furação (Figura 4) são o aço e as ligas de titânio, bem como aços revestidos com TiN [16]. As brocas comercialmente disponíveis apresentam algumas limitações: a elevadas velocidades de corte ocorre aquecimento excessivo que provoca necrose das células, enquanto que a baixas velocidades de corte não há eficiência de corte. No processo de furação o controlo da temperatura é fundamental, pois os tecidos vivos não devem ser submetidos a temperaturas acima da gama 42-47 °C. Acima desta gama de temperaturas ocorre necrose das células e conseqüentemente ocorrerá a falha do implante [3,17].

O controlo de temperatura é também fundamental para o processo de osteointegração e a furação a velocidades de rotação elevadas deve ser evitada pois provoca danos fisiológicos no osso, recomendando-se velocidades de rotação abaixo de 2000 RPM [18]. No entanto, baixas velocidades de rotação não são adequadas, porque embora evitem o aquecimento excessivo e não utilizem refrigeração, não possuem a capacidade de corte do osso adequada [16,19,20]. Por outro lado, ao não utilizar refrigeração é possível a recolha de osso autógeno para reutilizar no paciente, caso seja necessário aumentar a quantidade de osso para melhorar a fixação do implante [21].



Figura 4: Furação do leito ósseo para colocação do implante [22]

O calor gerado durante a furação do osso advém, sobretudo, do processo de furação. O contacto entre a superfície da broca e o osso origina a quebra de ligações nas células ósseas com consequente libertação de energia.

Além disso, o atrito provocado pelas partes não cortantes da broca, como a hélice, origina também um aumento da temperatura, tanto no osso como na broca. O calor gerado é parcialmente dissipado pelo sangue e fluidos dos tecidos. No entanto, o osso é um fraco condutor de calor e o aumento de temperatura gerado pode ser significativo. O calor total gerado é a combinação entre a razão entre a formação de calor e o tempo de furação [17].

A irrigação do local de furação e da broca (refrigeração) é normalmente necessária para evitar que o aumento de temperatura danifique o osso. A irrigação pode ser aplicada externamente ou através da própria broca que possui um tubo acoplado. A irrigação é feita com uma solução salina (solução saturada de NaCl em água destilada), recomendando-se que durante o processo de preparação do local onde o implante vai ser colocado, o cirurgião retire a broca do leito implantar com frequência, em movimentos ascendentes e descendentes, para permitir a irrigação da ponta de corte da broca e a remoção dos resíduos ósseos [7,18, 23].

Chacon *et al.* [19] testaram o aumento de temperatura no osso provocado por três sistemas de furação (brocas com diferentes geometrias), após vários furos e esterilizações. Foi usado um modelo do osso cortical do fêmur de um bovino, com uma força aplicada de

2 a 4 kgf, para uma velocidade de rotação de 2500 RPM, com irrigação, para uma profundidade de corte de 15 milímetros. A variação de temperatura foi registada por termopares colocados no final da zona de furação. Os resultados mostraram que a temperatura vai aumentando com o número de utilizações da broca, para todos os sistemas, mas o aquecimento é mais significativo num dos sistemas usados, denunciando que a geometria da broca é um factor determinante no aumento de temperatura [19].

É assim de fundamental importância o uso de brocas que combinem uma elevada capacidade de corte, mas que não produzam um aumento de temperatura prejudicial aos tecidos vivos, possibilitando também a recolha de osso por não ser usada refrigeração.

A alternativa proposta neste trabalho é a utilização de brocas diamantadas, mais propriamente com um corpo cerâmico à base de nitreto de silício revestido com uma bicamada de diamante MCD/NCD.

## **2. Filmes de diamante**

Os filmes de diamante são revestimentos finos policristalinos de carbono. Morfologicamente são constituídos por cristais de diamante de tamanho distinto e de hábito cubo-octaédrico.

As facetas mais comuns, tanto nos cristais de diamante natural como no diamante sintético, correspondem aos planos  $\{1\ 1\ 1\}$  e  $\{1\ 0\ 0\}$ . O plano  $\{1\ 1\ 0\}$  ocorre apenas em condições especiais de crescimento. Nos materiais policristalinos, a morfologia é função da nucleação ou da renucleação preferencial dos núcleos. O facetamento  $\{1\ 1\ 1\}$  e  $\{1\ 0\ 0\}$  tem lugar tanto nos processos de Deposição Química em Fase Vapor, CVD (Chemical Vapour Deposition), como nos processos que envolvem alta pressão e alta temperatura.

Os filmes de diamante CVD são formados por um grande número de cristais, crescidos a partir de fase gasosa, agregados na forma de filme contínuo. As cristalites podem variar em tamanho desde a escala nanométrica até à escala micrométrica, de acordo com as condições experimentais utilizadas. Podem apresentar orientação cristalográfica relativamente ao substrato, ou ocorrerem de um modo completamente aleatório.

Nos limites entre os cristais ocorrem as imperfeições devido: ao desalinhamento dos grãos adjacentes, à segregação de impurezas, à alta concentração dos defeitos dos cristais ou à formação de materiais amorfos de carbono não-diamante [24,25].



As excelentes propriedades estruturais, ópticas, eléctricas e mecânicas do diamante possibilitam a sua utilização numa vasta área de aplicações. É extremamente duro (~100 GPa) sendo por isso um candidato ideal para ferramentas de corte. Possui uma condutividade térmica cinco vezes superior à do cobre ( $20 \text{ W.cm}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ), tornando-o ideal para uso em dissipadores de calor. É quimicamente inerte para temperaturas até 1900 K na ausência de oxigénio, e até 1100 K na presença deste elemento. É um bom isolante eléctrico, mas introduzindo dopantes na sua estrutura pode tornar-se um semicondutor, utilizado na fabricação de eléctrodos e circuitos electrónicos [26,27].

### **2.1. O processo CVD para o diamante**

A utilização do diamante à escala industrial remonta aos anos 50, quando ocorreu a optimização do processo de fabricação por Alta Pressão – Alta Temperatura (HPHT – High Pressure – High Temperature). Este é um processo de elevados custos, e os estudos subsequentes levaram ao surgimento de processos alternativos como o CVD.

Segundo Argoitia [28], em 1982, um grupo japonês liderado por Matsumoto revelou resultados que demonstravam ser possível crescer diamante CVD com taxas de crescimento apreciáveis intensificando-se os estudos e aplicações do diamante CVD, na forma de filmes finos ou auto-sustentados, especialmente nas últimas décadas [29-32].

A deposição química em fase vapor de filmes ou revestimentos envolve as reacções químicas dos reagentes gasosos sobre (ou próximo) a superfície aquecida dos substratos. Desta forma, é possível obter materiais com elevado grau de pureza, com controlo estrutural à escala atómica ou nanométrica. Além disso, permite a produção de revestimentos mono ou multicamada, nanoestruturados, com elevado controlo das dimensões e da estrutura, a temperaturas de processamento relativamente baixas. Este método permite, ao contrário de outras técnicas de deposição, o revestimento de formas complexas e a fabricação de dispositivos à escala nanométrica, compósitos carbono-carbono (C-C), compósitos de matriz cerâmica (CMCs), entre outros. Este método permite também a deposição de filmes e revestimentos para aplicações em diversas áreas tais como: semicondutores e dieléctricos para microelectrónica, dispositivos de conversão de energia, protecção contra oxidação, corrosão ou como barreiras difusoras, entre outras aplicações [33].

O método CVD permite a produção de filmes com elevado grau de pureza e densidade a taxas de deposição consideráveis (0,1 a 10  $\mu\text{m/h}$ ), mesmo em formas complexas. É uma técnica muito usada para deposição de filmes finos metálicos, cerâmicos ou semicondutores. Tendo em conta as fontes de activação para que ocorram as reacções químicas, o processo de deposição pode ser classificado como [34]:

- activado termicamente (caso de HFCVD);
- assistido por laser;
- assistido por plasma.

A complexidade do processo de deposição do diamante CVD activado termicamente é causada pela interdependência de quatro estágios principais [35]:

1. formação de radicais perto do filamento;
2. transporte das espécies reactivas para a superfície;
3. reacções químicas perto e sobre a superfície;
4. transporte dos produtos na superfície.

O crescimento de filmes de diamante é um processo altamente competitivo: a competição entre as hibridações do tipo  $\text{sp}^2$  e  $\text{sp}^3$  e a conversão de carbono  $\text{sp}^2$  para  $\text{sp}^3$  (e vice-versa) determina a taxa de deposição e qualidade do filme depositado (Figura 5) [36].

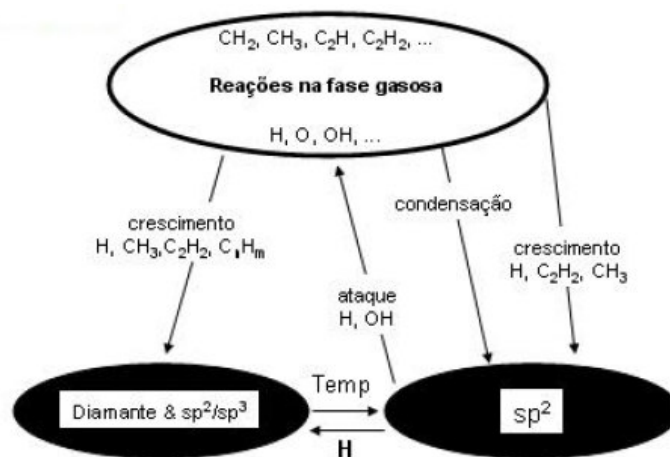


Figura 5: esquema ilustrativo da complexidade química e competitividade do processo de crescimento do diamante CVD, com representação das espécies químicas e reacções ocorridas [adaptado de 36]

O diamante CVD pode ser obtido por várias técnicas de deposição tais como filamento quente [37], chama de combustão [38], plasmas [39], entre outras [40].

A morfologia dos filmes depende dos gases utilizados e razão de gases, do pré-tratamento superficial efectuado no substrato e da temperatura do substrato [41].

## **2.2. Tamanho de cristalite**

O tamanho de cristalite originado durante o crescimento do diamante CVD é variável, desde o grão microcristalino (ordem de  $\mu\text{m}$ ) até ao nanocristalino (5-100 nm) ou mesmo ultrananocristalino, UNCD (<5 nm) [42]. Os filmes de NCD e UNCD possuem uma rugosidade extremamente baixa (<20 nm) [43].

## **MCD**

Os filmes de diamante microcristalino (MCD – microcrystalline diamond) possuem elevada dureza, elevada condutividade térmica e inércia química. São, por isso, aplicáveis em várias áreas tais como electrónica, óptica, mecânica, entre outras. Estes filmes são geralmente crescidos a temperaturas de substrato na gama 800-1000 °C, exibindo elevada rugosidade com um tamanho de grão que pode atingir vários micrómetros [44].

O diamante microcristalino pode ser obtido utilizando uma baixa concentração da mistura de um hidrocarboneto em hidrogénio (normalmente 1%  $\text{CH}_4$  em  $\text{H}_2$ ), submetida a uma activação da fase gasosa por plasma, filamento quente, entre outros processos, originando elevadas temperaturas na fase gasosa (> 2000 °C) [24].

Nos filmes depositados por HFCVD verificou-se um menor tamanho de grão e maior dureza, quando comparados com filmes depositados por MPCVD (Micro-Wave Chemical Vapour Deposition), utilizando a mesma composição de gases. Utilizando a técnica HFCVD, bem como pré-tratamentos adequados, foi possível obter revestimentos em nitreto de silício com melhor adesão ao substrato, do que em outros cerâmicos e metais [25].

## NCD

Nos últimos anos tem vindo a crescer o interesse nos filmes de diamante nanocristalino, tanto na forma pura como em nanocompósitos de nanocristalites de diamante embebidas numa matriz de carbono amorfo (NCD/a-C), pois estes combinam as excelentes propriedades do diamante com uma baixa rugosidade superficial, ao contrário dos filmes MCD. Estes filmes podem ser depositados sobre vários substratos tais como o silício (mais usado), SiO<sub>2</sub>, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, Mo, a liga Ti-6Al-4V, WC-Co, entre outros [45].

Também os filmes de nanodiamante podem ser depositados a baixas pressões (1-100 mbar) a partir de misturas de hidrocarbonetos com hidrogénio por métodos CVD, tais como PECVD (*Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition*), HFCVD, MPCVD, *arc-jets*, entre outros [46]. As misturas de gases usadas para obtenção de filmes NCD podem ser H<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub>, Ar/H<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub>/N<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>/N<sub>2</sub>, citando apenas alguns exemplos [47].

### **2.3. A deposição química em fase vapor assistida por filamento quente, HFCVD**

A deposição de diamante por HFCVD, utilizada no presente trabalho, é amplamente referida na literatura [44,49-50].

A técnica de HFCVD permite o crescimento de filmes de diamante sobre grandes superfícies, através do uso de vários filamentos, e utilizando um equipamento de fácil manuseamento e de baixo custo, sendo uma técnica interessante para aplicação ao nível industrial [51]. Uma desvantagem desta técnica é o facto de se obterem baixas taxas de deposição, quando comparada com outros processos como o CVD assistido por plasma de micro-ondas (Microwave Plasma CVD, MPCVD [52].

O processo de crescimento dos filmes por HFCVD inicia-se quando uma mistura gasosa (reagentes) é introduzida no reactor. Essa mistura é normalmente composta por hidrogénio molecular, com pequenas percentagens de hidrocarbonetos. O metano é um dos hidrocarbonetos usados, com concentrações que variam entre 0,3 a 5% em volume. A mistura é activada através do filamento quente, onde os gases reagem para produzir as

espécies precursoras, responsáveis pelo crescimento. Aí acontece também a dissociação do hidrogénio molecular em hidrogénio atómico e a dissociação das espécies de hidrocarbonetos.

O filamento deve ser capaz de produzir hidrogénio atómico em grandes quantidades, a ponto de criar uma sobresaturação de hidrogénio atómico na região de crescimento, para que este possa estabilizar a superfície do diamante e fazer a erosão preferencial da grafite. Os reagentes podem atingir o substrato com uma combinação de processos de transporte como o fluxo convectivo ou fluxo difusivo.

Os radicais e outras espécies reagem sobre a superfície do substrato, iniciando o processo de crescimento do filme. Processos de adsorção e desorção química fazem o acoplamento das reacções de superfície e da fase gasosa. Através do processo de convecção algumas espécies são transportadas para as paredes do reactor [38,53].

O reactor de HFCVD utilizado no decorrer deste trabalho está esquematizado na Figura 6.

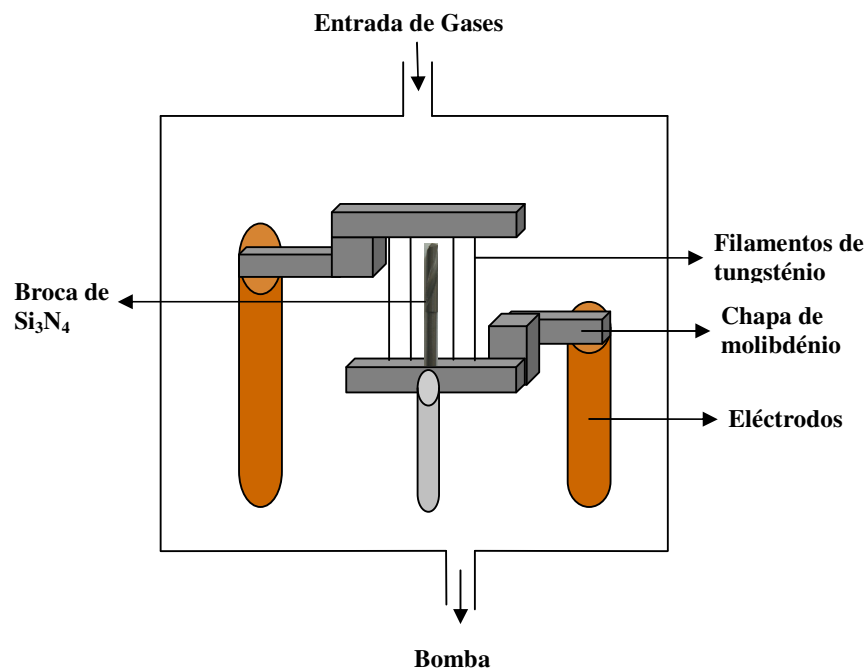


Figura 6: Esquema exemplificativo do reactor de HFCVD usado

Os filamentos utilizados no interior do reactor podem ser de tântalo [54], de tungsténio ou rénio [52]. O papel dos filamentos aquecidos é o de dissociarem o hidrogénio molecular em hidrogénio atómico. Este processo foi descoberto por Langmuir,

sendo depois desenvolvido por vários autores. Durante a deposição, os filamentos absorvem o metano do meio, ocorrendo a carburização dos filamentos, processo este que afecta a microestrutura do filamento e influencia a nucleação dos filmes de diamante [38].

A deposição dos filmes de diamante ocorre em dois estágios fundamentais: a nucleação e o crescimento [46].

### **2.3.1. Nucleação**

A densidade de nucleação de superfície pode ser definida como o número de núcleos crescidos por unidade de superfície do substrato [55], enquanto que a taxa de nucleação é definida como sendo o número de núcleos formados por unidade de superfície do substrato, por unidade de tempo. O fenómeno de nucleação é de fundamental importância na determinação das propriedades, morfologia, homogeneidade, adesão ao substrato e formação de defeitos do filme. Na maior parte dos métodos CVD, a nucleação em superfícies não-diamante é normalmente um processo difícil e lento [56].

A nucleação do diamante sobre silício tem vindo a ser estudada por vários autores [33,56,57] com o objectivo de diminuir o tamanho de grão do diamante, sem defeitos e contaminações, possibilitando o estudo dos fenómenos que ocorrem durante a formação do filme. O processo de nucleação pode ser acelerado aplicando uma diferença de potencial entre o substrato e a região de activação do reactor de crescimento. Este método é conhecido por BEN (Bias Enhanced Nucleation) [58-60].

Na década de 90 Yugo *et al* [61] foram dos primeiros investigadores a estudar este fenómeno, propondo um modelo para descrever o processo [62]. Um outro método que pode ser usado para aumentar a nucleação, mas que não tem sido muito explorado é a utilização de um reactor para descarga DC contendo uma atmosfera saturada de metano. Com este método, os iões de carbono são subimplantados no substrato antes de serem colocados no reactor de crescimento, tendo sido avaliada a sua acção na densidade de nucleação dos grãos de diamante, verificando-se que a densidade de nucleação aumentava [63].

Para além dos métodos atrás referidos, existem outros que têm como finalidade potenciar a nucleação do diamante nos substratos: abrasão com pó ou pasta de diamante,

banho de ultra-sons em suspensão de diamante, sementeira (*seeding*) com nanodiamante, revestimento prévio com grafite, carbono amorfo ou fulerenos e implantação iónica [64].

A nucleação do diamante não é um processo espontâneo, mas um fenómeno mediado por técnicas como as descritas anteriormente. Uma elevada taxa de nucleação no início do processo de deposição é fundamental para a obtenção rápida de um filme contínuo, para os filmes de diamante microcristalino. Nos filmes de NCD ocorre nucleação secundária apenas dependente dos parâmetros de processamento e não da densidade de nucleação inicial [65].

A nucleação do NCD é bastante diferente da do MCD. Tang *et al* verificaram que uma baixa taxa de nucleação resulta numa maior taxa de crescimento do filme de MCD, devido à menor competição entre o crescimento dos grãos [66], enquanto que Liu *et al* observaram o comportamento inverso no caso do NCD [67].

Para que ocorra formação de diamante nanocristalino em lugar do microcristalino é necessária uma elevada densidade de nucleação primária no substrato e uma elevada taxa de nucleação secundária do diamante no decorrer do processo. Esta elevada taxa de nucleação secundária reflecte-se na subestrutura dos nódulos (estrutura “couve-flor”), enquanto que no MCD se podem observar cristalites únicas facetadas resultantes do crescimento colunar, como se pode concluir analisando a Figura 7. Nos filmes NCD o tamanho de cristalite não aumenta com o aumento de espessura do filme, enquanto que para os filmes MCD o tamanho de cristalite aumenta à medida que o filme se torna mais espesso [24].

	Baixa densidade de nucleação Filmes finos	Baixa densidade de nucleação Filmes espessos	Elevada densidade de nucleação
Baixa taxa de nucleação secundária			
Elevada taxa de nucleação secundária			

Figura 7: Representação esquemática do crescimento do diamante em função da densidade de nucleação primária e da taxa de nucleação secundária [adaptado de 46]

### 2.3.2. Crescimento

#### *Hidrogénio*

O papel fundamental do hidrogénio no processo de formação do diamante CVD é o de suprimir a formação de espécies aromáticas. Minimizando a formação das espécies aromáticas inibe-se a formação e crescimento de fases grafíticas na superfície de deposição, melhorando assim a qualidade do filme de diamante [68].

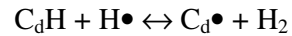
O hidrogénio é muito importante na obtenção de um filme de diamante de boa qualidade, pois induz um aumento na taxa de crescimento e reduz a deposição de grafite. A formação do hidrogénio atómico perto da superfície do filamento é uma reacção fortemente endotérmica, enquanto que a recombinação do hidrogénio atómico na superfície do substrato é altamente exotérmica. Assim, o hidrogénio atómico actua como portador de calor do filamento para a superfície de crescimento, ou seja, o substrato [36].

Os modelos para o crescimento do diamante CVD compreendem as reacções da superfície do material com o hidrogénio atómico, os radicais e as moléculas de hidrocarbonetos e o hidrogénio molecular. As reacções que fazem parte deste processo

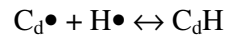


podem-se resumir como mostrado a seguir, onde  $C_d\bullet$  representa uma posição activa e  $C_dH$  representa uma ligação de superfície que termina em hidrogénio:

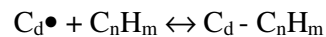
- 1) abstracção do hidrogénio na superfície:



- 2) recombinação do hidrogénio atómico da fase gasosa com as posições activas:



- 3) adição da espécie de crescimento, que pode ser um radical ( $CH_3\bullet$ ) ou uma molécula ( $C_2H_2$ )



Os processos de abstracção e recombinação do hidrogénio na superfície, descritos por (1) e (2), promovem um processo rápido de transformação de  $H\bullet$  em  $H_2$ . Este processo é responsável por um alto consumo de hidrogénio atómico e participa na determinação das espécies na região do substrato, em especial do  $CH_3\bullet$  e do  $H\bullet$  [38,52].

### ***Oxigénio***

Embora seja defendido por alguns autores que a adição de oxigénio aumenta a qualidade dos filmes de diamante e a taxa de deposição, a temperaturas mais baixas [42] esta opinião não gera consenso. Os principais papéis atribuídos ao oxigénio são [69]:

- redução na quantidade de acetileno, considerado um precursor da grafite e do carbono amorfo;
- redução da fracção molar inicial do hidrocarboneto;
- oxidação do carbono não-diamante através de O e  $O_2$  ou por OH;
- aumento da concentração dos átomos de hidrogénio;
- remoção dos hidrocarbonetos aromáticos na fase gasosa.

### ***Os gases inertes e a mistura de gases***

Além dos gases reactivos, são também usados gases inertes no crescimento de filmes de diamante CVD. O árgon é frequentemente usado, combinado com o metano e hidrogénio, para melhorar a estabilidade do plasma [38]. A mistura de gases (Ar-H<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>) permite a deposição dos filmes de NCD (por HFCVD e MPCVD) a temperaturas baixas, na gama 800-950 °C [70].

O aumento da razão CH<sub>4</sub>/H<sub>2</sub> parece favorecer a nucleação secundária do diamante, favorecendo o aparecimento de diamante de tamanho nanométrico [71]. O árgon pode inibir o crescimento facetado do diamante após a nucleação, permitindo a formação de novos centros de crescimento e aumentando a taxa de renucleação do diamante, evitando-se assim o indesejado crescimento colunar. Mas, a partir de uma determinada razão de CH<sub>4</sub>/H<sub>2</sub> poderá ocorrer formação de grafite que impede a nucleação do diamante [72].

#### **2.4. Revestimentos em bicamada MCD/NCD**

Neste trabalho pretendem-se revestir brocas de cerâmicos à base e nitreto de silício com uma bicamada de diamante, iniciada pela deposição de diamante microcristalino e tendo como camada de topo o diamante nanocristalino.

Em trabalhos anteriores foi já provada a excelente adesão do diamante microcristalino depositado por CVD em substratos à base de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, devido ao facto de o cerâmico e o diamante possuírem coeficientes de expansão térmica similares e também compatibilidade química [73]. Recentemente foram também desenvolvidos filmes de diamante nanocristalino com o objectivo de diminuir a rugosidade superficial e obter um baixo coeficiente de atrito [74].

A deposição de uma camada de NCD após a camada de MCD irá inibir o crescimento excessivo dos grãos de MCD, permitindo também a diminuição da rugosidade superficial. Uma vantagem adicional é o aumento da tenacidade à fractura que pode ser alcançado controlando criteriosamente a interface entre camadas. Assim, obter-se-ão revestimentos que podem ser aplicados em diversas áreas, tais como as ferramentas de corte [75]. Kadlecková *et al* realizaram estudos de multicamadas em substratos de Si por

MWCVD e WC-Co por HFCVD, variando o tamanho de grão do diamante microcristalino e terminando a superfície com diamante nanocristalino [76].

Existem diversas formas de aumentar a tenacidade dos revestimentos, em particular da fase dúctil por reforço ou favorecimento do deslizamento das fronteiras de grão, pela variação sequencial da composição e estrutura, pelo design de multicamadas, pela introdução de nanotubos de carbono, por mecanismos de tenacificação por transformação de fases e finalmente com introdução de tensões de natureza compressiva [77].

O uso de multicamadas é uma das poucas abordagens compatíveis com os processos contínuos de diamante CVD, pois é possível ajustar a composição, estrutura e tensão residual através da alteração das condições de deposição e da espessura da intercâmara [78]. As interfaces formadas por este processo actuam como deflectoras das fissuras, atrasando a sua propagação e aumentando a tenacidade à fractura dos revestimentos compósitos. Multicamadas semelhantes de diamante de grão fino e de granulação grosseira mostraram um aumento da resistência mecânica ao impacto devido à reduzida propagação de fissuras [79].

É vantajoso que a superfície de trabalho de diamante nos filmes compostos por multicamadas seja terminada com uma camada de NCD, que apresenta melhor comportamento tribológico do que os filmes de diamante mais rugosos. A utilização de HFCVD para deposição de multicamadas, baseada na utilização de um *bias* negativo aplicado ao substrato relativamente ao filamento foi testada por Vojs *et al*, obtendo-se um revestimento multicamada onde as camadas de diamante exibem propriedades distintas devido às suas estruturas morfológicas [80]. Estes filmes compósitos de multicamadas exibem uma excelente adesão ao substrato e melhor resistência ao desgaste, quando comparados com os revestimentos microestruturados de uma só camada e maior rugosidade.

## **2.5. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> como substrato para a bicamada MCD/NCD**

Os filmes de diamante são normalmente crescidos a temperaturas entre 900 e 1200 K. O diamante possui um coeficiente de expansão térmica baixo ( $0,8 \times 10^{-6} < \alpha < 4,5 \times 10^{-6}$  a

$20 < T < 1500$  °C), semelhante ao dos substratos onde é comumente depositado, como o Si ( $2,6 \times 10^{-6} < \alpha < 4,1 \times 10^{-6}$  a  $20 < T < 1073$  °C) [81]. O  $\text{Si}_3\text{N}_4$  possui um coeficiente de expansão térmica próximo do diamante ( $2,9 \times 10^{-6} < \alpha < 3,6 \times 10^{-6}$  a  $20 < T < 1500$  °C) [72], o que é um factor crucial para a adesão do filme a substrato. A análise por Difracção de raios-X mostra que as tensões intrínsecas dos filmes de MCD sobre  $\text{Si}_3\text{N}_4$  são aproximadamente zero ( $\sim 0,15$  GPa), o que é corroborado por um desvio negligenciável do pico de diamante na análise por espectroscopia  $\mu$ -Raman [82].

Na literatura é possível encontrar trabalhos referentes à deposição de NCD sobre substratos à base de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [83,84]. Filmes densos e homogéneos de NCD com cristalites de 28 nm foram produzidos por HFCVD a uma elevada taxa de deposição de  $1,6 \mu\text{m h}^{-1}$ , sobre substratos de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [85].

## 2.6. Diamante como biomaterial

A boa biocompatibilidade e a facilidade de funcionalização fazem com que o diamante seja um excelente material para utilização em biociência e tecnologia. O NCD e o UNCD (UltraNano Crystalline Diamond) provaram já ser substratos importantes para biosensores e aplicações biomédicas [44].

O diamante apresenta compatibilidade biológica, devido ao carbono da sua estrutura, podendo ser usado como revestimento em próteses para implantes ortopédicos e odontológicos [86].

Esta compatibilidade biológica deve-se ao facto de o carbono estar presente nos tecidos de todas as plantas e animais. Estes tecidos são compostos por elementos agrupados em cadeias e anéis formados por átomos de carbono. Para que um material possa ser introduzido no corpo humano, deve obedecer aos seguintes requisitos [87]:

- biocompatibilidade (hemocompatibilidade e histocompatibilidade): não ocorrer destruição dos tecidos devido ao implante;
- estabilidade química: o implante não sofre degradação na presença dos agentes externos presentes no meio, tais como álcool, esterilizantes, etc;
- bioestabilidade: o implante não se degradada pelas interações com o meio fisiológico;

- o sistema implante/material deve assegurar excelente adesão e propriedades mecânicas adequadas.

Os filmes de NCD, depositados por MPCVD, são também usados em implantes temporomandibulares [88]. A viabilidade de um implante temporomandibular de titânio revestido com três camadas (NCD/MCD/NCD) foi também alvo de estudo [89]. Outra aplicação para o NCD é o revestimento de material cirúrgico, nomeadamente bisturis para cirurgia oftalmológica, possuindo uma aresta de corte até duas vezes mais afiada que os bisturis de aço, resultando em maior controlo do corte por parte do cirurgião e maior rapidez na cicatrização da incisão do paciente [90].

A topografia do NCD é similar à rugosidade superficial do osso [90]. Além disto, o NCD apresenta maior resistência à colonização bacteriana, quando comparado com o aço e o titânio, o que é um factor muito importante pois as infecções resultantes do processo de implantação são um grave problema clínico.

Amaral *et al* utilizaram filmes densos e homogêneos de NCD crescidos por HFCVD sobre substratos bioinertes à base de nitreto de silício e verificaram que o NCD é uma superfície adequada para a adesão, alastramento e proliferação da linha de células fibroblásticas L929 bem como para as células fibroblásticas normais da gengiva humana [91]. O estudo revela também a ausência de toxicidade do revestimento. Assim, aliando a biocompatibilidade celular com as excelentes características físico-químicas do NCD, pode-se considerar este revestimento como promissor para aplicação no domínio da biomedicina dentária.

Outro estudo do mesmo grupo demonstrou que os filmes de diamante nanocristalino induzem a proliferação osteoblástica e estimulam actividades metabólicas específicas tais como a actividade ALP e a mineralização da matriz. Estas características de biocompatibilidade e bioactividade sugerem o NCD como um revestimento adequado em aplicações ortopédicas [92].

## Referências Capítulo I

- [1] Cranin A.N., Lemons J.E., Dental Implants. In: Biomaterials Science, An Introduction to Materials in Medicine, Second Edition, Ratner B.D., Hoffmann A.S., Schoen F.J., Lemons J.E. editors, Elsevier Academic Press, 2004
- [2] Lee J-H, Frias V., Lee K-W, Wright R.F., The Journal of Prosthetic Dentistry, 94 (2005) 377-81
- [3] Pires J.N., Caramelo F.J., Brito P., Santos J., Botelho M.F., Industrial Robot: An International Journal, 33/5 (2006) 373-380
- [4] Block M.S., Achong R.M., Osseointegration. In: Principles of Oral and Maxillofacial Surgery, Second Edition, Volume 1, Miloro M. editor, BC Decker Inc., 2004
- [5] Adaptado de [www.croi.com.br/img-especialidades](http://www.croi.com.br/img-especialidades), 18/3/2008
- [6] Garg A.K., BONE: Biology, Harvesting, Grafting for Dental Implants, Quintessence Publishing Co, Inc., 2004
- [7] Beirne O.R., Osseointegrated Implant Systems. In: Principles of Oral and Maxillofacial Surgery, Volume 2, J.B. Lippincott Company, Philadelphia, 1992
- [8] McGlumphy A., Larsen P.E., Contemporary Implant Dentistry, chapter 14. In: Contemporary Oral and Maxillofacial Surgery, 4<sup>th</sup> edition, Peterson L.J. editor, Mosby, 2003
- [9] Wang A., Sun D.C., Stark C., Dumbleton J.H., Wear 181-183 (1995) 241-249
- [10] Sargeant A., Goswami T., Materials and Design 27 (2006) 287-307
- [11] Miller A.J, Maki K., Hatcher D.C., American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics, 2004
- [12] [www.afh.bio.br/sustenta/img/crânio.gif](http://www.afh.bio.br/sustenta/img/crânio.gif), 10/4/2008
- [13] Adaptado de [http://www.actiradentes.com.br/revista/2007/textos/2RevistaATO-Interpretacao\\_radiografica\\_canal\\_mandibular-2007.pdf](http://www.actiradentes.com.br/revista/2007/textos/2RevistaATO-Interpretacao_radiografica_canal_mandibular-2007.pdf), Tiago Palloni Valarelli, Monografia para conclusão do Curso de Residência em Cirurgia e Traumatologia Buco Maxilo Facial, “Interpretação Radiográfica do Canal Mandibular em Radiografias Panorâmicas”, (2007)
- [14] [www.afh.bio.br](http://www.afh.bio.br), 10/4/2008
- [15] Adaptado de <http://www.inf.ufrgs.br/cg/publications/mbvillamil/WIM2005.pdf>, Villamil M.B., Luciana P. Nedel L.P., Freitas C.S., Machado R.A., Silveira R.L., Silva

---

A.M.M., Simulação do Movimento da Mandíbula e Comportamento da Articulação Temporomandibular, 12/4/2008

[16] Ercoli C., Funkenbusch P.D., Lee H.J., Moss M.E., Graser G.N., J Oral Maxillofac Surg. 19(3) (2004) 335 - 349

[17] Karmani S., Current Orthopaedics 20 (2006) 52-58

[18] Block M.S., Achong R.M., Osseointegration, Chapter 10. In: Principles of Oral and Maxillofacial Surgery, Segunda Edição, Volume 1, Miloro M. editor, BC Decker Inc., London, 2004

[19] Chacon G.E., Bower D.L., Larsen P.E., McGlumphy E.A., Beck F.M., Int J Oral Maxillofac Implants 64(2) (2006) 265 - 269

[20] Allan W., Williams E.D., Kerawala C.J., Br J Oral Maxillofac Surg. 43(4) (2005) 314 – 319

[21] Malak S.F.F., Anderson I.A., Medical Engineering & Physics, (2008) Article in Press

[22] Di Matteo R.C., Villa N., Sendyk W.R., Rev. Dent. Press Ortodont. Ortop. Facial 10(4) 2005

[23] McGlumphy A., Larsen P.E., Contemporary Implant dentistry, Chapter 14. In: Contemporary Oral and Maxillofacial Surgery, Fourth edition, Peterson L.J. Editor, Mosby, 2003

[24] Kulisch W., Popov C., Phys. Stat. Sol. (a) 203, 2(2006), 203-219

[25] Bull S.J., Diamond and Related Materials, 4 (1995) 827-836

[26] Silva L.L.G., Mendes R.C., Corat E.J., Trava-Airoldi V.J., Leite N.F., Iha K, Materials Research, 2 (1999) 99-103

[27] Ferreira N.G., Mendonça L.L., Trava-Airoldi V.J., Rosolen J.M., Diamond and Related Materials, 12 (2003) 596-600

[28] Argoitia A., Kovach C.S., Angus J.C., Hot-Filament CVD Methods. In Handbook of Industrial Diamond and Diamond and Diamond Films, Prelas M, Popovici G., Bigelow L.K. editors, New York, Marcel Dekker,1998

[29] Williams O.A., Jackman R.B., Nobel C., Foord J.S., Diamond and Related Materials, 11 (2002) 396-399

[30] Adamschik M., Hinz M., Maier C., Schimid P., Selinger H., Hofer E.P., Kohn E., Diamond and Related Materials, 10 (2001)722-730

- [31] Gouzman I., Shima-Edelstein R., Comtet G., Hellenr L., Dujardin G., Roter S., Hoffman A., *Diamond and Related Materials*, 8 (1999) 132-138
- [32] Lin C.R., Kuo C.T., *Surface and Coatings Technology*, 110 (1998) 19-23
- [33] Choy K.L., *Progress in Materials Science* 48 (2003) 57
- [34] Tjong S.C., Chen H., *Materials Science and Engineering R* 45 (2004) 1-88
- [35] Anthony T.R., *Diamond and Related Materials* 6 (1997) 1707-1715
- [36] Spear K.E., Dismukes J.P., *Synthetic Diamond: emerging CVD Science and Technology*, John Wiley and Sons, New York, 1994
- [37] Zimmerman T., Janischowsky K., Denisenko A., Hernández Guillén F.J., Kubovic M., Gruen D.M., Kohn E., *Diamond and Related Materials* 15 (2006) 203-206
- [38] Ravi K.V., Koch C.A., Hu H.S., Joshi A., *Journal of Materials Research*, 5 (1990) 2356-2566
- [39] Liou Y., Inspektor A., Weimer R., Messier R., *Applied Physics Letters*, 55 (1989) 631-633
- [40] Lee S.T., Lin Z., Jiang X., *Materials Science and Engineering*, 25 (1999) 129-154
- [41] Hao T., Zhang H., Shi C., Han G., *Surface and Coatings Technology*, 201 (2006) 801-806
- [42] Liu X., Klauser F., Memmel N., Bertel E., Pichler T., Knupfer M., Kromka A., Steinmüller-Nethl D., *Diamond and Related Materials* 16 (2007) 1463-1470
- [43] Almeida F.A., Amaral M., Oliveira F.J., Silva R.F., *Diamond and Related Materials* 15 (2006) 2029-2034
- [44] Popov C., Bliznakov S., Kulisch W., *Diamond and Related Materials* 16 (2007) 740-743
- [45] Erdemir A., Frenske G.R., Krauss A.R., Gruen D.M., McCauley T., Csencsits R.T., *Surface and Coatings Technology* 120-121 (1999) 565-572
- [46] Kim Y.K., Lee K.H., Lee M.J., Lee J.Y., *Thin Solid Films*, 341 (1999) 211-215
- [47] Neto M.A., Fernandes A.J.S., Silva R.F., Costa F.M., *Diamond and Related Materials* (2008) article in press
- [48] Shin S., Hwang N. M., Kim D., *Diamond and related Materials* 11 (2002) 1337-1343



- [49] Liang X., Wang L., Zhu H., Yang D., Surface and Coatings Technology (2007) article in press
- [50] Soto G., Silva G., Contreras O., Surface and Coatings Technology 201 (2006) 2733-2740
- [51] Hao T., Zhang H., Shi C., Han G., Surface and Coatings Technology, 201 (2006) 801-806
- [52] Qi X., Chen Z., Wang Z., Journal of Materials Science and Technology 19 (2003) 235-239
- [53] Wang S.G., Zhang Q., Yoon S.F., Ahn J., Wang Q., Yang D.J., Huang Q.F., Rusli W.Z., Tang W.Z., Lu F.X., Diamond and Related Materials 11 (2002) 1683-1689
- [54] Liu H., Dandy D.S., Diamond and Related Materials 4 (1995) 1173-1188
- [55] Barros R.C.M., Corat E.J., Ferreira N.G., Souza T.M., Trava-Airoldi V.J., Leite N.F., Iha K., Diamond and Related Materials, 5 (1996) 1323-1332
- [56] Anger E., Gicquel A., Wang Z.Z., Ravet M.F., Diamond and Related Materials, 4 (1995) 759-764
- [57] Jiang X., Zhang W.J., Paul M., Klages C.P., Applied Physics Letters, 68 (1996)1927-1929
- [58] Sun C., Zhang W.J., Wang N., Chan C.Y., Bello I., Lee C.S., Lee S.T., Journal of Applied Physics, 88 (2000) 3354-3360
- [59] Chiang M.J., Hon M.H., Thin Solid Films, 389 (2001) 68-74
- [60] Yugo S., Semoto K., Hoshina K., Nakai H., Kimura T., Diamond and Related Materials, 4 (1995) 903-908
- [61] Yugo S., Semoto K., Nakamura N., Kimura T., Nakai H., Hashimoto M., Diamond and Related Materials, 6 (1997) 1047-1050
- [62] Sood D.K., Drawl W.R., Messier R., Surface and Coatings Technology, 51 (1992) 307-312
- [63] Hao T., Shi C., Diamond and Related Materials 13 (2004) 465-472
- [64] Cicala G., Bruno P., Bénédic F., Silva F., Hassouni K., Senesi G.S., Diamond and Related Materials 14 (2005) 421-425
- [65] Tang C.J., Neves A.J., Fernandes A.J.S., Diamond and Related Materials 12 (2003) 1488

- [66] Liu Y.K., Tso P.L., Lin I.N., Tzeng Y., Chen Y.C., *Diamond and Related Materials* 15 (2006) 234-238
- [67] Dandy D.S., Coltrin M.E., *Diamond Thin Films Handbook – Chapter 4*. In Asmussen J., Reinhard D. editors, *Diamond thin Films Handbook*, Marcel Dekker, Inc, 1996
- [68] Frenklach M., *Theory and Models for Nucleation and Growth of Diamond Films*. In *Diamond and Diamond-like Films and Coatings*, Clausing R.E, Horton L.L., Angus J.C., Koidl P. editors, 1992
- [69] Lin T., Yu G.Y., Wee T.S., Shen Z.X., Loh K.P., *Appl. Phys. Lett.* 77 (2000) 2692-2697
- [70] Chow L., Zhou D., Hussain A., *Thin Solid Films* 368 (2000) 193-197
- [71] Zhang Y.F., Zhang F., Gao Q.J., Peng X.F., Lin Z.D., *Diamond and Related Materials* 10 (2001) 1523-1525
- [72] Belmonte M., Fernandes A.J.S., Costa F.M., Oliveira F.J., Silva R.F., *Diamond and Related Materials* 12 (2003) 733-7379
- [73] Kim Y.K., Lee H.K. Lee M.J., *Thin Solid Films*, 341 (1999) 211-215
- [74] Amaral M, Oliveira F. J., Belmonte, M. Fernandes A. J. S., Costa. F. M., Silva R. F. *Surf. Eng.* 19 (2003) 410
- [75] Zhang S., Teixeira V., *Surf. Coat. Techn.* 198 (2005) 2
- [76] Kadleckova´ M. *et al* , *Optoelectronics Journal* 38 (2007) 20–23
- [77] Besson J.L., Rouxel T., Goursat P., *Scripta Materialia* Vol. 39, No. 10, pp. 1339-1343, 1998
- [78] S. Takeuchi, O. Sumitsugu, Murakawa M., *Thin Solid Films* 398 –399 (2001) 238;
- [79] Schafer L., Höfer M., Kröger R., *Thin Solid Films* 515 (2006) 1017
- [80] M. Vojs, Redhammer R., Janik J., Kadlecikova, M., Danis, T., Marton, M., Sutta P., *Diam. Relat. Mater.* 14 (2005) 613
- [81] Nakamura Y., Sakagami S., Amamoto Y, Watabe Y., *Thin Solid Films*, 308-309 (1997) 249-253
- [82] Soares M.R., Belmonte M., Silva R.F., *J. Appl. Phys.* 94 (2003) 5633
- [83] Amaral M., Fernandes A.J.S., Vila, M., Oliveira, F.J., Silva, R.F., *Diamond and Related Materials* 15 (2006) 1822-26

- [84] Nordsletten L., Hogasen A.K.M., Konttinen Y.T., Santavirta S., Aspenberg P., Aasen A.O., *Biomaterials*, 17 (1996) 1521-1527
- [85] Amaral M., Fernandes A.J.S., Oliveira, F.J., Silva, R.F *Thin Solid Films* 482 (2005) 232
- [86] Mitura K., Niedzielski P., Bartosz G., Moll J., Walkowiak B., Pawlowska Z., Louda P., Kieć-Świerczyńska, Mitura S., *Surface and Coatings Technology*, 201 (2006) 2117-2123
- [87] Fries M., Vohra Y.K., *Diamond and Related Materials* 13 (2004) 1740-1743
- [88] Papo M.J., *J. Mater. Sci., Mater. Med.* 15 (2004) 7
- [89] Hay R.A., Galimberti J.M., *Cutting and Wear Applications*. In *Handbook of Industrial Diamond and Diamond and Diamond Films*, Prelas M, Popovici G., Bigelow L.K. editors, New York, Marcel Dekker, 1998
- [90] Jakubowski W., Bartosz G., Witold Szymanski P.N., Walkowiak B., *Diamond and Related Materials* 13 (2004) 1761
- [91] Amaral M., Gomes P.S., Lopes M.A., Santos J.D., Silva R.F., Fernandes M.H., *Acta Biomaterialia* (2008) Article in Press
- [92] Amaral M., Dias A.G., Gomes P.S., Lopes M.A., Silva R.F., Santos J.D., Fernandes M.H., *Journal of Biomedical Materials Research* (2008), Article in Press



## Capítulo II

### Parte experimental e discussão de resultados



## 1. Produção das brocas de nitreto de silício, $\text{Si}_3\text{N}_4$

Numa fase inicial foram obtidos, por sinterização sem pressão, cerâmicos à base de nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) de elevada densidade e dureza.

Os cerâmicos resultam da mistura dos pós comerciais de  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  (Starck Grau M11) e dos aditivos de sinterização  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (Starck grau C) e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (ALCOA CT-3000SG) na proporção 89,3 / 7,0 / 3,7% pp., respectivamente. A mistura de pós foi realizada em cubas de ágata no moinho planetário (Retsch PM 400), utilizando a via húmida (isopropanol), com bolas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  durante 8 horas. A suspensão obtida foi crivada para desaglomeração e seca em estufa.

O pó obtido foi peneirado com malha de abertura 100  $\mu\text{m}$  (mesh 140), seguida de prensagem uniaxial (30 MPa) e isostática (200 MPa), obtendo-se pastilhas de aproximadamente 60 mm de diâmetro e 5 mm de espessura.

A sinterização sem pressão foi efectuada em forno de grafite (Thermal Technologies Inc.) a 1750°C, à pressão atmosférica. O ciclo de sinterização é descrito na Figura 1.

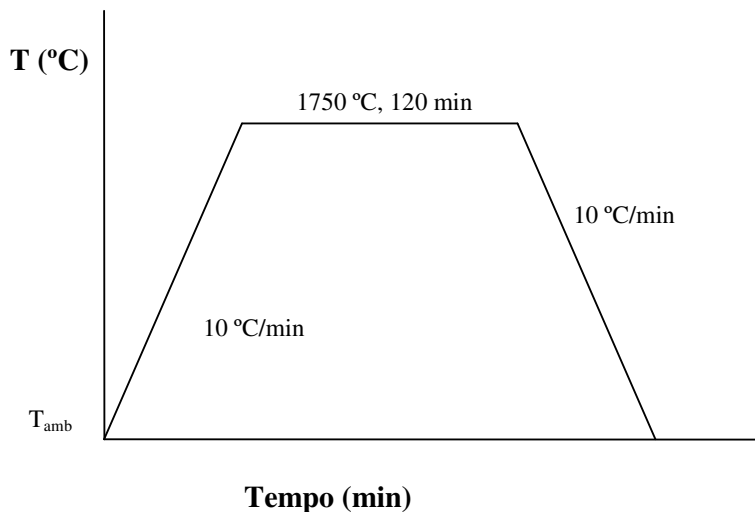


Figura 1: Ciclo de sinterização dos cerâmicos de nitreto de silício

A densidade das amostras obtidas após a sinterização foi determinada pelo método de imersão, utilizando a equação de Arquimedes:

$$d = \frac{P_{\text{seco}}}{P_{\text{seco}} - P_{\text{imerso}}} \times d_e \quad (\text{Eq.1})$$

onde  $d$  é a densidade ( $\text{g/cm}^3$ ),  $P_{\text{seco}}$  o peso da amostra na balança,  $P_{\text{imerso}}$  o peso da amostra imersa e  $d_e$  a densidade do etilenoglicol ( $1,11 \text{ g/cm}^3$ ).

As amostras foram pesadas numa balança digital (A&D Instruments Lda., GR-200-EC), com uma resolução de 0,0001 g. A densificação das amostras é avaliada pela seguinte equação:

$$\rho = \frac{d}{d_t} \times 100 \% \quad (\text{Eq. 2})$$

em que  $\rho$  é a densidade relativa das amostras,  $d_t$  a densidade teórica da mistura de pós ( $3,2540 \text{ g/cm}^3$ ) e  $d$  a densidade das amostras calculada pela Equação de Arquimedes. O processamento descrito acima permite obter amostras completamente densas ( $> 99\%$ ).

A pastilha de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> foi cortada em paralelepípedos de aproximadamente 7,5 mm de largura, que foram posteriormente maquinados até à forma final de uma broca, com dimensões idênticas à broca comercial de aço AISI 420 utilizada como referência (Figura 2).

A composição química do aço é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1: Composição química nominal do aço AISI 420 (% em massa)

<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>V</b>	<b>N</b>	<b>P</b>	<b>S</b>
0,40	0,50	0,95	13,50	0,21	0,27	0,0350	0,0027	0,001

As dimensões das brocas são: 3,2 cm de altura, tendo a haste um diâmetro de 2,3 mm e a hélice de 3 mm (Figura 2).

A maquinagem dos cerâmicos foi efectuada pela empresa AFIPRE – Afiamentos de Precisão (Vila Nova de Famalicão).





Figura 2: Broca de nitreto de silício (esquerda) e broca comercial de aço (direita) usada como modelo

## 2. Tratamento superficial das brocas de $\text{Si}_3\text{N}_4$

Antes de efectuar o revestimento das brocas com os filmes de diamante CVD foi executado um tratamento superficial das mesmas, que se processou em duas fases.

Na primeira fase foi efectuado um ataque por plasma de  $\text{CF}_4$  (*Plasma Etching*, PE) com um gerador rf de 13,56 MHz (Emitech K1050X, Emitech Ltd, U.K.) com o objectivo de promover a adesão do filme ao substrato. Neste procedimento, os grãos de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  são atacados pelos aniões  $\text{F}^-$  provenientes da descarga do plasma de  $\text{CF}_4$ , revelando a microestrutura do material.

O tratamento por PE é fundamental em vários processos de fabrico que utilizam dispositivos com filmes de silício ou outros filmes para electrónica, sistemas microelectromecânicos (MEMS) e também para o fabrico de semicondutores [1,2].

O controlo das espécies criadas no plasma e a sua uniformidade espacial, bem como a estabilidade das condições no interior do equipamento, e o efeito que as espécies produzidas têm quando colidem com a superfície do substrato, são os pontos-chave deste processo [1]. Com esta técnica o tempo de processamento é curto e evitam-se os produtos químicos (líquidos) usados nos processos tradicionais [2].

Efectuando um ataque por PE durante 5 minutos é possível visualizar por SEM a microestrutura do cerâmico à base de nitreto de silício utilizado neste trabalho (Figura 3). Na Figura 3 é possível observar os grãos alongados de  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ , rodeados de fase intergranular maioritariamente amorfa [3]. Este tipo de morfologia dos grãos é responsável pela tenacidade à fractura e resistência mecânica do cerâmico [4]. O cerâmico utilizado apresenta uma dureza de 15,5 GPa e tenacidade à fractura de  $6,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  [5].

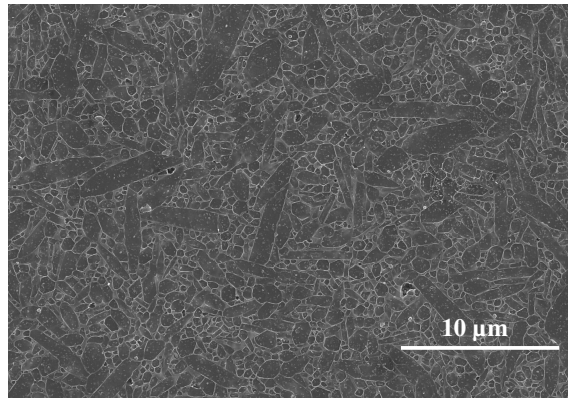


Figura 3: Micrografia SEM do cerâmico, revelando os grãos alongados do  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  após PE de 5 minutos

Após o ataque durante quinze minutos, observa-se por SEM (Figura 4), que os grãos de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  são preferencialmente atacados ocorrendo remoção da sílica superficial e afundamento dos grãos com activação da sua superfície [6], obtendo-se desta forma um aumento da rugosidade superficial.

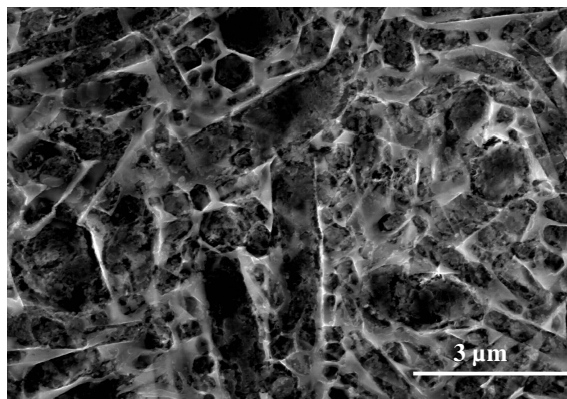


Figura 4: Micrografia SEM da superfície do cerâmico atacada por PE durante 15 minutos

Os parâmetros utilizados para o PE encontram-se resumidos na Tabela 2. Considerou-se que a rugosidade superficial adequada para posterior deposição da bicamada de diamante (Figura 4) foi a obtida com um tempo de ataque de 15 minutos.

Tabela 2: Parâmetros de ataque por plasma de CF<sub>4</sub> utilizados

<b>Ataque por Plasma de CF<sub>4</sub></b>	
<b>Potência RF (W)</b>	100
<b>Tempo de ataque (min)</b>	5 /15
<b>Pressão (mbar)</b>	6x10 <sup>-1</sup>

A segunda fase é a riscagem (*scratching*) da superfície das brocas com suspensão de diamante (0,5-1 µm) em pó em n-hexano, em banho de ultra-sons durante uma hora, para favorecer a nucleação do diamante durante a deposição. Durante este processo ocorre um aumento da rugosidade e necessariamente da superfície específica do substrato, e também a incrustação no substrato de pequenas partículas de diamante que constituirão sementes (*seeds*) de nucleação.

A riscagem com suspensão de diamante é largamente referida na literatura [7,8] como sendo uma técnica eficaz para promover a densidade de nucleação do diamante durante o processo de deposição. É uma técnica que pode ser usada em materiais condutores, semi-condutores e isoladores, enquanto que outras técnicas como a aplicação de um *bias* negativo ao substrato apenas podem ser utilizadas em substratos condutores e semicondutores [9].

Esta técnica apresenta vantagens como o facto de se obter uma morfologia mais homogênea em toda a superfície de deposição [10].

Uma característica deste método é o facto de diminuir a transmitância do filme de diamante, pois provoca danos na superfície do substrato [11], o que não é um factor crucial para a aplicação em foco neste trabalho.

### 3. Produção de brocas revestidas com filmes de diamante

#### 3.1. Deposição da bicamada de diamante por HFCVD

As brocas cerâmicas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  foram revestidas por Deposição Química em fase Vapor assistida por Filamento Quente (HFCVD) (Figura 5) com uma bicamada de diamante microcristalino/ nanocristalino (MCD/NCD) iniciada com a deposição por um período de quatro horas de MCD. Este tipo de filmes garante uma excelente adesão ao substrato que pode ser explicada pela quase ausência de fases não-diamante que resultam em elevada dureza [12], apresentando no entanto uma maior rugosidade superficial ( $\text{RMS}=0,55 \mu\text{m}$  para uma espessura de  $\sim 20 \mu\text{m}$ ), quando comparado com os filmes de diamante nanocristalino ( $\text{RMS}\sim 0,20 \mu\text{m}$  para uma espessura de  $\sim 13 \mu\text{m}$ ) [13]. A deposição de NCD foi efectuada por um período de seis horas.



Figura 5: Equipamento de HFCVD usado (Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro, Aveiro)

Os parâmetros de deposição de diamante MCD e NCD por HFCVD sobre cerâmicos à base de nitreto de silício encontram-se otimizados para geometrias planas [13,14] mas, dada a complexa geometria das brocas, o grande desafio que se colocou foi a

alteração da configuração de filamentos - posição, número e disposição espacial – no interior do reactor, por forma a obter revestimentos densos e homogêneos em toda a superfície das brocas.

Com esse propósito foi concebida uma estrutura em molibdénio para suporte dos filamentos de tungsténio ( $\varnothing=0,25$  mm), colocados na vertical e igualmente espaçados em redor do centro do reactor, onde estava colocada a broca a depositar. Acima da estrutura de molibdénio encontra-se a entrada de gases (Figura 6). Foram efectuados vários testes para estabelecer o número de filamentos adequado, chegando-se a um valor final de quatro filamentos. Existem registos na literatura onde são utilizados reactores de HFCVD para deposição de filmes de diamante sobre brocas dentárias, que corroboram os resultados atingidos com este trabalho no sentido de que os filamentos verticais melhoram a distribuição térmica em torno da broca, asseguram a uniformidade do filme de diamante e melhoram a adesão do filme [15,16].

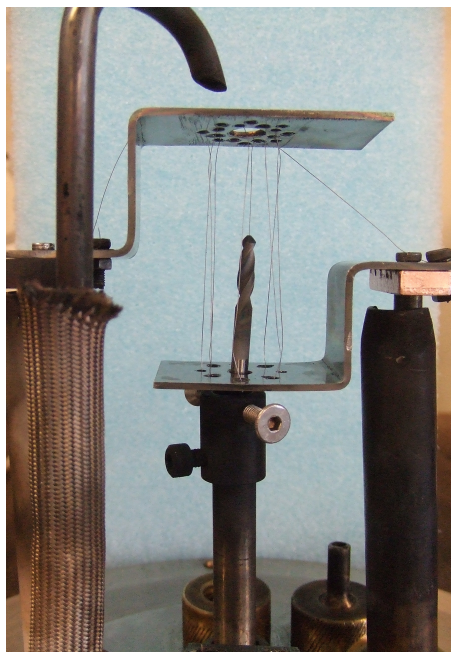


Figura 6: Interior do reactor de HFCVD com estrutura de molibdénio suportando os filamentos verticais de tungsténio para deposição da broca de  $\text{Si}_3\text{N}_4$

Os parâmetros de deposição utilizados para o diamante microcristalino [13] e nanocristalino [14] encontram-se na Tabela 3. A temperatura de filamento utilizada (2050

°C) é inferior ao valor das condições usadas como referência (2300 °C), devido à alteração da posição (horizontal para vertical) e disposição espacial no interior do reactor. Para geometrias planas, acima de 2300 °C ocorre grafitação na superfície do substrato, ao invés da formação do filme de diamante. Na configuração de revestimento de brocas a grafitação ocorre para temperaturas de filamento acima de 2100 °C.

Tabela 3: Parâmetros de deposição dos filmes de diamante MCD e NCD

Diamante	Tempo (horas)	CH <sub>4</sub> /H <sub>2</sub> (%vol.)	Ar/H <sub>2</sub> (%vol.)	Fluxo de gás (sccm)	Pressão total (mbar)	Temperatura filamento (°C)
MCD	4	0,02	-	100	25	2050
NCD	6	0,04	0,1	50	50	

### 3.2. Caracterização das brocas revestidas com diamante CVD

Depois de depositados, os filmes foram caracterizados microestruturalmente por SEM e espectroscopia Raman. Por microscopia de varrimento foi possível avaliar a espessura do filme depositado, composta pelo filme de diamante microcristalino e pelo filme de diamante nanocristalino. A espessura total obtida é de aproximadamente 4 µm, sendo a contribuição do MCD de ~1,5 µm e a do NCD de ~2,5 µm, apesar de não ser completamente perceptível nas imagens SEM obtidas (Figura 7).

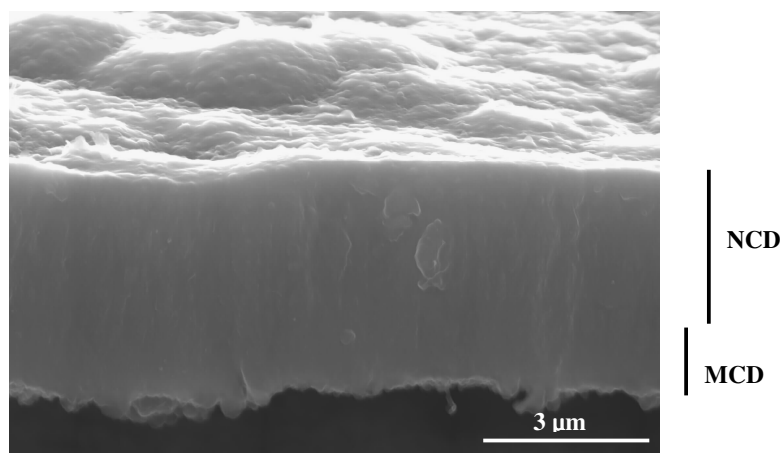


Figura 7: Micrografia SEM em secção transversal típica dos filmes depositados

Na Figura 8 é possível observar uma broca de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  depositada com a bicamada MCD/NCD (Fig. 8.a) e nas micrografias 8.b)c)d) é possível observar a densidade e homogeneidade do filme de NCD depositado exteriormente ao longo da broca.

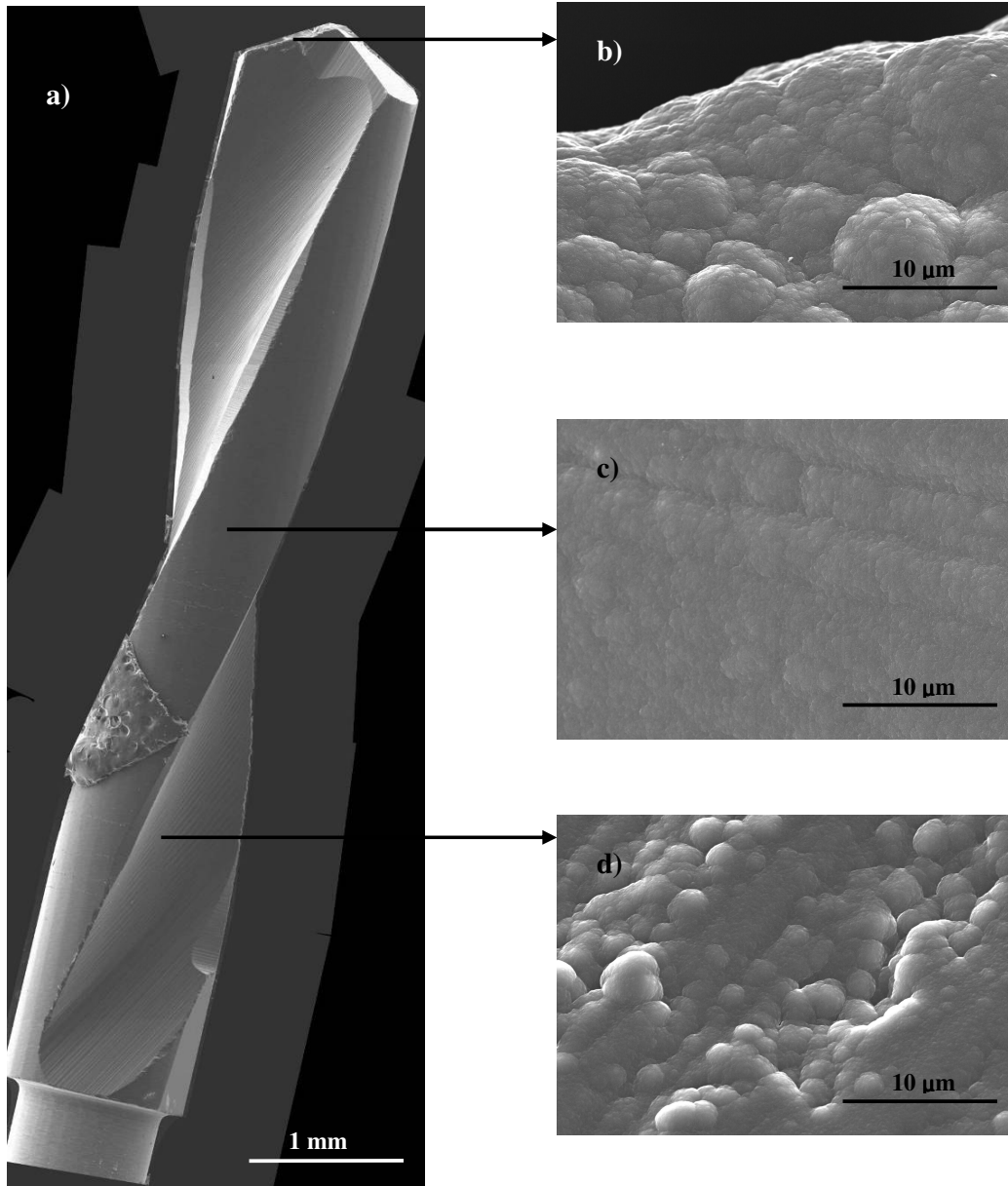


Figura 8: Micrografias SEM do revestimento de diamante nanocristalino na superfície das brocas: (a) vista geral da broca revestida; ampliações mostrando o filme de NCD na aresta (b) na face externa da broca (c) e na face interior perto da haste (d)

A figura obtida por espectroscopia Raman (514 nm) permite observar o pico correspondente ao diamante aproximadamente a  $1332\text{ cm}^{-1}$  (Figura 9).

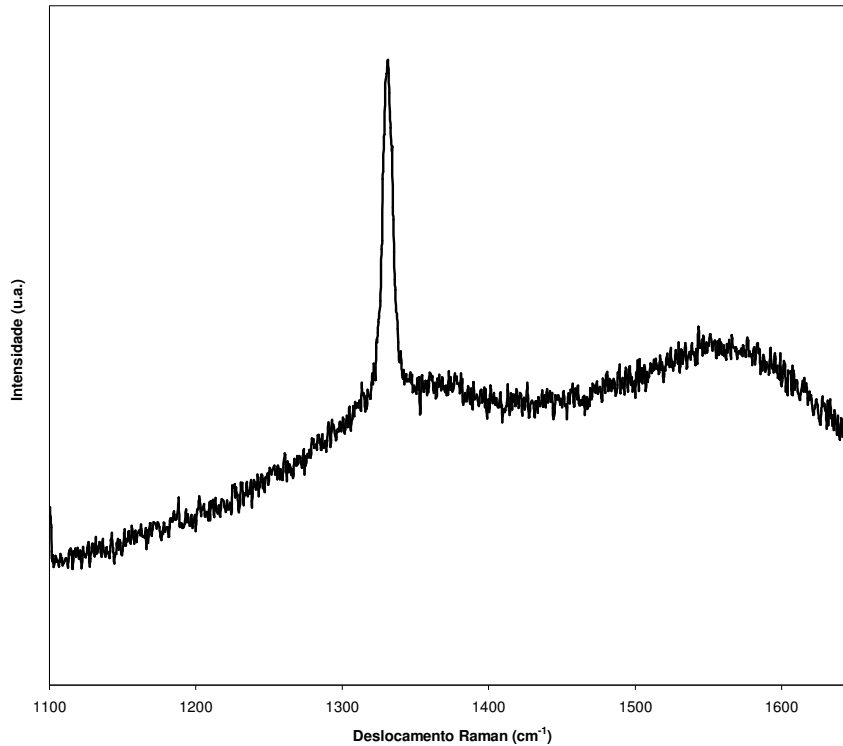


Figura 9: Espectro Raman do filme de MCD/NCD depositado por HFCVD

Tipicamente, as bandas D e G características da grafite localizam-se em  $1350$  e  $1580\text{ cm}^{-1}$ , respectivamente, enquanto que as bandas localizada em torno de  $1150\text{ cm}^{-1}$  e  $1470\text{ cm}^{-1}$  são atribuídas ao transpoliacetileno, normalmente associado aos filmes de NCD [17-19].

Dado que a bicamada resultou num filme muito fino ( $\sim 4\text{ }\mu\text{m}$ ), o espectro obtido mostra uma sobreposição entre as características típicas do filme de MCD com as do filme de NCD.



#### 4. Teste das ferramentas odontológicas

Nesta secção comparam-se os resultados relativos ao comportamento das brocas de nitreto de silício revestidas a MCD/NCD com o de uma broca comercial de aço, através de testes de furação.

##### 4.1. Testes de furação

Com os ensaios de furação pretende-se simular a criação do defeito ósseo (cavidade) no leito implantar, onde posteriormente é colocado o implante dentário.

Para simular o osso mandibular humano foi utilizado um bloco polimérico (SAWBONES, ASTM F-1839) com duas zonas (Figura 10):

- interior em espuma rígida de poliuretano, similar ao osso trabecular ou esponjoso,
- camada externa de folhas de resina epoxídica reforçadas com E-Glass, similar ao osso compacto ou cortical

Na Tabela 4 apresentam-se as propriedades mecânicas destas duas zonas.

Tabela 4: Propriedades mecânicas do polímero usado

<b>Propriedades Mecânicas do Polímero</b>	<b>Similar Osso Trabecular</b>	<b>Similar Osso Cortical</b>
<b>Densidade (g/cc)</b>	0,64	1,7
<b>Resistência à compressão (MPa)</b>	32,6	120
<b>Módulo volúmico de elasticidade (MPa)</b>	876	7600
<b>Resistência à tracção (MPa)</b>	19,1	90
<b>Módulo de Young (MPa)</b>	659	12 400
<b>Resistência ao corte (MPa)</b>	14,6	-
<b>Módulo de distorção (MPa)</b>	247	-

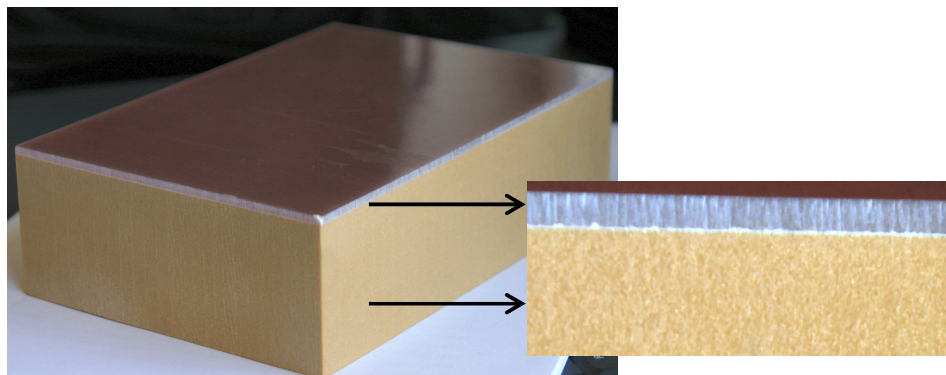


Figura 10: Vista do bloco polimérico evidenciando-se duas regiões: a de maior densidade (camada externa) e menor densidade (interior)

Os ensaios de furação foram efectuados a seco utilizando um berbequim de velocidade variável acoplado a uma máquina de ensaios mecânicos universal (Zwick /Roell Z020), sendo o controlo de temperatura efectuado por um medidor/registador de temperatura (Squirrel Data Logger) ligado por dois termopares do tipo K ao bloco rígido de poliuretano (Figura 11). A máquina de ensaios mecânicos universal de capacidade 20 kN, com célula de carga de 2,5 kN, permite o controlo da velocidade de penetração, com aquisição da força aplicada.

Foram utilizadas velocidades de penetração na gama 7,5 mm/min a 30 mm/min. Foi imposta uma velocidade de penetração constante, dada pela velocidade do travessão da máquina de ensaios mecânicos universal, registando-se o valor instantâneo da força exercida durante a furação do polímero.

A velocidade do berbequim foi medida através de um tacómetro óptico (HIBOK 22), sendo utilizadas velocidades de rotação na gama 50-1400 RPM.

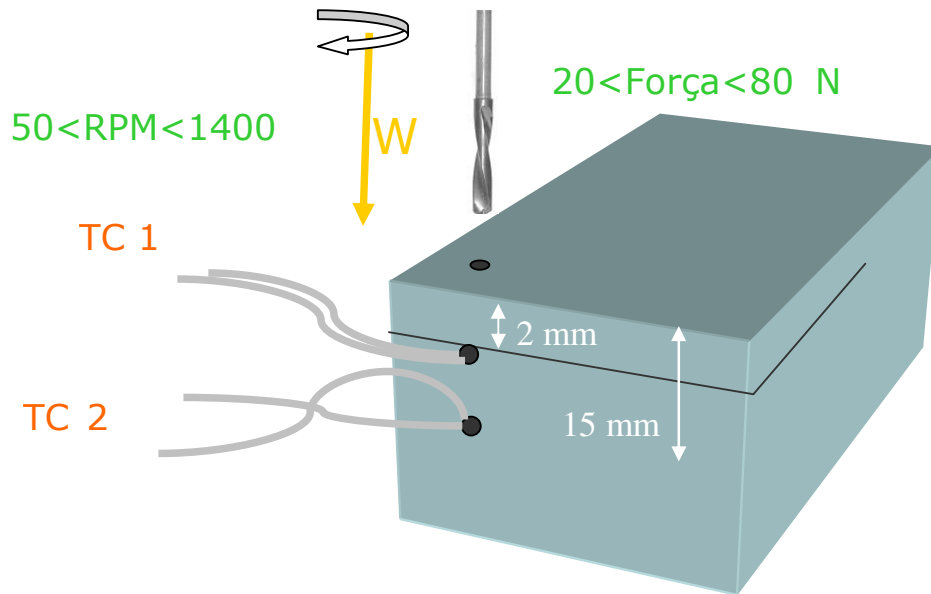


Figura 11: Esquema do processo de furação do polímero com broca revestida e broca comercial e aquisição da temperatura durante o processo

O medidor/registador de temperatura permite acoplar até 6 termopares do tipo K, com 8 pontos por segundo de velocidade de aquisição por canal. Neste trabalho foram utilizados dois termopares do tipo K colocados a duas cotas no bloco de poliuretano: um termopar colocado na transição entre a camada externa e o interior (a 3 mm da superfície) e o segundo no final do furo (15 mm profundidade), na região correspondente ao osso trabecular, para um furo de 15mm no total. Por razões de simplificação, o esquema da Figura 11 encontra-se invertido em relação à montagem experimental usada no decorrer do trabalho (Figura 12).



Figura 12: Pormenor da montagem experimental, com o berbequim a furar o polímero, com medição de temperatura pelos termopares colocados a duas cotas diferentes

Os parâmetros de trabalho utilizados são apresentados resumidamente na Tabela 5. Na literatura são reportados valores de velocidade de rotação entre 750 e 1250 RPM e também entre 345 e 2900 RPM [20].

Tabela 5: Parâmetros de teste utilizados nos ensaios de furação

<b>Broca</b>	<b>Velocidade de rotação (RPM)</b>	<b>Vel. penetração (mm/min)</b>
<b>Comercial</b>	350 a 1400	7,5
<b>Bicamada MCD/NCD</b>	50 a 1400	7,5 a 30

Através da equação 3 é possível obter a velocidade máxima da aresta de corte na sua periferia (velocidade de corte), e assim calcular também o avanço, para as diferentes velocidades de penetração, representado na Tabela 6.

$$v = \frac{\pi \times D \times n}{1000} \quad (\text{Eq. 3})$$

onde v representa a velocidade de corte (m/min), D o diâmetro da broca (mm) e n a velocidade de rotação em rotações por minuto (RPM). Considerando a velocidade de rotação (RPM) e a velocidade de penetração (mm/min) é possível obter o avanço em micrómetros por revolução.

Tabela 6: Relação entre as Velocidades de Rotação, velocidade de Corte e Avanço para velocidade de penetração de 7,5, 15, 22,5 e 30 mm/min

Velocidade de Rotação (RPM)	Velocidade de corte (m/min)	Velocidade de penetração (mm/min)			
		7,5	15	22,5	30
		Avanço (µm/revolução)			
50	0,5	150	300	450	600
100	0,9	75	150	225	300
180	1,7	42	83	125	170
350	3,3	21	43	64	86
700	6,6	11	21	32	43
1050	9,9	7	14	21	29
1400	13,2	5	11	16	21

Nos ensaios de furação efectuados manteve-se constante uma profundidade de furo de 15 mm, para todos os casos.

#### 4.2. Evolução da força de avanço com a profundidade de corte

Nesta secção apresentam-se os resultados dos ensaios efectuados em que foi imposta uma velocidade de penetração de 7,5 mm/min, medindo-se a força aplicada perpendicularmente no polímero (força de avanço). O resultado da experiência com a

montagem experimental desenvolvida é expresso num gráfico da evolução da força em função da profundidade de corte.

As Figuras 13 (Broca comercial) e 14 (Broca revestida) representam a relação entre a profundidade de corte obtida e a força aplicada no polímero, para 350 e 1400 RPM.

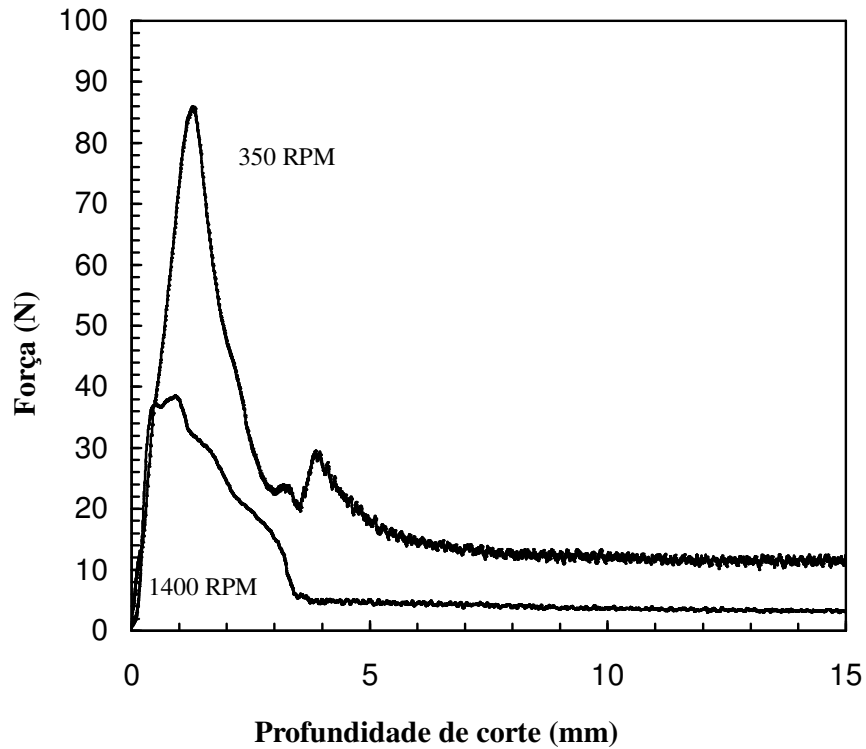


Figura 13: Força de avanço vs profundidade de corte a 350 e 1400 RPM para a Broca comercial a 7,5 mm/m de velocidade de penetração

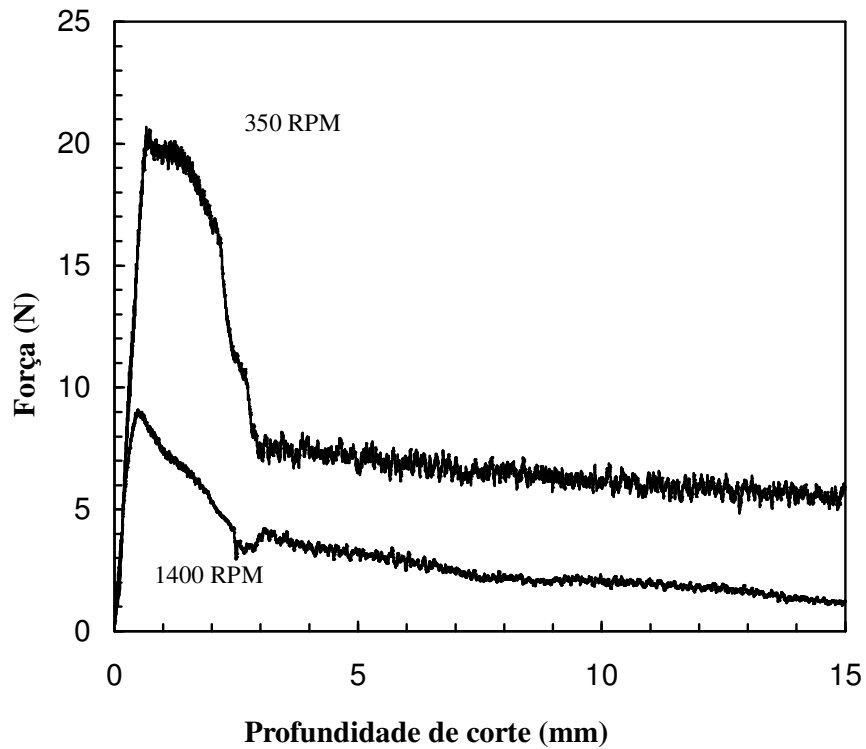


Figura 14: Força de avanço vs profundidade de corte a 350 e 1400 RPM para a broca revestida a 7,5 mm/m de velocidade de penetração

A partir das Figuras 13 e 14 é possível concluir que a força aumenta à medida que a broca penetra no material, ocorrendo a força máxima durante a furação da zona mais dura e densa do polímero (correspondente ao osso cortical), tanto para 350 como para 1400 RPM. Seguidamente dá-se uma diminuição acentuada da força quando a broca entra na parte menos densa do polímero (correspondente ao osso trabecular), estabilizando ou diminuindo ligeiramente durante o corte desta fase até ao fim do ensaio. Este comportamento verifica-se tanto para a broca de aço como para a broca revestida a diamante, mas ocorre uma diferença substancial entre o valor da força aplicada no caso da broca comercial e o da broca revestida, sendo que para a última o valor da força é significativamente inferior.

Pela análise das mesmas figuras pode constatar-se que a força máxima necessária para o corte da zona mais densa do polímero a ao longo do polímero com a broca de aço é de ~85 N a 350 RPM e a 1400 RPM é ligeiramente inferior, aproximadamente 40 N. No caso da broca revestida a MCD/NCD a força máxima necessária para o corte a 350 RPM é

aproximadamente 20 N e para 1400 RPM é de 9 N. Ou seja, a força máxima aplicada para as duas velocidades de rotação, para a mesma profundidade de corte de 15 mm, é cerca de 4 vezes superior para o caso da broca comercial, em comparação com a broca revestida. Na zona menos densa do polímero as diferenças de força não são tão acentuadas devido à diferença de densidade do polímero, que varia de  $1,7 \text{ g/cm}^3$  na zona mais densa (correspondente ao osso compacto) para um valor bastante inferior de densidade de  $0,64 \text{ g/cm}^3$  (correspondente ao osso trabecular).

#### 4.3. Força máxima aplicada em função da velocidade de corte

O segundo conjunto de ensaios visou o registo das forças máximas de corte em função da velocidade de rotação, para uma velocidade de penetração constante de 7,5 mm/min.

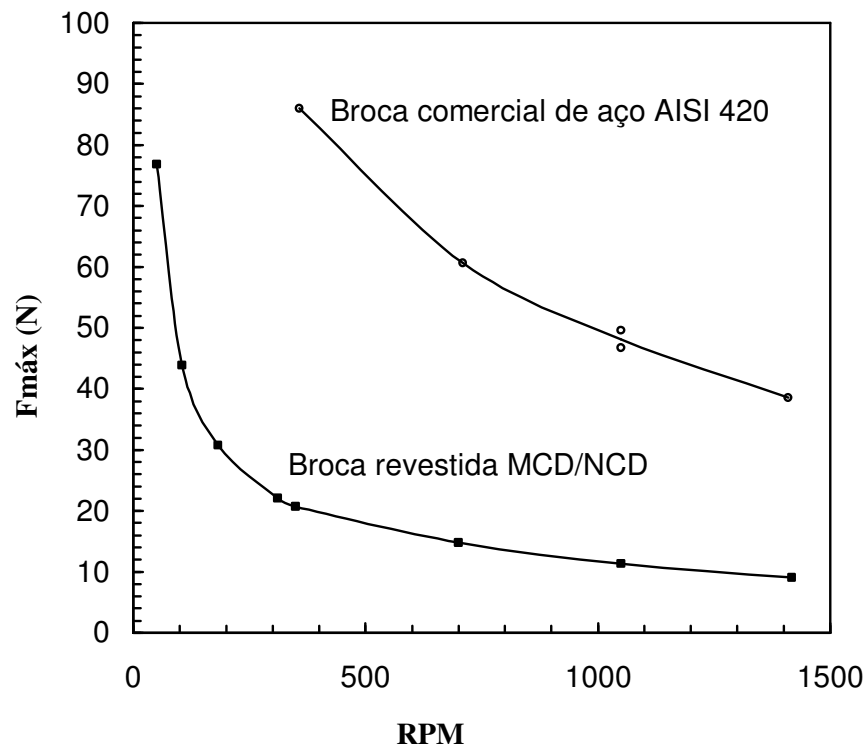


Figura 15: Força máxima aplicada em função da velocidade de rotação para a broca comercial e para a broca de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  revestida com MCD/NCD, a 7,5 mm/min



Pela observação da Figura 15 é possível concluir que a força máxima requerida para cortar a zona mais densa do polímero (correspondente ao osso cortical) diminui com o aumento da velocidade de rotação (RPM), tanto para a broca comercial como para a broca revestida. Este resultado decorre da diminuição do avanço com o aumento da velocidade de rotação (Tabela 6), o que implica um menor esforço da ferramenta. A força exercida pela broca comercial é sempre substancialmente superior, em cerca de 4 vezes, à força aplicada pela broca revestida com MCD/NCD em toda a gama de velocidades de rotação usadas no decorrer do trabalho.

Como se pode observar, decorre também deste conjunto de resultados uma outra grande vantagem das ferramentas de diamante relativamente às comerciais: a possibilidade de corte com muito baixas velocidades de rotação (100-180 RPM), contrariamente à broca de aço, o que diminuirá os danos provocados pela ferramenta no osso e permitirá a recolha de osso autógeno para fins auto-regenerativos. Mesmo a baixas velocidades de rotação a broca de aço atingiu valores de força demasiadamente elevados (cerca de 90 N aplicados na mandíbula ou maxilar), não compatíveis com os valores aplicados em odontologia, que normalmente não ultrapassam os 40-45 N [21].

Na literatura é referido que brocas para furação de dentes, bem como outras ferramentas de corte depositadas com diamante, podem apresentar um tempo de vida até 20 vezes superior, quando comparado com as ferramentas não revestidas [22].

#### **4.4. Efeito da velocidade de penetração**

Foi também estudado para diferentes velocidades de penetração, nomeadamente 7,5, 15, 22,5 e 30 mm/min, o efeito do aumento da velocidade de rotação na força aplicada para a broca revestida com diamante. O ensaio com a broca comercial foi efectuado apenas para a velocidade de penetração de 7,5 mm/min. A velocidade de rotação variou na gama 50-1400 para as brocas revestidas e 350-1400 RPM para a broca comercial.

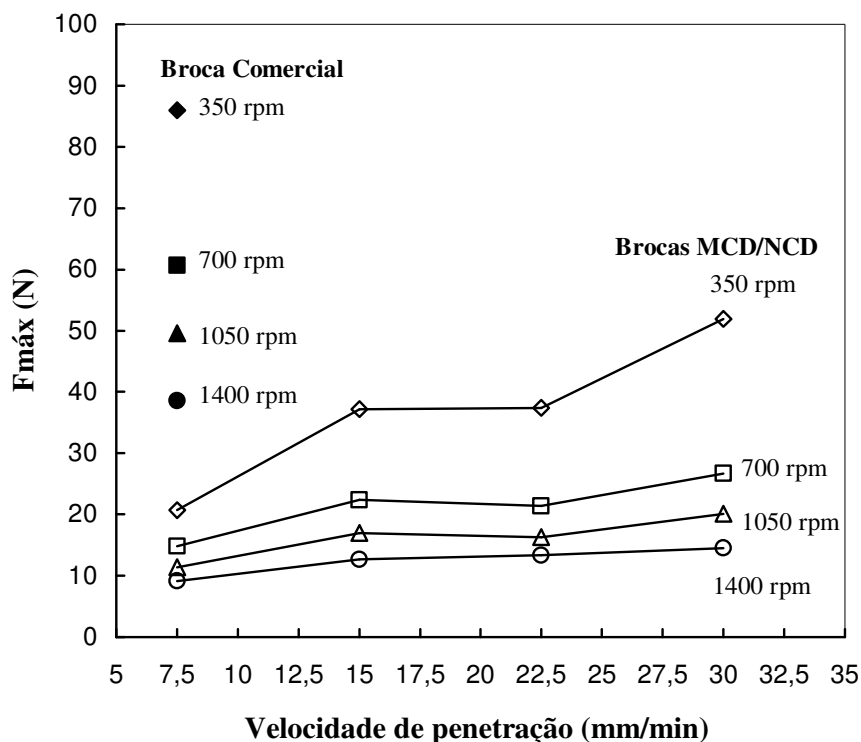


Figura 16: Relação entre a força máxima aplicada e a velocidade de penetração para a broca comercial e para as brocas revestidas a MCD/NCD

Pela análise da Figura 16 é possível concluir que em toda a gama de velocidades de penetração, a força máxima é obtida para a velocidade mínima de rotação.

É também possível constatar na Figura 16 que ocorre um aumento da força com o aumento da velocidade de penetração na gama de 7,5 a 30 mm/min. No entanto, a força máxima atingida é aproximadamente constante para valores intermédios de 15 e 22,5 mm/min, para qualquer velocidade de rotação. Para a velocidade de penetração de 30 mm/min o incremento da força relativamente a este estado estacionário pode ser justificado pela elevada quantidade de apra do polímero acumulada em torno da broca (não houve tempo para escoamento da apra), em particular a 350 RPM. A apra é muito mais fina a 1400 RPM do que a 350 RPM e a velocidades de penetração mais elevadas, sendo que a 350 RPM a apra produzida é mais grossa e difícil de escoar.

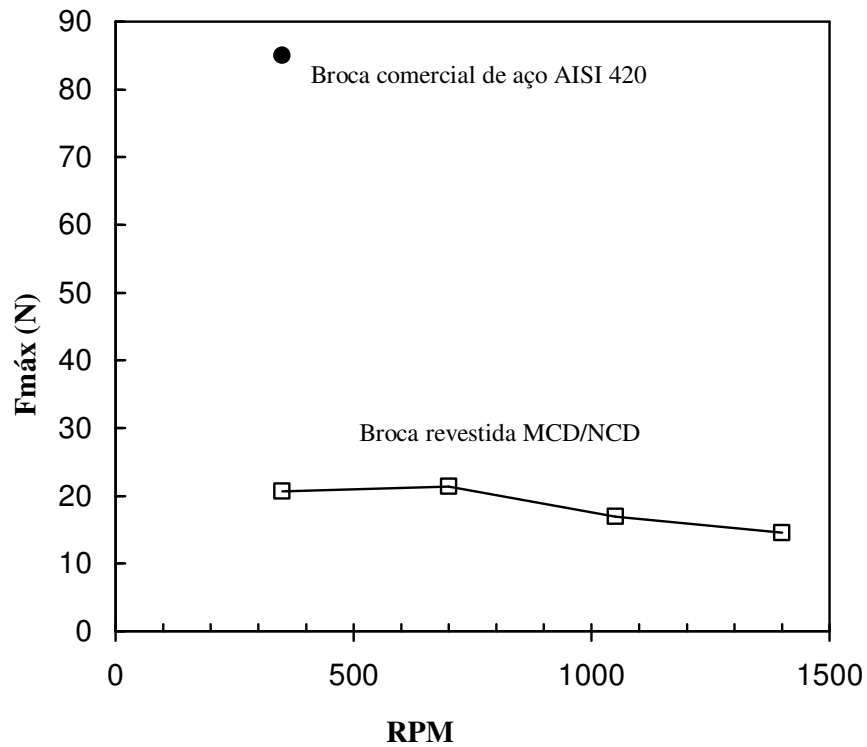


Figura 17: Relação entre a força máxima aplicada e a velocidade de rotação para um avanço constante de 21  $\mu\text{m}/\text{revolução}$ .

Dos resultados apresentados na Figura 16, é possível extrair o conjunto de valores obtidos a avanço constante de 21  $\mu\text{m}/\text{revolução}$ , representado na Figura 17. Como se pode constatar, a força máxima não sofre grande variação com o aumento da velocidade de corte, reforçando que o avanço é a grandeza determinante para o valor atingido pela força de corte, como se discutiu anteriormente para a Figura 15.

#### **4.5. Evolução da temperatura em função da profundidade de corte e do tempo de furação**

O osso cortical é mais denso que o osso trabecular, o que implica uma maior elevação de temperatura aquando da furação do osso cortical. A espessura do osso cortical é um factor determinante para o valor máximo de temperatura atingido durante a furação. Para situações *in vivo* o fluxo de sangue no osso cortical pode dissipar algum do calor gerado durante a furação, mas esse efeito não é significativo pois o fluxo sanguíneo no osso cortical é muito baixo (2-3 ml/100 g·m) [23].

A variação da força aplicada, da velocidade de rotação e da velocidade de penetração têm consequências na variação de temperatura no polímero usado na experiência. Os resultados obtidos no que concerne a evolução da temperatura em função da profundidade de corte e do tempo de ensaio, para a broca comercial e para as brocas revestidas a MCD/NCD para as velocidades de rotação usadas nos ensaios, são reportados nas Figuras 18 a 25.

As Figuras 18, 20, 22 e 24 correspondem aos resultados obtidos para a broca de aço a 350, 700, 1050 e 1400 RPM, respectivamente. Nas Figuras 18, 20 e 24 a aquisição terminou após a broca atingir os 15 mm, não se registando os valores para o movimento rotativo da saída da broca, o que justifica a menor extensão das curvas apresentadas, em comparação com os outros gráficos. As Figuras 19, 21, 23 e 25 correspondem aos resultados obtidos para as brocas revestidas a 350, 700, 1050 e 1400 RPM, respectivamente, para a velocidade de penetração de 7,5 mm/min.

O comportamento típico da broca comercial pode ser descrito pela Figura 22, correspondente à velocidade de rotação de 1050 RPM. Para o termopar colocado a 3 mm de profundidade (correspondente à simulação da furação do osso cortical), pode observar-se uma primeira zona (I) até se atingir a cota de 3 mm onde ocorre aquecimento gerado pelo atrito da ponta da broca ao furar o material denso. Este fenómeno está relacionado com a condução de calor no polímero a partir da frente de contacto da broca durante a furação. Numa segunda zona (II) ocorre a passagem da broca pela cota a que se encontra o termopar, e verifica-se uma taxa de aquecimento constante, resultante da combinação de dois fenómenos: o do aumento da temperatura na broca e no polímero por acumulação de

calor e diminuição da quantidade de calor transferido dado o aumento da distância da ponta da broca (fonte de calor) ao termopar, situado a 3 mm.

Antes de se atingirem os 15 mm de profundidade, pode observar-se uma terceira zona (III) onde se atinge a temperatura máxima e a partir daí uma estacionaridade da temperatura. Nessa zona, o aumento da distância da fonte de calor ao termopar torna-se preponderante relativamente ao calor que se vai acumulando. Logo após se atingirem os 15 mm de profundidade, momento em que se retira a broca, verifica-se ainda um aumento de temperatura devido à passagem da broca pela cota onde o termopar situado a 3 mm. A partir daí entra-se na zona de arrefecimento (IV), pois ocorre dissipação de calor no polímero, sendo o processo mais lento do que o de aquecimento.

Para o termopar colocado a 15 mm de profundidade (correspondente ao final da furação), pode observar-se uma primeira zona em que há aquecimento mesmo antes da broca atingir a cota do termopar. Após atingir a cota do termopar e a broca ser retirada, ainda ocorre aumento de temperatura devido à condução de calor através da parede interna do furo e o ponto onde o termopar está colocado. Segue-se uma zona correspondente ao arrefecimento do polímero.

Para a broca revestida a MCD/NCD testada para a velocidade de rotação de 1050 RPM, podemos dizer que, para o caso do termopar colocado a 3 mm, a primeira zona apresenta um comportamento similar ao da broca de aço, mas a velocidade de aquecimento é menor, pois neste caso a força aplicada é menor e por consequência o calor desenvolvido é menor. Na segunda zona observa-se um troço inicial em que há um aumento linear da temperatura, com menor velocidade de aquecimento. Não se verifica para esta broca o comportamento descrito anteriormente para a zona III da broca de aço. Após o aumento de temperatura descrito para a zona II, ocorre o arrefecimento por dissipação de calor do polímero.

No que concerne o termopar colocado a 15 mm de profundidade, verifica-se que até se atingir essa cota há um aumento de temperatura provocado pela fonte de calor por condução no polímero. Após se atingirem os 15 mm, dá-se o fenómeno de inércia térmica no polímero até que se atinge um máximo de temperatura. Segue-se o arrefecimento natural do polímero, pois é retirada a fonte de calor.

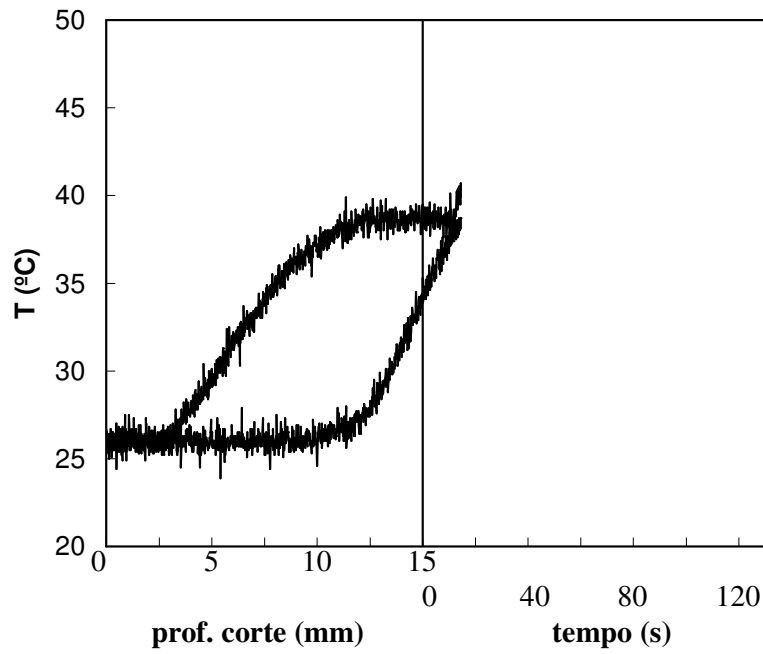


Figura 18: Evolução da temperatura em função da profundidade de corte e do tempo após a retirada da broca, para a broca comercial a 350 RPM

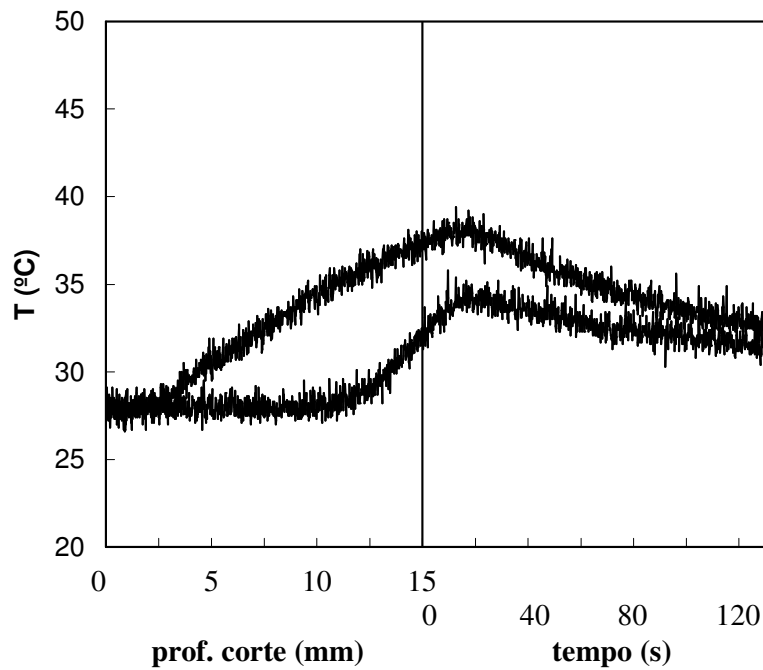


Figura 19: Evolução da temperatura em função da profundidade de corte e do tempo após a retirada da broca, para a broca revestida MCD/NCD a 350 RPM

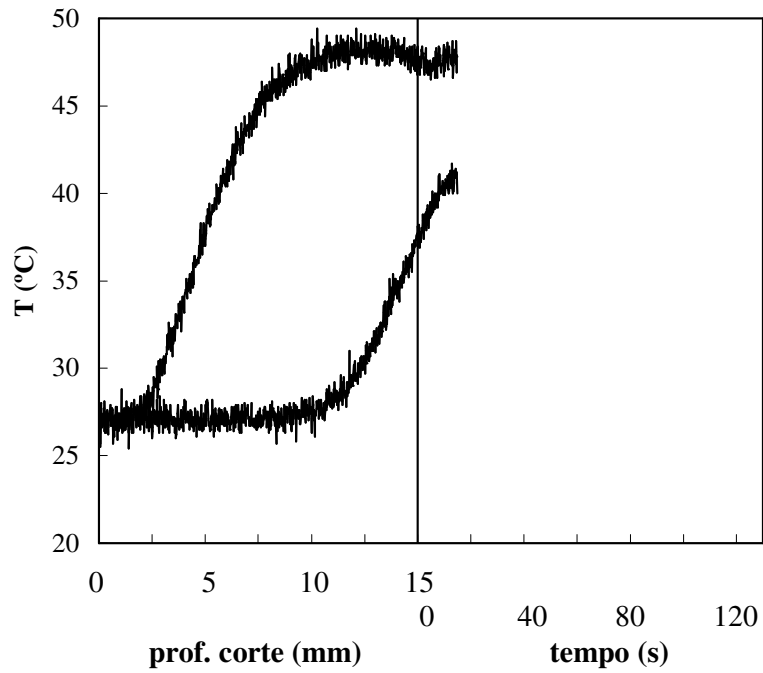


Figura 20: Evolução da temperatura em função da profundidade de corte e do tempo após a retirada da broca, para a broca comercial a 700 RPM

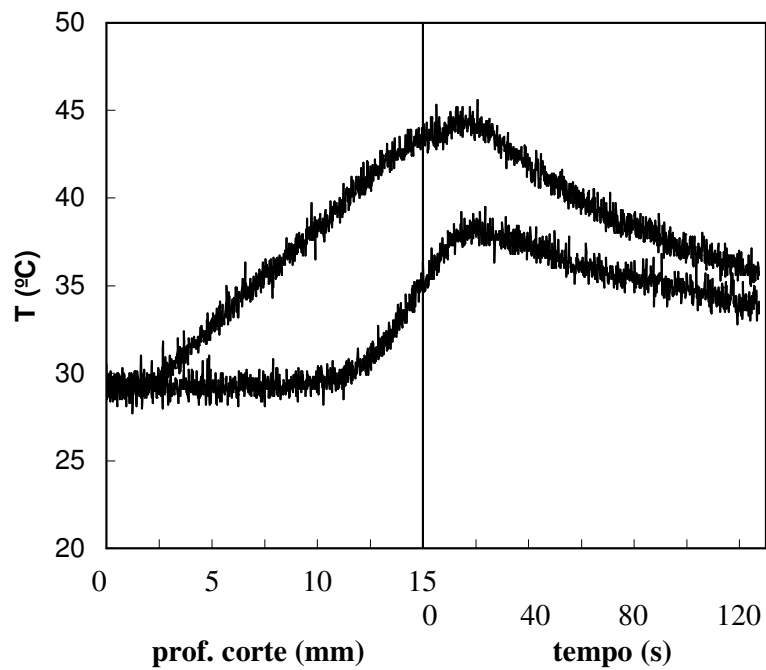


Figura 21: Evolução da temperatura em função da profundidade de corte e do tempo após a retirada da broca, para a broca revestida MCD/NCD a 700 RPM

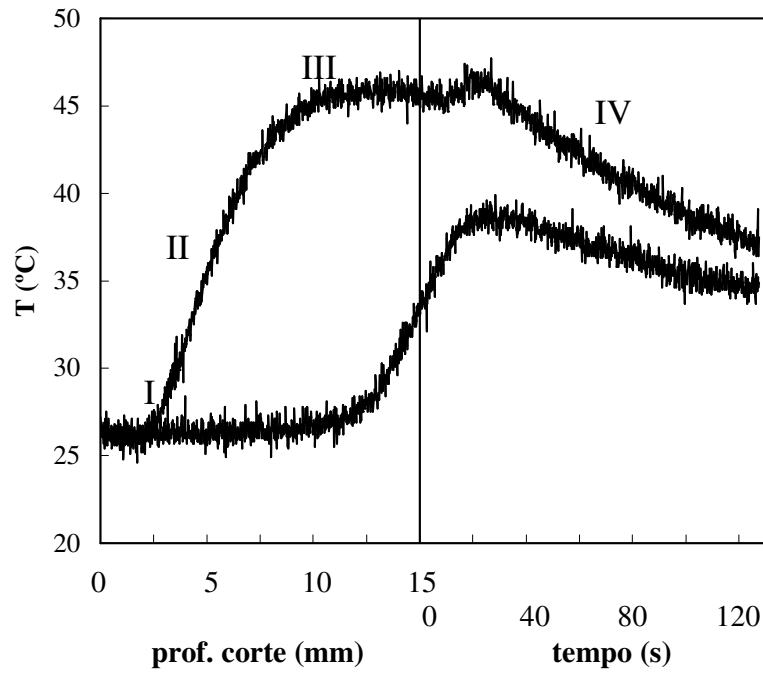


Figura 22: Evolução da temperatura em função da profundidade de corte e do tempo após a retirada da broca, para a broca comercial a 1050 RPM

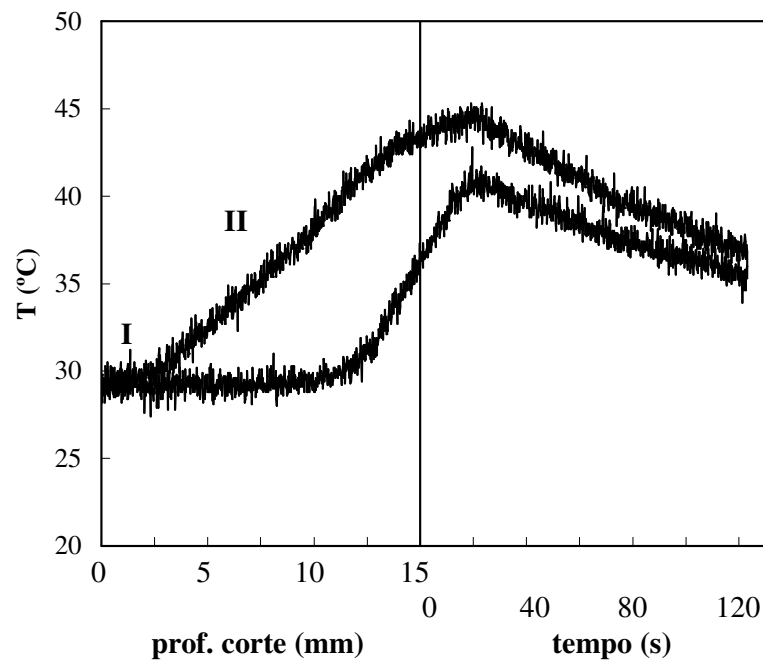


Figura 23: Evolução da temperatura em função da profundidade de corte e do tempo após a retirada da broca, para a broca revestida MCD/NCD a 1050 RPM



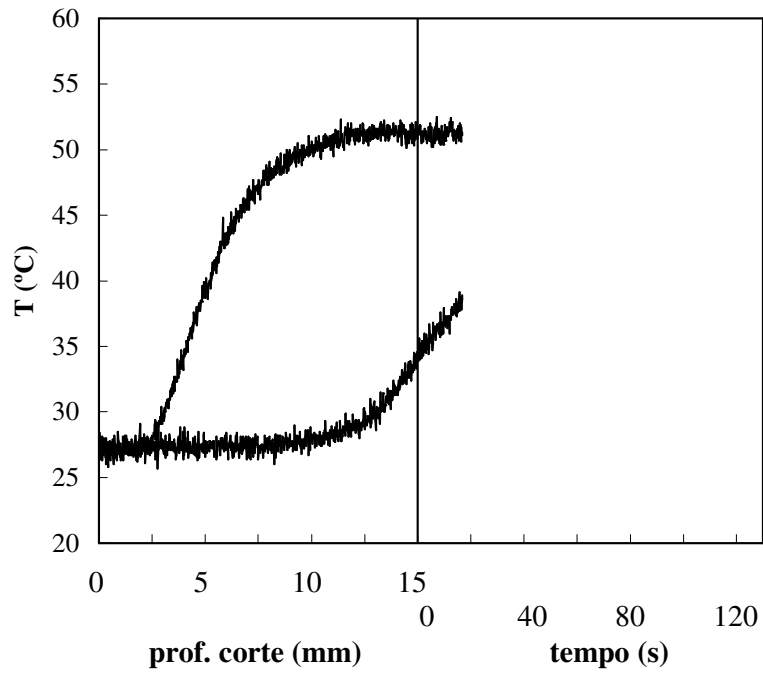


Figura 24: Evolução da temperatura em função da profundidade de corte e do tempo após a retirada da broca, para a broca comercial a 1400 RPM

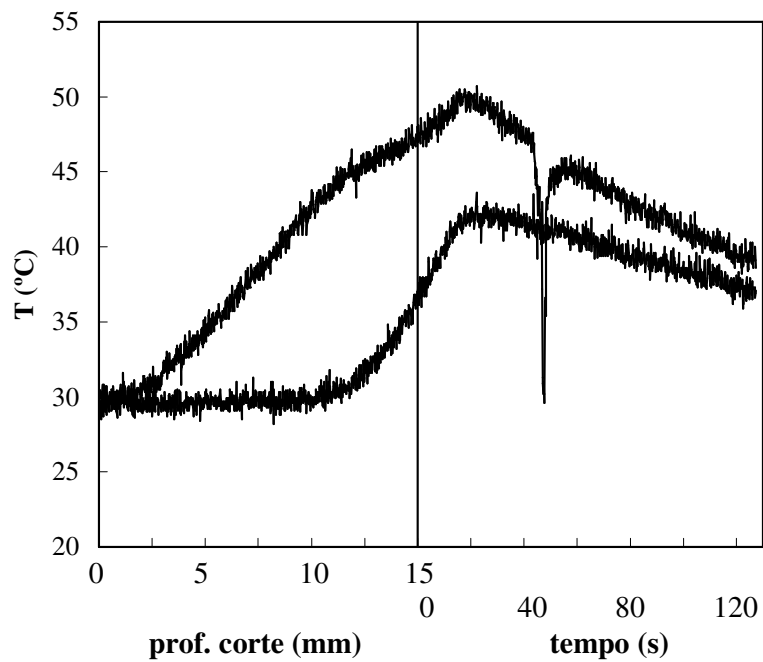


Figura 25: Evolução da temperatura em função da profundidade de corte e do tempo após a retirada da broca, para a broca revestida MCD/NCD a 1400 RPM

De modo a uniformizar as diferenças de temperatura registadas nos gráficos anteriores, devido à diferença da temperatura inicial entre as experiências, registam-se no gráfico da Figura 26 as variações de temperatura ( $\Delta T$ ) que correspondem à diferença entre a temperatura máxima atingida no ensaio ( $T_{m\acute{a}x}$ ) e a temperatura inicial ( $T_{inicial}$ ). Representaram-se curvas a duas velocidades de penetração diferentes para as brocas revestidas (7,5 e 30 mm/min) e a 7,5 mm/min para a broca comercial.

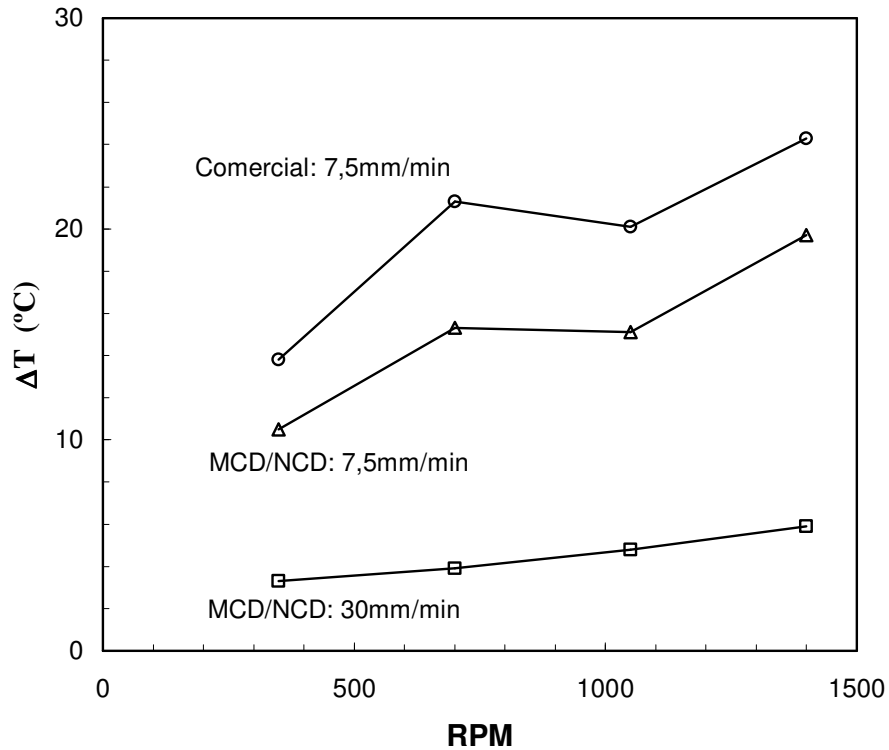


Figura 26: Variação da temperatura (máxima – inicial) em função da velocidade de penetração

O aumento de temperatura durante o processo de furação deve-se ao calor ( $Q$ ) gerado por atrito ( $\mu$ ) entre a ferramenta e o polímero e acumulado durante a duração do ensaio ( $t$ ), sendo ainda função da força aplicada ( $F$ ) e da velocidade de corte ( $v$ ), segundo a equação 4 [24].

$$Q = \mu \times F \times v \times t \quad (\text{Eq. 4})$$

A curva correspondente à broca revestida para uma velocidade de penetração de 7,5 mm/min é resultado de dois efeitos antagônicos: por um lado, a força máxima reduz-se aproximadamente para metade quando a velocidade de rotação varia de 350 RPM para 1400 RPM, de acordo com a Figura 15; por outro lado, a velocidade quadruplica no mesmo intervalo de variação de velocidades de rotação. Resulta, pela equação anterior, que o calor gerado duplicará, o que é corroborado pelo aumento de temperatura aproximadamente par o dobro verificado para esta condição de ensaio (Broca MCD/NCD 7,5 mm/min). Esta variação para o dobro da temperatura também se verifica para a broca comercial a 7,5 mm/min, mas com maiores valores de temperatura decorrentes de um maior coeficiente de atrito provocado pela broca de aço e força aplicada sobre o polímero.

No caso do ensaio realizado com a broca revestida a 30 mm/min, verifica-se apenas um ligeiro aumento da temperatura com a velocidade de rotação (cerca de 1,4 vezes), o que está de acordo com o balanço entre a diminuição da força em cerca de 3 vezes e o aumento da velocidade em cerca de 4 vezes. Os valores de  $\Delta T$  com a velocidade de penetração de 30 mm/min são muito inferiores quando comparados com a velocidade de penetração de 7,5 mm/min porque a duração da furação é muito inferior no primeiro caso (30 segundos) quando comparada com a segunda condição (120 segundos), de acordo com a Equação 4, apesar de tanto a força como a velocidade aumentarem.

## 5. Caracterização das brocas após os ensaios de furação

Após os ensaios de furação no bloco de espuma rígida de poliuretano, foi efectuada microscopia de varrimento para avaliar o desgaste sofrido pelas brocas (comercial e revestida NCD/MCD).

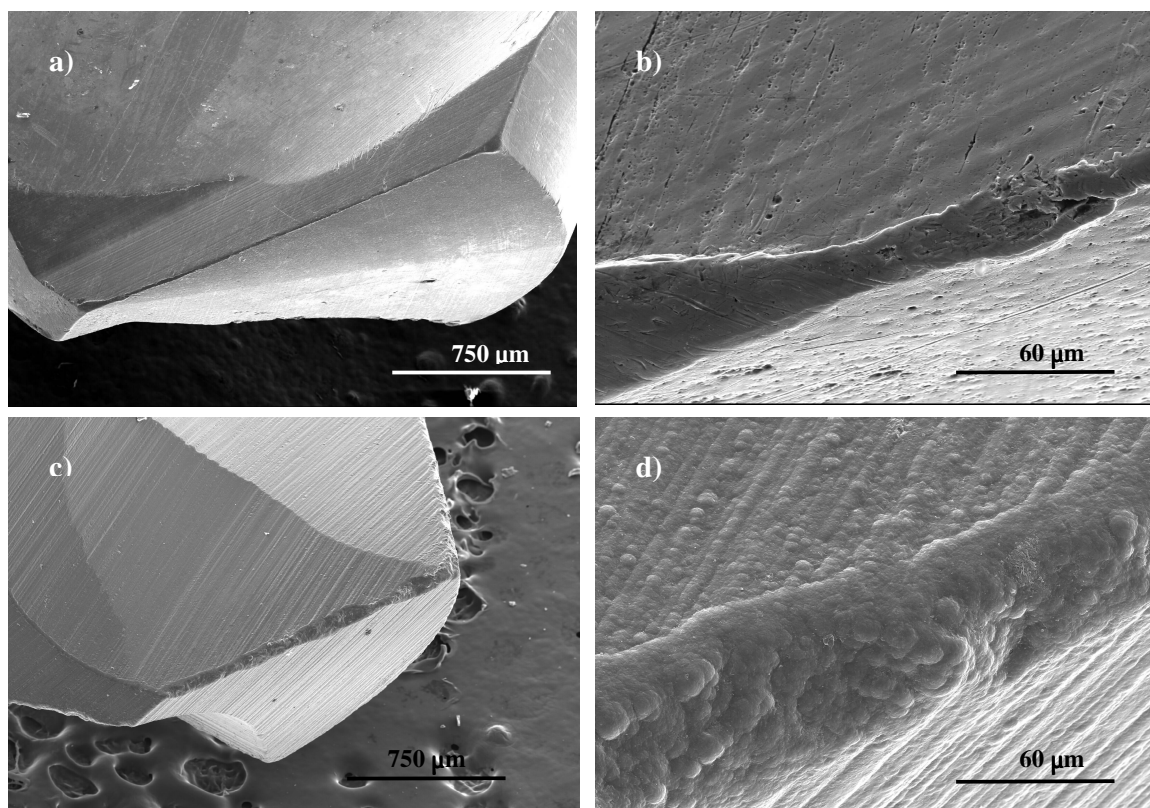


Figura 27: Micrografias SEM das brocas na aresta de corte após ensaios de furação no polímero: broca comercial (a), (b) e broca revestida MCD/NCD (c), (d)

Ao observar a Figura 27 (a) e (b) correspondentes à aresta de corte da broca de aço, pode concluir-se que, após os ensaios de furação a aresta apresenta desgaste contrariamente à broca revestida com MCD/NCD que não apresenta qualquer vestígio de desgaste, delaminação ou arrancamentos no filme na aresta de corte (c), como evidenciado na Figura 27 (d).

## Referências Capítulo II

- [1] Graves D.B., Humbird D., Applied Surface Science 192 (2002) 72-87
- [2] Armaou A., Baker J., Christofides P.D., Chemical Engineering Surface 56 (2001) 146
- [3] Belmonte M., Fernandes A.J.S., Costa F.M., Oliveira F.J., Silva R.F., Diamond and Related Materials 12 (2003) 733-7379
- [4] Petzow G., Herrmann M., Silicon Nitride Ceramics, Structure and Bonding, Vol. 102, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2002, pág. 106
- [5] Almeida F.A., Belmonte M., Fernandes A.J.S., Oliveira F.J., Silva R.F., Diamond and Related Materials 16 (2007) 978-982
- [6] Belmonte M., Silva V.A., Fernandes A.J., Costa F., Silva R., J.Am.Ceram.Soc. 86 [5] (2003) 749-54
- [7] Liu X., Klauser F., Memmel N., Bertel E., Pichler T., Knupfer M., Kromka A., Steinmüller-Nethl D., Diamond and Related Materials 16 (2007) 1463-1470
- [8] Hao T., Zhang H., Shi C., Han G., Surface and Coatings Technology, 201 (2006) 801-806
- [9] Hao T., Shi C., Diamond and Related Materials 13 (2004) 465-472
- [10] Wang S.G., Zhang Q., Yoon S.F., Ahn J., Wang Q., Yang D.J., Huang Q.F., Rusli W.Z., Tang W.Z., Lu F.X., Diamond and Related Materials 11 (2002) 1683-1689
- [11] Liu Y.K., Tso P.L., Lin I.N., Tzeng Y., Chen Y.C., Diamond and Related Materials 15 (2006) 234-238
- [12] Almeida F.A., Amaral M., Oliveira F.J., Fernandes A.J.S., Silva R.F., Vacuum, (81) 11-12, 28 (2007),1443-1447,
- [13] Almeida F.A., Amaral M., Oliveira F.J., Silva R.F., Diamond and Related Materials 15 (2006) 2029-2034
- [14] Amaral M., Fernandes A.J.S., Vila M., Oliveira F.J., Silva R.F., Diamond and Related Materials 15 (2006) 1822-1827
- [15] Ahmed W., Sein H., Jackson M., Pollini R., Tribology International 37 (2004) 957-964
- [16] Trava-Airoldi V.J., Corat E.J., Leite N.F., Nono M.C., Ferreira N.G., Baranauskas V., Diamond and Related Materials 5 (1996) 857-860
- [17] Ferrari A.C., Robertson J., Physical Review B, 63 (2001) 121405R

[18] Pfeiffer R., Kuzmany H., Salk N., Gunther B., Applied physics Letters, 82 (23) (2003)

[19] Michaelson O., Ternyak A.H.S., Appl. Phys. Lett. 89 (2006) 4653-4659

[20] Malak S.F.F., Anderson I.A., Medical Engineering & Physics, (2008) Article in Press

[21] Pires J.N., Caramelo F.J., Brito P., Santos J., Botelho M.F., Industrial Robot: An International Journal, 33 (5) (2006) 373-380

[22] Rajab H., Ali N., Sein H., Cherry R., Ahmed W., Materials World, 8 (2000) 17

[23] Karmani S., Current Orthopaedics 20 (2006) 52-58

[24] Stachowiak G.W., Batchelor A.W., Engineering Tribology, Butterworth Heinemann, 2001

## Capítulo III

### **Conclusões**





Neste trabalho produziram-se e testaram-se brocas cerâmicas de nitreto de silício revestidas com um filme de diamante em bicamada micro/nanocristalina (MCD/NCD) pela técnica de Deposição Química em Fase Vapor assistida por Filamento Quente (HFCVD), visando aplicações odontológicas. A caracterização microestrutural por SEM revelou um filme denso e homogêneo em toda a superfície das brocas. A espectroscopia Raman confirmou a qualidade dos filmes de NCD depositados. Nos ensaios de furação de modelos que simulam o osso mandibular humano que se seguiram, foi possível comprovar a boa qualidade dos filmes pela excelente adesão ao substrato, dada a ausência de delaminação em todas as condições de ensaio.

Nos estudos comparativos do comportamento da broca de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  revestida com MCD/NCD relativamente a uma broca comercial de aço (AISI 420), concluiu-se que as primeiras apresentam melhor desempenho, pois para a mesma velocidade de corte a força aplicada é substancialmente menor em cerca de 4 vezes.

Sendo a temperatura provocada pelo calor desenvolvido durante a furação um parâmetro fundamental para o sucesso dos implantes, verificou-se que a utilização das brocas de diamante permite reduzir em cerca de 4 °C a temperatura máxima atingida, quando comparada com a broca de aço, nunca se atingindo o limite máximo de 47 °C.

Outra grande vantagem das ferramentas de diamante relativamente às comerciais é a possibilidade de corte com muito baixas velocidades de rotação (100 RPM), o que diminuirá os danos provocados pela ferramenta no osso e permitirá, por outro lado, a recolha de osso autógeno para fins auto-regenerativos.

Foi também demonstrada a capacidade de corte com elevada velocidade de penetração (30 mm/min) no caso das brocas revestidas, o que permitirá reduzir a duração do procedimento odontológico.

Sendo o diamante um material bioinerte, esta característica constitui-se como uma vantagem adicional em relação à utilização de brocas de aço, pois estas ao sofrerem o processo de desgaste libertam resíduos nocivos para os tecidos humanos.

Perspectivando-se que as brocas de nitreto de silício revestidas com NCD sejam uma excelente alternativa às brocas comerciais de aço, está previsto para trabalho futuro a produção de brocas com melhor afiamento, e a melhoria das condições de deposição e a obtenção de filmes mais espessos (por aumento do tempo de deposição). Posteriormente, prevê-se a realização de testes de furação de osso fresco a temperatura inicial controlada de

37°C, bem como a colaboração com um odontologista para mimetizar as condições reais de funcionamento das brocas.