Corrosión de juntas soldadas empleando láser y *brazing* de una aleación odontológica AuPdAgIn

Márcio L. dos Santos, Heloisa A. Acciari, Luci C. O. Vercik y Antônio C. Guastaldi.

*Departamento de Físico-Química, Instituto de Química de Araraquara, UNESP, Código Postal 355, Araraquara-SP, Brazil Teléfono: 55 16 201 6655. Fax: 55 16 222 7932. Correo electrónico: <u>marcsant@posgrad.iq.unesp.br</u>

Recibido: 14 de mayo de 2003. Aceptado: 23 de marzo de 2004.

Palabras clave: soldadura, brazing, láser, aleación, AuPdAgIn. Key words: welding, brazing, laser, alloy, AuPdAgIn.

RESUMEN. La soldadura ha sido utilizada en la Odontología para resolver problemas de adaptación de las prótesis, permitiendo trabajar con sus segmentos, mejorando la distribución uniforme de fuerzas, haciendo mínimos los traumas o fallas en el hueso, en el implante o en la prótesis. En esta investigación, fue estudiada la corrosión de la aleación AuPdAgIn, utilizada en prótesis sobre implantes en un medio de NaCl 0,9 %, aireado, que simulaba las condiciones del ambiente bucal, después de haber sido sometida a dos procesos de soldadura: láser y brazing. El desarrollo de nuevos equipos de soldadura a láser, de menor costo, tamaño y simplicidad técnica, permitió una mayor utilización de este proceso en la confección de prótesis comparada con la brazing, pues utiliza como fuente de calor un haz de luz concentrado de elevada energía que no causa distorsión en la pieza prostética. Estos dos procesos generan diferencias en las microestructuras; para la soldadura a láser, dentrítica refinada debido a la gran velocidad de enfriamiento $(5,96 \cdot 10^3 \text{ °C/s})$ y en la brazing (80 °C/s), granular. La región de soldadura a láser tuvo un desempeño mejor, por presentar un potencial de corrosión más positivo a circuito abierto. Las mediciones de impedancia fueron realizadas a potenciales de circuito abierto después de 24 h de inmersión, se aplicó una perturbación de 10 mV y se obtuvieron cinco puntos por década de frecuencia en el intervalo de 100 kHz a 10 mHz. Los espectros de impedancia fueron caracterizados por dos componentes capacitivas distorsionadas y se presentó una impedancia lineal en la región de bajas frecuencias que involucró difusión no uniforme.

ABSTRACT. The weld has been used in the Odontology to solve problems of adaptation of prosthesis, allowing working with its segments and improving the uniform distribution of forces, diminishing traumas or faults in the bone, in the implants or in the prothesis. In this investigation, the corrosion of the AuPdAgIn alloy, used in prosthesis on implants, in a media of NaCl 0.9 %, aired, which simulates the conditions of the buccal atmosphere, after suffering two processes of weld: laser and brazing was studied. The development of new equipment of laser welding, of lower cost, smaller size and technical simplicity, allowed a wider use of this process in the preparation of prosthesis compared with brazing, because it uses as heat source a beam of light of high energy concentrated, which does not cause distortion in the prosthetic piece. These two processes produce differences in the microstructures: refined dentritic due to the high speed of cooling $(5.96 \cdot 10^3 \text{ °C/s})$ in the case of laser welding, and granulate in the case of brazing (80 °C/s). The region of laser welding had a better performance because it presented a more positive open circuit potential of corrosion. The measurements of potential impedance have been performed in open circuit conditions after 24 h of immersion, applying a perturbation of 10 mV, with five points by decade of frequency, in the interval of 100 kHz to 10 mHz. The impedance spectra were characterized by two distorted capacitive components, presenting linear impedance in the region of LF involving nonuniform diffusion.

INTRODUCCION

Las causas más comunes de fracaso en tratamientos con implantes involucran fuerzas excesivas, aplicación muy rápida de fuerzas, sistemas oclusivos con fallas, estructuras que no están asentadas pasivamente o prótesis con poca retención.¹

El uso de soldadura durante la fase de confección de la estructura metálica, ha sido un artificio utilizado por una gran parte de los cirujanos dentistas especializados en el área de implantes para solucionar problemas de adaptación. La técnica de soldadura presenta la ventaja de permitir trabajar con segmentos de la prótesis, los cuales, además de una mejor adaptación, permiten la distribución de fuerzas de modo uniforme, haciendo mínimos los traumas o fallas en el hueso, en el implante o en la prótesis.

Entre las técnicas de soldadura más utilizadas con esta finalidad, se encuentran el *brazing*, conocida también como soldadura convencional, el TIG (Tungsten Inert Gas), el infrarrojo, el haz de electrones y el láser.

Las tres primeras técnicas transfieren una gran cantidad de calor a la pieza a ser soldada, lo que origina una mayor zona afectada por el calor-ZAC en e metal y causa mayores problemas de distorsión y resistencia a la corrosión.²⁻⁴

La soldadura con haz de electrones y por láser son procesos que tienen como característica una fuente de calor concentrada y, por ende, hacen mínimos estos problemas, a pesar de que la soldadura con haz de electrones presenta la desventaja de necesitar de una cámara de soldadura en vacío.

La utilización del proceso de soldadura por láser fue introducida al final de los años ochenta, experimentando un gran impulso con el desarrollo de equipos menores y de menor costo. Su amplia aplicación se debe a sus ventajas, permitiendo la soldadura de una amplia variedad de metales y piezas protéticas.³

Considerando que las juntas soldadas están constantemente sometidas a medios agresivos, el estudio de la corrosión es de fundamental importancia para el entendimiento de su desempeño y funcionalidad, cuando son aplicadas clínicamente.

El objetivo de este trabajo fue investigar la resistencia a la corrosión en medio y condiciones que simulan la agresividad de la cavidad oral, de una aleación AuPdAgIn utilizada en la preparación de prótesis odontológicas sobre implantes, antes y después de ser sometidas al proceso de soldadura a láser y *brazing*.

MATERIALES Y METODOS

El material utilizado en este estudio, la aleación AuPdAgIn, es específico para aplicaciones odontológicas, por lo que es utilizado en la preparación de prótesis sobre implantes y clasificado como extra-duro por la American Dental Association.⁵ La composición química del material estudiado fue determinada mediante análisis por longitud de ondas - WDS (Wave Dispersive Spectroscopy) (Tabla 1).

Las muestras en formato cilíndrico, con dimensiones 0,27cm de diámetro y 1 cm de largo, fueron sometidas al proceso de soldadura en juntas del tipo topo.¹ La soldadura a láser fue realizada en una máquina de soldadura Dentaurum DL 20002S, que utiliza un cristal Nd: YAG como fuente de rayos láser y la potencia del haz fue de 5,84 kW durante 12 ms, condición que genera una energía de soldadura de aproximadamente 70.08 J.

Las muestras fueron colocadas manualmente dentro de la cámara, con atmósfera protectora de argón. Los puntos de soldadura fueron realizados en toda la sección de la junta, de modo que fuesen superpuestos en aproximadamente 2/3 de su superficie y que el haz penetrara en torno del 60 %. En la soldadura por *brazing* las muestras fueron fijadas con el fin de obtener una holgura de la unión de aproximadamente 0, 25 mm. Después, estas fueron unidas con resina y posteriormente, colocadas en material refractario de revestimiento. Seguidamente, fueron llevadas al horno y calentadas a 400 °C durante 30 min, para quemar la resina. El espacio antes ocupado por esta fue entonces llenado por el metal de aporte recomendado y las muestras fueron soldadas utilizando un soplete gas-aire GLP, mediante la generación de una energía de soldadura de aproximadamente 430,2 J.

Para la obtención de las muestras de la aleación AuPdAgIn, cuya región abarcó apenas el área de la soldadura, se utilizó un disco de corte de precisión modelo 15 HC DIAMOND en una máquina ISOMET 1000--BUEHLER para separar el metal base de la región de la soldadura, después de ser sometido a los procesos a láser y brazing. El área de las regiones geométricas expuestas del cordón de soldadura y del metal base fueron 0,057cm². El análisis metalográfico de la cara expuesta del metal base y de las regiones de la soldadura fue realizado mediante microscopia electrónica de barrido, después del pulido con lijas de 180 a 1 000 mallas, y alúmina de granulación 1 y 0.3 µm y ataque con agua regia.3 Los electrodos de trabajo fueron preparados a partir de las muestras. Para los ensayos electroquímicos fueron utilizadas mediciones de potencial a circuito abierto con el tiempo y espectroscopia de impedancia electroquímica. Fue utilizada una celda electroquímica con disolución aireada de NaCl 0,15 mol/L (0,9 %), con tres electrodos, siendo el de referencia el de calomelano saturado (ECS) y el auxiliar un cilindro de grafito.

Las mediciones electroquímicas a circuito abierto en función del tiempo, fueron realizadas en un potenciostato Solartron SI1287. Las mediciones de impedancia fueron registradas usando un analizador de respuesta en frecuencia Solartron 1255, acoplado a una interfase electroquímica Solartron 1287, con la aplicación de una perturbación de 10 mV en el intervalo de frecuencias entre 100 kHz y 10 mHz y la obtención de cinco puntos por década de frecuencia, procesos controlados por el *software* Zplot.⁶ Los ajustes fueron realizados mediante el software Zview.⁷

RESULTADOS Y DISCUSION

El análisis por microscopia óptica permitió observar diferentes regiones (Fig. 1): (a) en el metal base "fuera de la soldadura", una microestructura granular bifásica con precipitados de Au; (b) en la soldadura a láser, una microestructura dendrítica refinada de la junta soldada originada por la elevada velocidad e enfriamiento impuesto por la propia soldadura, pues durante la operación tiene lugar un proceso de fusión localizado, seguido de enfriamiento rápido $(3,02 \cdot 10^{3} \, {}^{\circ}\text{C/s})$, que no permite que la microestructura retorne a la estructura inicial granular; (c) en la soldadura por brazing, una microestructura que estuvo de acuerdo con el proceso empleado, pues al tenerlugar una velocidad de enfriamiento (80,09 °C/s) menor que la de la soldadura a láser, el brazing tiende a producir una microestructura granular.

Al obtener las curvas de potencial a circuito abierto en función del tiempo para las regiones del metal base, soldadura a láser y brazing (Fig. 2), se observó un período de estabilización del potencial después de tres horas de inmersión, durante el cual que donde fueron iniciadas las medidas e impedancia.

En la región del metal base de la aleación AuPdAgIn, se pudieron observar dos semicírculos distorsionados dentro del intervalo de frecuencias estudiadas, por lo que se propuso el modelo de circuito eléctrico equivalente con dos términos *RC* en serie, que ajustan satisfactoriamente las dos componentes capacitivas del plano complejo, lo que indicó la posible ocurrencia de por lo menos dos procesos electroquímicos debido a que el valor de *R*p,

Tabla 1. Composición química de las aleaciones metálicas utilizadas.

Elementos	Metal base	Metal de adición (Brazing)
	(%; m/m)	
Au	$54,\!00 \pm 1,\!50$	$77,\!00\pm0,\!70$
Ag	$2{,}10\pm0{,}06$	$17,\!80\pm0,\!70$
Pd	$36,\!00\pm1,\!10$	$4,50 \pm 0,2$
In	$8{,}20\pm0{,}77$	-



Fig. 1. Microscopia óptica de la aleación AuPdAgIn. (a) Metal base. (b) Soldadura a láser. (c) Soldadura brazing.



Fig. 2. Curvas de potencial a circuito abierto en función del tiempo en disolución aireada de NaCl 0,9 %. (I) Metal base. (II) Soldadura a láser. (III) Soldadura brazing para la aleación AuPdAgIn.

resistencia de polarización, fue del orden de $10^6 \Omega \cdot cm^2$, condición que caracteriza a una aleación muy resistente a la corrosión (Fig. 3).

Las respuestas de impedancia para la región de la junta soldada por *brazing* en disolución de NaCl 0,9 %, en el potencial de circuito abierto fueron obtenidas tanto en el plano complejo como en el formato de Bode. Los espectros fueron ajustados con el mismo circuito eléctrico equivalente utilizado para la región del metal. El valor de *R*p obtenido, sugiere una buena resistencia a la corrosión en el medio estudiado⁸ (Fig. 4).

Las respuestas de impedancia obtenidas en este caso, se caracterizaron por un proceso de difusión que





Fig. 3. Espectros de impedancia obtenidos para el metal base en solución de NaCl 0,9 % con el correspondiente modelo circuito eléctrico equivalente: formatos del plano complejo y de Bode. Valores obtenidos de los ajustes son: R_{α} =10,03 $\Omega \cdot cm^2$, R_{p_1} = 318,5 $\Omega \cdot cm^2$, CPE_1 = 2,5 mF · cm², Rp_2 = 1,78 M $\Omega \cdot cm^2$, CPE_2 = 4,8 mF · cm².



Fig. 4. Espectro de impedancia obtenidos para el brasing en disolución de NaCl 0,9 %: formatos del plano complejo y de Bode. Valores obtenidos de los ajustes son: $R_{\rho} = 9,18 \ \Omega \cdot cm^2$, $R_{n_1} = 274,5 \ \Omega \cdot cm^2$, $CPE_1 = 3,4 \ mF \cdot cm^2$, $Rp_2 = 0,25 \ M\Omega \cdot cm^2$, $CPE_2 = 2,8 \ mF \cdot cm^2$

es observado en la región de bajas frecuencias. El circuito eléctrico equivalente utilizado para el modelado del espectro obtenido involucra la adición de un CPE ($\alpha > 0.5$) en serie con un termino $RC^{9,10}$ (Fig. 5).

CONCLUSIONES

La espectroscopia de impedancia electroquímica resulta una técnica apropiada para caracterizar las regiones de soldadura de la aleación AuPdAgIn.

Las regiones del metal base y de la soldadura *brazing* presentan comportamientos similares en las respuestas de impedancia.

La soldadura láser altera las propiedades eléctricas de la interfaz electroquímica, probablemente como consecuencia de la influencia de un fenómeno de difusión que no es observado en las otras regiones.

AGRADECIMIENTOS

A FAPESP, procesos n.00/04491-9, 00/11125-9 e 01/14181-0, proyectos de maestria, doctorado y pos-doctorado, respectivamente.

BIBLIOGRAFIA

- 1. Oliveira E.J. Bioengenharia em implantes osseointegrados, Editora Pedro Primeiro, Rio de Janeiro, 1997.
- Brånemark P.I., Zarb G., Albrektsson T. Tissue-integrated prostheses osseointegration in clinical dentistry. Chicago: Quintessence Publishing Co., 1989.
- Souza P.C.R.D., Dinato J.C., Beatrice C.R.S., Guastaldi A.C., Bottino M.A. Rev. Assoc. Paul. Cir. Dent., 54, 470-475, 2000.
- 4. Welding handbook Miami: American Welding Society, V.2, Cap. 22, 1991.
- Schoeder A. et al. Implantodología dental., Caps. 1, 4, Editora Médica Panamericana, São Paulo, 1994.



Fig. 5. Espectros de impedancia obtenidos para la junta soldada a láser en dsolución de NaCl 0,9 con el correspondiente modelo circuito elétrico equivalente: formatos del plano complejo y de Bode. Valores obtenidos de los ajustes son: $R_{\Omega} = 10,2 \ \Omega \cdot cm^2$, $R_p = 4,8 \ k\Omega \cdot cm^2$, $CPE_1 = 1,7 \ mF \cdot cm^{-2}$, $CPE_2 = 7,8 \ mF \cdot cm^{-2}$.

- 6. ZPlot, version 1.2: electrochemical impedance software. Operating Manual. Charlottesville: Scribner Associates, 1995.
- ZView, version 1.2: impedance/gain phase. Graphing and analysis software. Operating Manual. Charlottesville: Scribner Associates, 1995.
- Santos M.L., Dissertação de Mestrado, Univ. Est. Paulista, UNESP, Araraquara, Brasil, 2002.
- Acciari H.A., Codaro E.N., Guastaldi A.C. Mater. Letters, 36, 148-151, 1998.
- Acciari H.A., Guastaldi A.C., Brett C. M.A. Electrochim. Acta, 46, 3887-3893, 2001.