

## DESVIOS DE QUALIDADE PRESENTES NO PROCESSO PIM DE OBTENÇÃO DE BRAQUETES DENTÁRIOS E SUAS CONSEQUÊNCIAS<sup>1</sup>

Ravi Kumar Ennet<sup>2</sup>  
 Seong-Jin Park<sup>3</sup>  
 Andrew Schenck<sup>4</sup>  
 Randall Michael German<sup>5</sup>  
 Patricia Thomas<sup>6</sup>  
 Belén Levenfeld<sup>7</sup>  
 Alejandro Várez<sup>7</sup>  
 Igor Oliveira Palagi de Souza<sup>8</sup>  
 Júpiter Palagi de Souza<sup>9</sup>  
 Alexandre Meneghello Fuentefria<sup>10</sup>  
 Valmikanathan Onbattuvelli<sup>11</sup>  
 Sundar Vedanarayan Atre<sup>12</sup>  
 Natalia Coll de Mello<sup>13</sup>

### Resumo

O presente estudo relata o resultado de pesquisa multidisciplinar focada em vários desafios envolvendo a produção de braquetes odontológicos obtidos pelo processo de Powder Injection Molding-PIM. É o resultado da colaboração com grupos de pesquisa em quatro continentes. Num primeiro estudo, design e desafios de fabricação envolvidos na produção, em microescala, de braquetes de alumina foram realizados. No segundo estudo, os desafios de garantir um preenchimento uniforme do molde foram examinados. O terceiro momento deste estudo concentrou-se na caracterização dos braquetes dentários em ambiente biológico, trabalho realizado pelo grupo brasileiro. O objetivo, deste artigo, foi destacar a necessidade de uma abordagem multi-funcional permitindo que se aumente às oportunidades na fabricação de componentes metálicos e cerâmicos para área médica, utilizando o processo PIM. As observações mostraram que a superfície irregular do braquete facilita o acúmulo de alimento bem como a formação de biofilme. Através da Microscopia de Força Atômica foi possível analisar a presença de biofilme microbiológico sobre a superfície metálica, sobre a qual o filme havia crescido, conforme comprovam os testes fenotípicos realizados previamente.

**Palavras-chave:** Braquete; Alumina; Metálico; Biofilme; PIM.

### QUALITY DEVIATIONS PRESENT IN THE PIM PROCESS TO GETTING DENTAL BRACKETS AND ITS CONSEQUENCE

#### Abstract

This is a multidisciplinary study focused on challenges involving the production of dental brackets obtained by PIM process. Is a result of collaboration with research groups in different continents. The first step design and manufacturing challenges involved in producing, microscale alumina brackets were performed. A second study focuses on the challenges to ensure a uniform filling of the mold. The third phase of this study focused on the characterization of dental brackets in biological environment. Using Atomic Force Microscopy allowed us to analyze the presence of biofilm on the metal surface. We highlight the main objective of this article the need for a multi-functional such that it allows for increased opportunities in manufacturing metal and ceramic components for the medical field, using the PIM process.

**Key words:** Bracket; Alumina; Metal; Biofilm PIM.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

<sup>2</sup> *Principal Scientist, Global Tungsten and Powders Corporation, Towanda, Pennsylvania, USA.*

<sup>3</sup> *Dr. in Electronics, Dean of Research Affairs, Division of Advanced Nuclear Engineering, Engineering Building I, Pohang University of Science and Technology. Republic of Korea.*

<sup>4</sup> *Sales Engineer, Turner Group Inc. Seattle, WA, USA.*

<sup>5</sup> *Dean of Engineering Research, Professor of Mechanical Engineering, San Diego State University, San Diego, California, USA,.*

<sup>6</sup> *Research Assistant, Industrial and Manufacturing Engineering Department, Oregon State University, Corvallis, Oregon, USA.*

<sup>7</sup> *Dr. In Material Engineering, Professor, Universidad Carlos III de Madrid, Madrid, Spain.*

<sup>8</sup> *Graduate Student in Pharmacy, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil.*

<sup>9</sup> *Dr.in Metallurgy Engineering, Associate Professor, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre,, RS, Brasil.*

<sup>10</sup> *Dr. In Pharmacy, Associate Professor, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil.*

<sup>11</sup> *Research Assistant, Industrial and Manufacturing Engineering Department, Oregon State University, Corvallis, Oregon, USA.*

<sup>12</sup> *Dr. in Chemistry Engineers, Associate Professor, Oregon State University, Industrial and Manufacturing Engineering Department, Corvallis, Oregon,*

<sup>13</sup> *Graduate Student, in Production Engineer, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil.*

## 1 INTRODUÇÃO

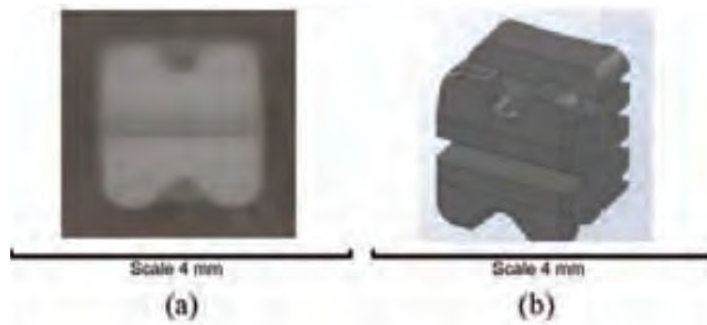
Powder Injection Molding (PIM) vem se destacando anualmente em aplicações na área médica, tendo como foco a produção de braquetes ortodônticos. A capacidade do processo PIM para a fabricação de suportes dentários em grandes volumes e com uma configuração de uma peça que facilita o conforto do doente é um vantagem singular. A fabricação de braquetes é obtida a partir de aços inoxidáveis 316L, ligas 17-4 PH e aços inoxidáveis livres de níquel, ligas de titânio ligas e materiais cerâmicas, tais como alumina e zircônio.<sup>(1-5)</sup> No entanto, a sua utilização na fabricação desses produtos vem apresentando vários desafios. Requisitos de qualidade e design, importantes aspectos para uma produção em grande volume, são característicos das propriedades do *feedstock* e etapas durante o processo de injeção. Os estudos realizados em diferentes laboratórios, ao redor do mundo, abordaram a dispersão dimensional de características em microescala em suportes dentários de alumina e um estudo que analisou o desequilíbrio durante o preenchimento das multi-cavidades da ferramenta durante o enchimento do molde. O terceiro estudo fundamentou-se na investigação e compreensão do efeito da exposição do material em ambiente biológico, objetivo da colaboração da UFRGS para este estudo internacional. O presente estudo dedicou-se a caracterização da formação de biofilme sobre suportes dentários obtidos em alumina e aço 316. Em conjunto os três estudos demonstram a importância do estudo multidisciplinar e esforços para continuar a aumentar as oportunidades no fabrico de dispositivos metálicos e cerâmicos como componentes médicos pelo processo PIM.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

O *Feedstock* foi primeiramente desaglomerado em um misturador de dupla rosca contínua *Readco*, onde se aplicou altas taxas de cisalhamento. Para injeção do *feedstock* utilizou-se uma injetora da marca *Arburg*. Baixas taxas de cisalhamento foram obtidas utilizando-se um Reômetro de Torque *Haake Rheocord*. A análise reológica do *feedstock* foi feita usando um reômetro de capilaridade *Kayness Galaxy*. Nas determinações onde se utilizou determinação de biofilme utilizou-se um equipamento de Microscopia de Força Atômica, pertencente ao Laboratório de Magnetismo (LAM) do Instituto de Física da UFRGS. Este equipamento utilizado foi um modelo *Multimode* produzido pela *Digital Instruments* (DI) com uma interface *NanoScope IIIa*. Na análise das imagens utilizou-se um *software NanoScope* (Bruker v1.4).

### 2.1 Propriedades do *Feedstock* para o *Design* do Processo de *Powder Injection Molding*

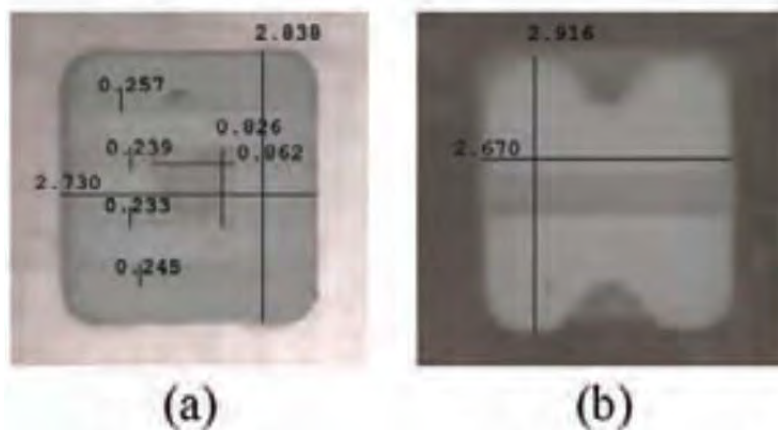
A adição de partículas na ordem de microescala proporciona uma situação vantajosa para o processo PIM (WU, 2008). *Feedstock* de alumina contendo aglomerante (*binder*) a base de cera e polímeros foi usado para obter partes com densidade do sinterizado na ordem de 99,8%.



**Figura 1.** Aspecto da geometria (a) braquete sinterizado obtido por moldagem por injeção (b) projeto em CAD.<sup>(6)</sup>

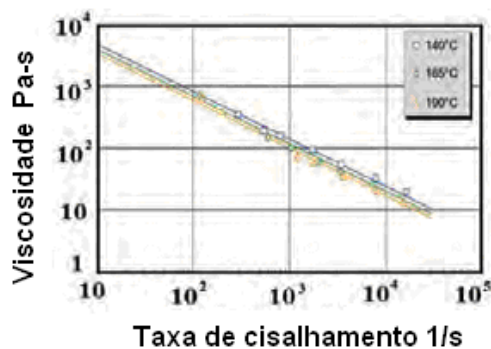
O ponto chave deste estudo foi identificar a dispersão dimensional no braquete sinterizado como ilustrado na Figura 2.

Os canais e nervuras mostrados na Figura 2a exibem uma distribuição nas dimensões, na face inferior, diferente daquele projetado por CAD. Efeito similar ocorre nas dimensões externas, na parte superior e inferior do braquete. Uma possível explicação para isto deve-se a presença de inhomogeneidades pela presença de microestruturas nas espécimes moldadas que se intensificam pela sinterização. Para analisar este efeito, simulação usando o software *Moldflow* foi feita. Para tanto varias características do *feedstock* foram medidas, incluindo propriedades térmicas, reológicas e medidas PVT.



**Figura 2.** Variação dimensional (mm) em braquetes: (a) face interior e (b) face superior.<sup>(6)</sup>

Na Figura 3 mostra-se a relação entre viscosidade e taxa de cisalhamento a três temperaturas. A densidade do *feedstock* decresce com o aumento na taxa de cisalhamento e temperatura.



**Figura 3.** Relação entre a viscosidade (Pa-s) e a taxa de cisalhamento (s<sup>-1</sup>) para o *feedstock* de alumina a três temperaturas.<sup>(6)</sup>

Os dados reológicos foram ajustados pela equação de Cross-WLF. O modelo de viscosidade de Cross-WLF descreve a temperatura, a taxa de cisalhamento, e a dependência da pressão em relação a viscosidade. A Equação de Cross-WLF é:

$$\eta = \frac{\eta_0}{1 + \left(\frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{\tau^*}\right)^{1-n}}$$

Onde:  $\eta$  é a viscosidade do *feedstock* fundido (Pa s);  $\eta_0$  é a viscosidade a taxa zero ou o chamado limite de Newtonian onde a viscosidade aproxima-se de uma constante quando em valores de baixa taxa de cisalhamento;  $\dot{\gamma}$  é a taxa de cisalhamento (1/s);  $\tau^*$  é o nível de tensão crítico na taxa de cisalhamento determinada pela ajuste da curva;  $n$  é o índice da lei de potencia em regime de elevado taxas de cisalhamento obtidos pelo ajuste da curva. A taxa de viscosidade zero é dada pela equação:

$$\eta_0 = D_1 \exp\left[-\frac{A_1(T - T^*)}{A_2 + (T - T^*)}\right]$$

Onde:  $T$  é a temperatura (K);  $T^*$  é a temperatura de transição vítrea determinada pelo ajuste da curva;  $A_2 = A_3 + D_3 p$ ;  $p$  é a pressão (Pa), e onde  $D_1$ ,  $A_1$ ,  $A_3$ , e  $D_3$  são coeficientes de ajuste da curva.  $A_1$  e  $A_2$  são fatores de ajuste de temperatura em WLF. A temperatura de transição vítrea é dado pela equação:

$$T^* = D_2 + D_3 p \text{ onde } D_2 \text{ é um dado da curva.}$$

A Figura 4 mostra o calor específico do *feedstock* como uma função da temperatura. Múltiplos picos presentes mostram a presença de diferentes componentes do sistema aglutinante (*binder*). O calor específico da parte fundida foi determinada em 1,300 J/kg.K. A medida PVT do *feedstock* forneceu as alterações do volume específico da parte fundida na cavidade como uma função da pressão na cavidade e temperatura Figura 5.

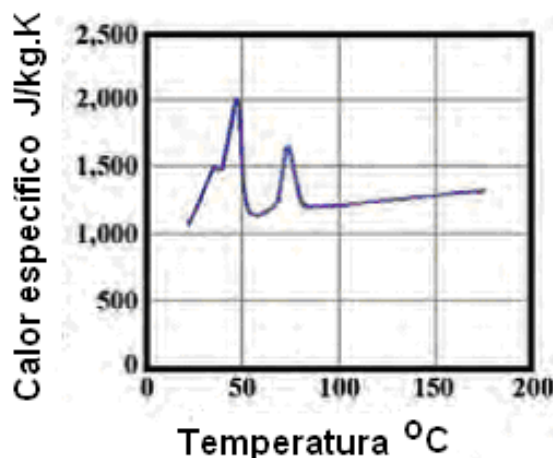


Figura 4. Calor específico como função da temperatura para um *feedstock* de alumina.<sup>(6)</sup>

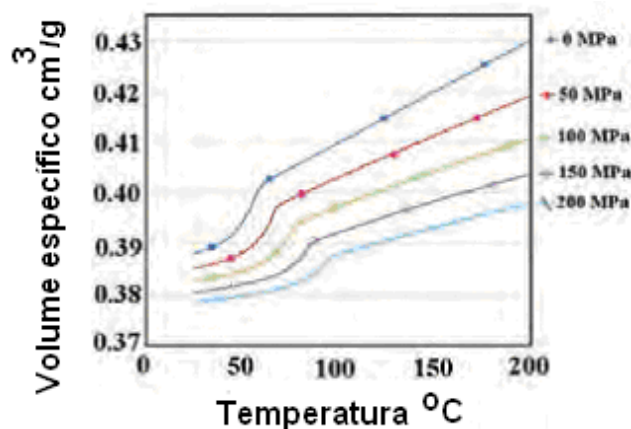


Figura 5. Relação PVT para um *feedstock* de alumina.<sup>(6)</sup>

A equação Tait foi usado para representar o comportamento do volumétrico do *feedstock*  $v(p, T)$  como uma função da temperatura e da pressão.

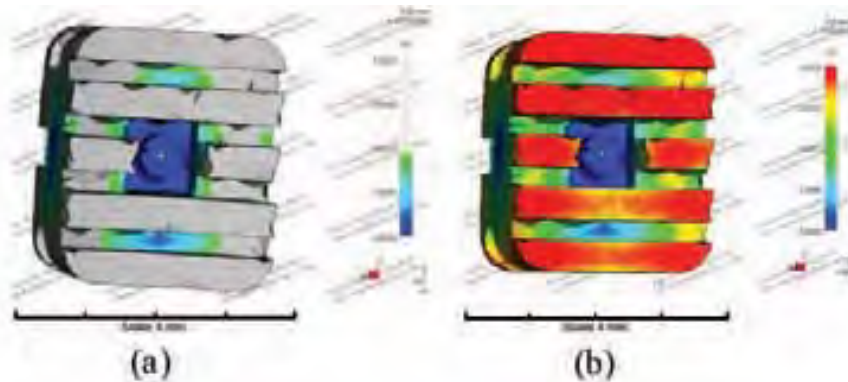
$$v(p, T) = v_o [1 - C \ln(1 + p/B)] + v_f$$

Utilizando a tabela com as propriedades do material a simulação do enchimento do molde do braquete foi obtida como mostrado na Figura 6. Pode ser visto que as ranhuras e canais tendem a encher no final do processo de moldagem quando a temperatura do *feedstock* é mais baixa, estando sujeito a um elevado cisalhamento. Estas condições favorecem a que o pó metálico separe-se do ligante sendo o provável motivo de retenção de forma excelente na fase de moldagem, mas dispersão dimensional no estágio de sinterização.

Tabela 1. PVT parâmetros para o *feedstock*<sup>(6)</sup>

	Parâmetro	Valor
Estado Sólido	$b_1$ (m <sup>3</sup> /kg)	$3,8 \times 10^{-4}$
	$b_2$ (m <sup>3</sup> /kg)	$5,3 \times 10^{-8}$
	$b_3$ (Pa)	$6,5 \times 10^8$
	$b_4$ (1/K)	$3,8 \times 10^{-6}$
Estado Líquido	$b_1$ m <sup>3</sup> /kg	$4,0 \times 10^{-4}$
	$b_2$ m <sup>3</sup> /kg	$2,0 \times 10^{-7}$
	$b_3$ (Pa)	$2,9 \times 10^8$
	$b_4$ (1/K)	$4,7 \times 10^{-9}$
	$b_5$ (K)	332,2
	$b_6$ (K/Pa)	$1,8 \times 10^{-7}$
	$b_7$ (m <sup>3</sup> /kg)	$1,2 \times 10^{-6}$
	$b_8$ (1/K)	0,1
	$b_9$ (1/Pa)	$2,0 \times 10^{-8}$

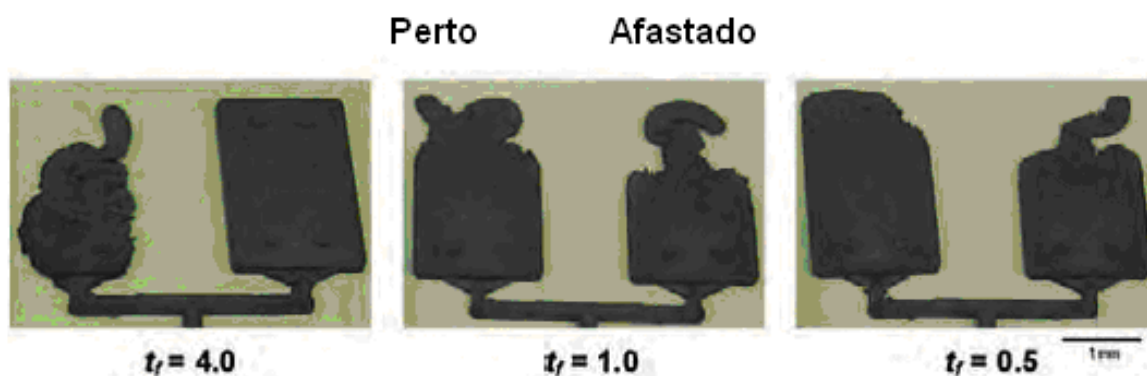




**Figura 6.** Comportamento durante o enchimento do molde do braquete (a) estágio inicial (b) estágio final.<sup>(6)</sup>

## 2.2 Comportamento das Multicavidades Durante o Enchimento do Molde

Dispositivos para área médica obtidos pelo processo PIM são fabricados usando-se ferramentas com multicavidade. O principal desafio com ferramentas com multicavidades é garantir o uniforme enchimento do molde por um todo.<sup>(5,7)</sup> Quando ocorre um enchimento desbalanceado surge variações em pesos que influem na tolerância e propriedades da peça final. Alguns aspectos no desequilíbrio durante o enchimento podem ser resolvidos. No entanto, os desafios permanecem em assegurar quanto a distribuição de pressão, temperatura e fluxo de massa. Experimentos e simulações foram realizadas para entender o que estava contribuindo para variações no enchimento utilizando um feedstock de aço inoxidável 316L. Como ligante foi utilizado cera polimérica e os tempos de enchimento da carga de alimentação foram de 0,5 s, 1 s, e 4 s. Progresso no preenchimento com feedstock próximo e afastado dos lados de um molde de teste espacialmente equilibrado é mostrado na Figura 7.



**Figura 7.** Progresso de enchimento com a carga de *feedstock* próximo e afastado das paredes do molde em três tempos de enchimento.<sup>(6)</sup>

A fim de entender e controlar a não uniformidade do fluxo na simulação de ferramentas com multicavidades durante o enchimento das peças foi utilizado o software denominado PIMSolver. Os resultados da simulação a 0,5 s e 4,0 s estão mostrados na Figura 8. A temperatura média próximo e afastada da parede do molde mostrou-se dependente do material bem como das condições de enchimento do molde.

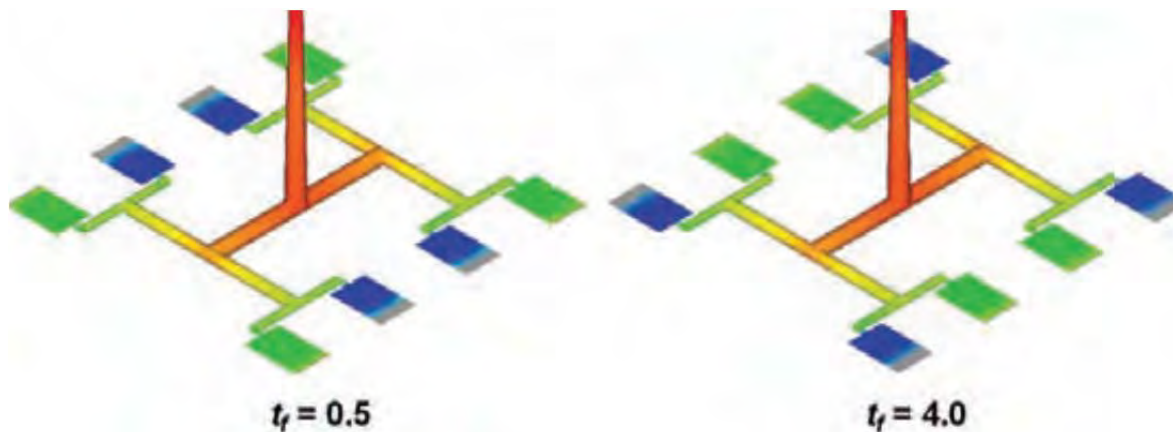


Figura 8. Simulação do enchimento do molde com feedstock para tempos de 0,5 s e 4s.<sup>(6)</sup>

A simulação mostrando o efeito dos canais de resfriamento durante o enchimento das multicavidades esta mostrado na Figura 9. Os resultados da simulação mostram que o lado mais distante do molde é mais quente, devido à baixa perda de calor comparado com a extremidade mais próxima. Isto resulta no preenchimento muito mais rápido da cavidade mais distante em relação a mais proxima.

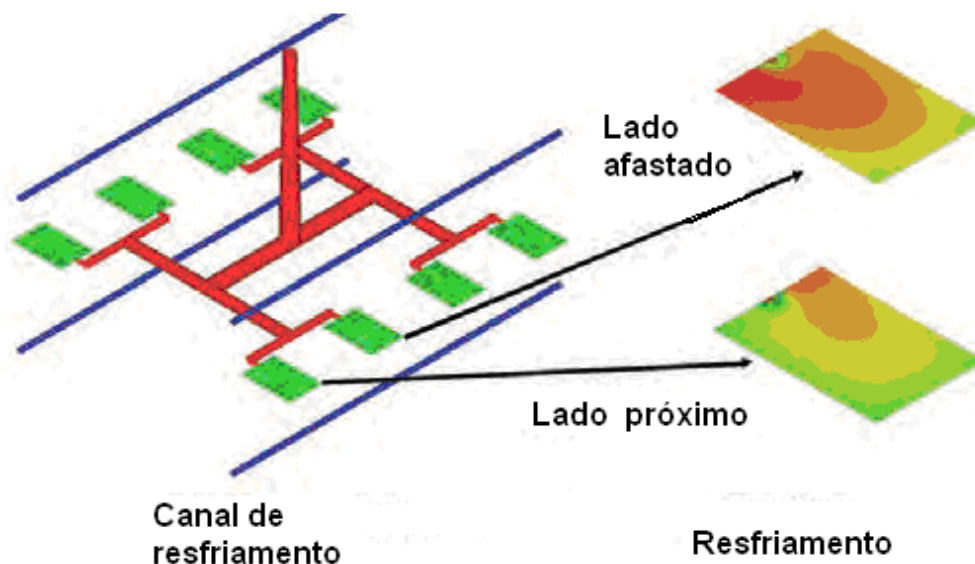


Figura 9. Efeito do resfriamento durante o enchimento com *feedstock*, próximo e afastado dos moldes.<sup>(6)</sup>

### 2.3 Identificação de Biofilme de *Candida* na Superfície do Substrato

Dispositivos relacionados à formação de biofilme aumentam as internações hospitalares, estimando-se um custo de mais de um bilhão de dolares/ano com internações só nos USA.<sup>(8)</sup> No caso específico dos braquetes dentários os problemas mais comuns associados com a formação de biofilme incluem doenças periodontais e descalcificação. Pacientes com AIDS, que fazem quimioterapia devido a cancer e transplantados de medula óssea ficam vulneráveis a ação do fungo da espécie *Candida albicans* localizado principalmente na cavidade oral.<sup>(9)</sup> Estudos demonstram que existe variação na porosidade, dureza, densidade de carga superficial nos braquetes obtidos pelo processo PIM.<sup>(10)</sup>

No presente trabalho foram utilizados o modo *tapping* e contato, utilizando-se um equipamento pertencente ao Laboratório de Magnetismo (LAM) do Instituto de Física da UFRGS. Este equipamento utilizado foi um modelo *Multimode* produzido pela *Digital Instruments* (DI) com uma interface *NanoScope IIIa*. Na análise das imagens utilizou-se o *software NanoScope* (Bruker v1.4).

Inicialmente os braquetes foram mergulhados em uma solução de etanol 70° e submetidos a ação de ultrassom para remover alguma contaminação que possa ter ocorrido antes do teste. Os braquetes foram secos e a superfície dos braquetes de inox foi observada usando Microscopia de Força Atômica por contato.

Na sequencia os braquetes foram colocadas em uma solução de *Tryptic Soy Broth* (TSB) contendo colônias de *Candida albicans*. Após 96 horas, tempo considerado ótimo para crescimento de biofilme as amostras foram observadas em AFM pelo modo *tapping*.

Finalmente utilizou-se análise de *Bearing* para caracterizar as diferenças matemáticas entre as superfícies contaminada e estéril. Além disso, o volume de biofilme foi observado.

A análise das imagens deu-nos uma indicação de uma superfície diferente, A utilização da Análise de *Bearing* foi necessária e um modo mais confiável para confirmar a formação de biofilme sobre uma superfície, comparando o controle e amostra. Além disso, o uso da Análise de *Bearing* permitiu uma estimativa quantitativa e qualitativa. Como em outros estudos o modo *tapping* foi utilizado para preservar a forma dos microrganismos.<sup>(11-15)</sup> A análise quantitativa do volume de biofilme de fungo sobre a área da superfície analisada foi feita através da Análise de *Bearing* (*NanoScope Software*), obtendo-se o volume de  $39.5225\mu\text{m}^3$  sobre uma área de  $15 \times 15\mu\text{m}$ . Ao mesmo tempo os testes fenotípicos revelaram a presença do crescimento de diversas colônias, provando a formação e existência do biofilme sobre a superfície dos braquetes.

### 3 CONCLUSÃO

Este artigo descreve as principais conclusões de três estudos multidisciplinares sobre braquetes dentários obtidos por Powder Injection Molding. O primeiro estudo determina as propriedades do feedstock de alumina obtido pela mistura com cera e polímeros, útil na compreensão do processo de design e de problemas na fabricação de particulass na ordem de microescala e simulação do molde de braquetes dentários usando software Moldflow. O segundo estudo analisou as origens do desequilíbrio de enchimento em ferramentas multi-cavidade utilizando simulações com o software PIMSolver. O terceiro estudo envolveu a utilização de AFM para avaliar a influência das características de superfície na formação de biofilme sobre os braquetes. O grande resultado destes estudos destaca-se pela colaboração global na promoção do crescimento das aplicações na área médica de processo de Powder Injection Molding.

### Agradecimentos

Agradecemos o apoio financeiro da FAPERGS (Fundação de Amparo a Pesquisa no Rio Grande do Sul) e o Instituto de Física da UFRGS ( Alegre, Brasil) por permitir que fosse usado o AFM no Laboratório de Propriedades Magnéticas.



## REFERÊNCIAS

- 1 ELIADES.T., "Orthodontic Materials Research and Applications: Part 2. Current Status and Projected Future Developments in Materials and Biocompatibility", *American J. of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*, Washington, v.131, n.2 p253-262, 2007.
- 2 OH. K.T., CHOO .S.U., KIM .K.M. and KIM .K.N., "A Stainless Steel Bracket for Orthodontic Application", *European J. of Orthodontics*. Oxford, USA, v.27, n.3, p. 237–244, 2005.
- 3 GIOKA .C.; BOURAUUEL. C., ZINELIS .S., ELIADES .T., SILIKAS. N. AND ELIADES, G., "Titanium Brackets: Structure, Composition, Hardness and Assessment of Ionic Release", *Dental Materials*, Manchester, UK, v.20,n.7 p. 693–700, 2004.
- 4 ROH .J.Y., J. KWON , C.S. LEE AND CHOI . J.S., "Novel Fabrication of Pressure-less Sintering of Translucent Powder Injection Molded (PIM) Alumina Blocks", *Ceramics International*, Washington, USA, v. 37, n. 1, p. 321–326, 2011.
- 5 WU. C.; ATRE. S.V.; LADDHA. S., LEE, S; SIMMONS, K.;, PARK, S.J.; GERMAN, R.M. and WHYCHELL ,D.T. SR., "Material Homogeneity in Powder Injection Moulded Ceramic Microchannel Arrays", *Powder Injection Molding Intl.*, Shrewsbury , UK, v.2, n.2, p.68-73, 2008.
- 6 ENETTI, R. K. et all. Critical Issues in Manufacturing Dental Brackets by Powder Injection Molding. *International Journal of Powder Metallurgy*, Princeton, New Jersey, USA, v. 48, n. 2, p. 23-28, 2012.
- 7 BEAUMONT, J.P.; YOUNG , J.H.; and JAWORSKI, M.J., "Mold Filling Imbalances in Geometrically Balanced Runner Systems", *J. of Reinforced Plastics and Composites*, California, USA, v.18, n.6, p.572-590, 1999.
- 8 SHIRTLIFF , M.; AND LEID, J.G. *The Role of Biofilms in Device-Related Infections*, edited by Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany, p.1840, 2009
- 9 DEMLING , A.; C. ELTER, T. HEIDENBLUT, FR-W.; BACH, A.; HAHN, R.; SCHWESTKA-POLL; STIESCH , M. and HEUER , W., "Reduction of Biofilm on Orthodontic Brackets with the Use of a Polytetrafluoroethylene Coating", *European J. of Orthodontics*, Oxford, USA, v.32, n.4, p414-418, 2010.
- 10 ZINELIS, S.; ANNOUSAKI . O.; MAKOU, M. and ELIADES, T., "Metallurgical Characterization of Orthodontic Brackets Produced by Metal Injection Molding", *Angle Orthodontist*, Lawrence, USA, v75, n.6, p. 1,024–1,031, 2005.
- 11 LAL P, AGARWAL V, PRUTHI P, PEREIRA BMJ, KURAL MR, PRUTHI V. Biofilm formation by *Candida albicans* isolated from intrauterine devices. *Indian J. Microbiol.* New Delhi, India, v.48, p.438-444, 2008.
- 12 LAL P, SHARMA D, PRUTHI P, PRUTHI V. Exopolysaccharide analysis of biofilm-forming *Candida albicans*. *Journal of Applied Microbiology*. Oxford, UK, v.109, p.128-136, 2010.
- 13 NOUMI E, SNOUSSI M, HENTATI H, MAHDOUANI K, DEL CASTILLO L, VALENTIN E, SENTANDREU R, BAKHROUF A. Adhesive Properties and Hydrolytic Enzymes of Oral *Candida albicans* Strains. *Mycopathologia*, New York, USA, v.4, n. 169, p. 269–278, 2010.
- 14 WRIGHT, C.J.; SHAH, M.K., POWELL, L.C., ARMSTRONG, I. Application of AFM from microbial cell to biofilm. *The Journal of Scanning Microscopies*, California, USA, v.32, p.134-149, 2010..
- 15 CHANDRAN P, NILANJANA D. Degradation of diesel oil by immobilized *Candida tropicalis* and biofilm formed on graves. *Biodegradation*. New York, USA, v. 22, p.1181-1189, 2011.