

Caracterização da Microestrutura da liga Zn-Mg-Cu para Aplicação como Biomaterial

Palavras-Chave: Solidificação, Microestrutura, Dureza

Autores/as:

Felipe de Lima [UNICAMP]

Prof. Dr. Noé Cheung (orientador) [UNICAMP]

Dra. Talita Almeida Vida de Brito (coorientadora) [UNICAMP]

INTRODUÇÃO:

Materiais metálicos com características biodegradáveis têm sido alvo de investigações sistemáticas objetivando sua aplicação na forma de implantes temporários graças a uma combinação adequada de propriedades mecânicas e biocompatibilidade. Como o zinco, o magnésio e o cobre são elementos presentes no organismo humano, atuantes em processos fisiológicos e não agressivos à saúde, além de serem comumente utilizados na indústria metalúrgica, foi desenvolvida nesta pesquisa uma avaliação, por meio do experimento de solidificação unidirecional, da liga Zn-1%Mg-1%Cu com enfoque na caracterização da microestrutura, e na correlação dos parâmetros térmicos da solidificação com parâmetros microestruturais e destes com a característica mecânica (Microdureza Vickers) apropriada à aplicações como biomateriais.

METODOLOGIA:

Para a realização do presente trabalho foi necessário realizar um estudo atualizado da literatura sobre o processo de solidificação, parâmetros térmicos de solidificação, microestruturais e características mecânicas.

Em sequência, foi realizado o experimento de solidificação unidirecional vertical ascendente em condições transitórias de extração de calor com o auxílio de um dispositivo, detalhado na Figura 1, para a obtenção do lingote.

Durante o experimento de solidificação, com o auxílio de termopares posicionados ao longo da lingoteira, foram obtidas as curvas de resfriamento. A partir da análise das curvas de resfriamento foi determinado os parâmetros térmicos de solidificação: velocidade de avanço da isoterma *liquidus* (V_L), e taxa de resfriamento (\dot{T}).

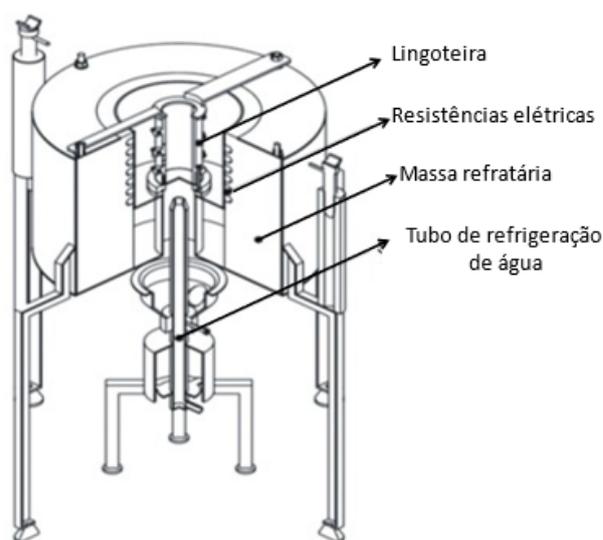


Figura 1. Esquema do dispositivo utilizado para o experimento de solidificação vertical ascendente. Adaptado de FARIA et. al, 2015.

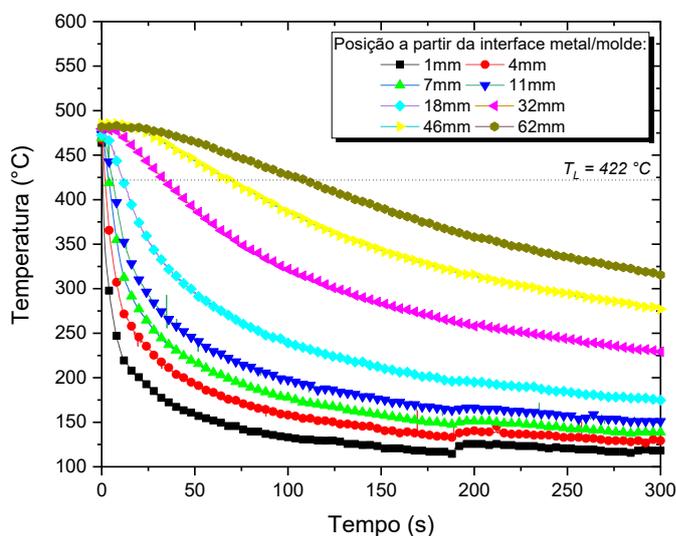
Posteriormente, o lingote foi seccionado ao meio para a obtenção da morfologia macroestrutural com uma das partes, a outra parte realizou-se o seccionamento (a partir da base do lingote) para a obtenção das amostras transversais nas posições (5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 70 mm) para análise microestrutural. A macroestrutura foi obtida através do lixamento, lixas de granulometria até 1200 mesh, e posterior ataque químico. Para a obtenção da morfologia microestrutural todas as amostras foram preparadas seguindo etapas de lixamento e polimento com pasta de diamante de 6 e 1 μ m, e em seguida atacadas com reagente Nital 10% por 7 segundos. Após a revelação da microestrutura foram tiradas imagens com o microscópio óptico e em seguida realizadas medições do espaçamento secundário, através do auxílio do software ImageJ, para então relacionar as medidas de espaçamento com parâmetros térmicos obtidos anteriormente.

Por fim, foram realizados ensaios de microdureza Vickers para cada amostra transversal. Os parâmetros utilizados no ensaio foram carga 0,2 kgf e tempo de 15s. Assim, com tais dados, foram elaboradas Leis Experimentais de Crescimento que correlacionam microdureza Vickers e parâmetros microestruturais.

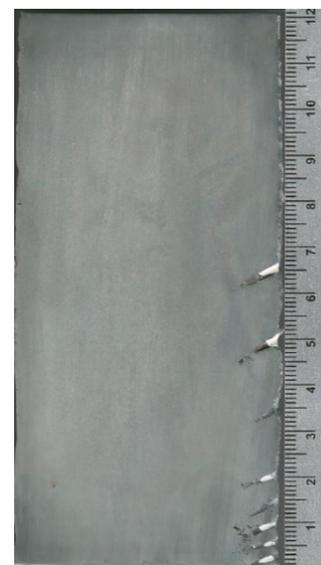
RESULTADOS E DISCUSSÃO:

A figura 2a retrata o perfil de curvas experimentais de resfriamento da liga Zn-1%Mg-1%Cu, e a figura 2b apresenta a macroestrutura de solidificação referente ao lingote. Nota-se uma diminuição gradual dos perfis de temperatura com o aumento da posição do termopar ao longo do comprimento do lingote devido à extração de calor ocorrer apenas pela base refrigerada durante a solidificação, como confirmado pela macroestrutura totalmente colunar, e em virtude do aumento da resistência térmica à passagem de calor proveniente da evolução da camada sólida formada com o avanço da solidificação (BRITO, 2017).

A figura 3 mostra a curva de velocidade da isoterma *liquidus* (V_L) ao longo do comprimento do lingote. A V_L foi determinada a partir do cálculo da derivada da função $P(t)$ obtida experimentalmente em relação ao tempo (t) da passagem da isoterma *liquidus*, isto é, $V_L = dP/dt$. Nota-se que a velocidade diminui à medida que a isoterma *liquidus* se afasta da interface metal/molde, portanto, apresenta um perfil decrescente de velocidade.



(a)



(b)

Figura 2. Para a liga Zn-1%Mg-1%Cu apresenta-se as (a) curvas de resfriamento e a (b) macroestrutura de solidificação, onde a seta representa o sentido do fluxo de calor.

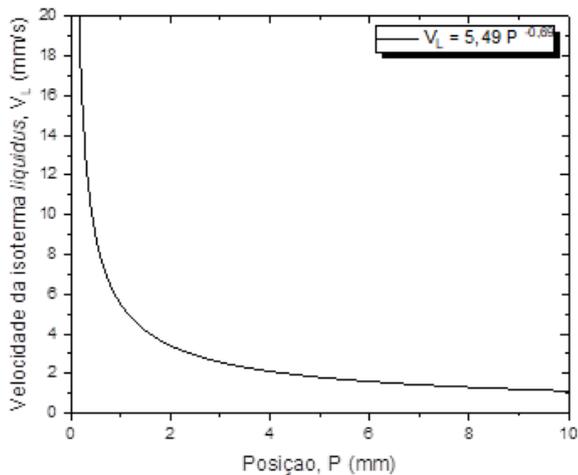


Figura 3. Velocidade de avanço da isoterma liquidus em função da posição a partir da interface metal/molde para a liga Zn-1%Mg-1%Cu.

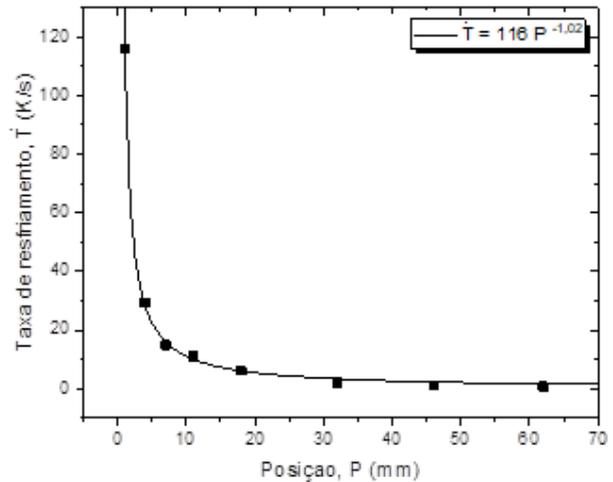


Figura 4. Taxa de resfriamento em função da posição a partir da interface metal/molde para a liga Zn-1%Mg-1%Cu

A taxa de resfriamento (\dot{T}) foi determinada a partir da derivada da temperatura em relação ao tempo frente a isoterma *liquidus*, isto é, $\dot{T} = dT/dt$. A Figura 4 mostra o comportamento de perfil de taxa de resfriamento experimental, onde os valores de taxa diminuem à medida que se distancia da interface metal/molde.

As microestruturas da liga são apresentadas na Figura 5. As microestruturas representam morfologias dendríticas correspondentes as posições (5 e 70mm) do lingote, respectivamente. Com o afastamento da base e diminuição da cinética de resfriamento, é notável que a microestrutura se torna mais grosseira.

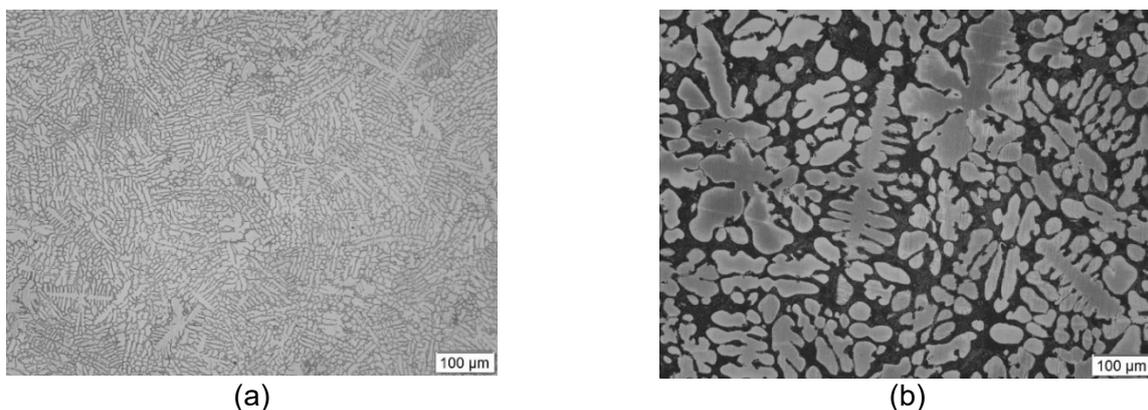


Figura 5. Microestrutura típica obtida através de microscópio óptico da liga Zn-1%Mg-1%Cu, com aumento de 100x, para posição de (a) 5mm e (b) 70mm.

Após a caracterização e definição das microestruturas de solidificação das amostras, os espaçamentos foram correlacionados com os parâmetros térmicos de solidificação (V_L , \dot{T}). As Figuras 6 e 7 representam graficamente a evolução dos espaçamentos dendrítico secundário (λ_2), em função da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* e taxa de resfriamento, respectivamente. As leis de experimentais de crescimento de ramificações dendríticas secundária baseia-se no expoente $-1/3$ para a \dot{T} e $-2/3$ para a V_L . Observa-se uma diminuição do espaçamento com o aumento da \dot{T} e V_L .

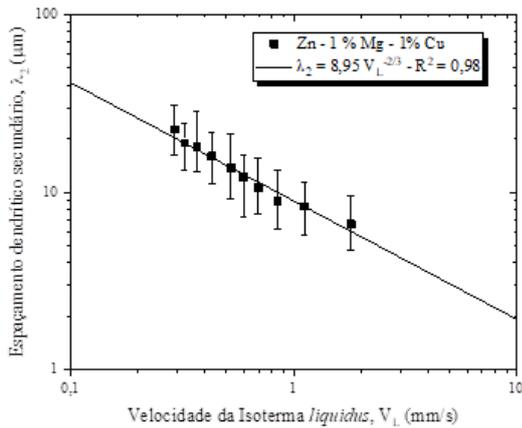


Figura 6. Evolução microestrutural da liga: λ_2 vs V_L .

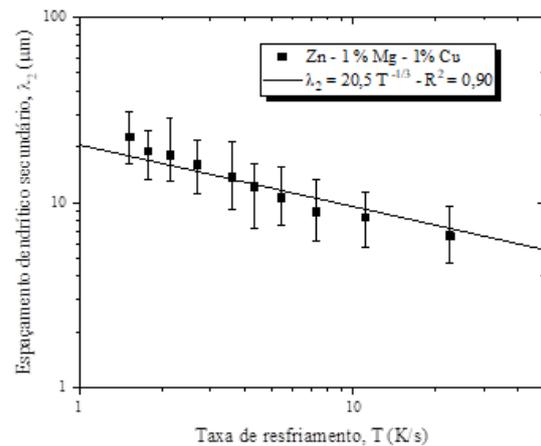


Figura 7. Evolução microestrutural da liga: λ_2 vs \dot{T} .

Os valores médios de microdureza em função do espaçamento dendrítico secundário está apresentado na Figura 8. Uma equação do tipo Hall-Petch $HV_{0.2} = 144,2 - 106,7(\lambda_2)^{-1/2}$ demonstra o comportamento da microdureza Vickers em função de $\lambda_2^{-1/2}$ (CALLISTER, 2002). Analisando os resultados nota-se uma variação da microdureza com o espaçamento dendrítico secundário.

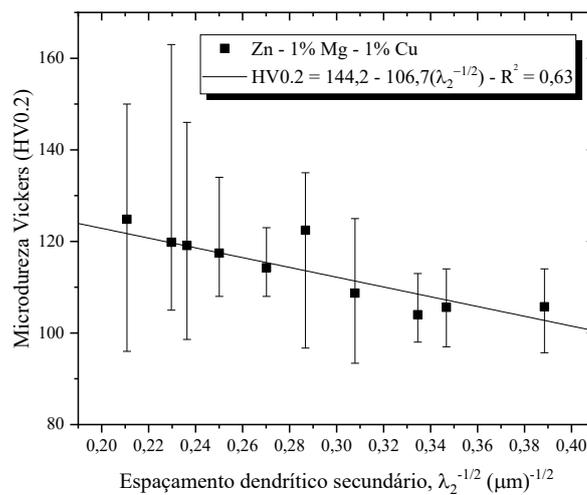


Figura 8. Evolução da Microdureza Vickers em função de $\lambda_2^{-1/2}$.

CONCLUSÕES:

Apresentados todos os resultados, pode-se concluir que a liga Zn-1%Mg-1%Cu apresentou grãos colunares ao longo de todo o lingote, e a formação de microestrutura dendrítica. As leis experimentais obtidas para a liga com relação entre os espaçamentos dendrítico secundário em função da velocidade da isoterma *liquidus* e da taxa de resfriamento, foram: $\lambda_2 = 20,5(\dot{T})^{-1/3}$ e $\lambda_2 = 89,5(V_L)^{-2/3}$. A liga apresentou um intervalo de faixa de microdureza entre 100HV e 130HV, sendo a dependência entre microdureza e o espaçamento dendrítico secundário razoavelmente bem representada por equações do tipo Hall-Petch com a forma $HV_{0.2} = 144,2 - 106,7(\lambda_2)^{-1/2}$. Salienta-se que é necessária uma investigação da sua reação no meio fisiológico, por meio de ensaios *in vivo* e *in vitro*, para a determinação de biocompatibilidade.

BIBLIOGRAFIA

BRITO, Talita Almeida Vida de. **Solidificação Unidirecional de Ligas Zn-Mg: Evolução Microestrutural, Propriedades Mecânicas e Resistência à Corrosão.** Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica. Universidade Estadual de Campinas, 2017. Tese de Doutorado.

CALLISTER, W. D. Jr. **Ciência e engenharia dos materiais: Uma introdução.** 5ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002

FARIA, Jonas Dias et al. **Influência na microestrutura e na microdureza decorrente da adição de 4%Ag na liga Al-4%Cu solidificada unidirecionalmente.** *Matéria (Rio J.)*, Rio de Janeiro, v. 20, n. 4, p. 992-1007, Dec. 2015.