

## 1. IDENTIFICAÇÃO

Nome do Orientador:	<b>Profa. Dra. Alessandra Cremasco</b>
Nome do Aluno:	<b>Isabella Vinha Alves</b>
Área do projeto:	<b>Tecnológicas</b>
Instituição:	<b>Faculdade de Ciências Aplicadas - Unicamp</b>
Título do projeto do aluno:	<b>Transformação de fases em nanotubos de TiO<sub>2</sub> em ligas Ti-35Nb-3Sn solubilizada e envelhecida.</b>

## 2. OBJETIVO

O objetivo do presente projeto é dar continuidade ao estudo “Obtenção e Caracterização de Nanotubos de TiO<sub>2</sub> em ligas Ti-35Nb-3Sn e Ti-10Mo-3Sn” realizado pela aluna no período de julho de 2019 à setembro de 2020. Neste período, o foco está na investigação da corrosão de amostras Ti-35Nb-3Sn envelhecidas em outra combinação temperatura e taxa de aquecimento e o efeito do tratamento térmico na cristalização dos nanotubos de titânia.

## 3. DESCRIÇÃO DA PESQUISA

O titânio e suas ligas são considerados os materiais mais indicados na fabricação de componentes para os mais diversos tipos de implantes médicos (RACK e QAZI, 2006), pois combinam boas características mecânicas e de resistência à corrosão. Além disso, a biocompatibilidade, osseointegração e não citotoxicidade, são características fundamentais para esta utilidade. As ligas de titânio tipo  $\beta$ , contendo elementos não tóxicos como Nb, Zr, Ta e Sn, possuem módulos de elasticidade menores comparadas às do tipo  $\alpha+\beta$ , assimilando-se melhor com o módulo de elasticidade do osso, e por isso estão sendo amplamente estudadas nas últimas décadas para uso no setor biomédico (ZHANG e CHEN, 2019).

Sabendo disso, na quota de 2019/2020 foi realizado o estudo “Obtenção e Caracterização de Nanotubos de TiO<sub>2</sub> em ligas Ti-35Nb-3Sn e Ti-10Mo-3Sn”, no qual se utilizou amostras solubilizadas e envelhecidas a 500°C e 600°C em taxas de 2°C/min e 250°C/min. A partir de seus resultados, que não indicaram mudanças significativas na microestrutura e nas propriedades mecânicas e de corrosão da liga Ti-35Nb-3Sn (ALVES, 2020), verificou-se a necessidade de aprofundar o estudo em outras temperaturas de envelhecimento. Foi escolhido continuar o estudo utilizando uma temperatura menor, 400°C nas mesmas taxas de aquecimento (2 e 250°C/min), objetivando obter a precipitação da fase alfa e com isso aumentar a resistência mecânica da liga.

Para o desenvolvimento do estudo, as metas principais foram analisar a microestrutura e o comportamento mecânico mediante análise de dureza Vickers e medida de módulo de elasticidade por ultrassom, e na sequência avaliar o comportamento de corrosão das amostras envelhecidas a temperatura de 400 °C por 1 h com taxas de aquecimento de 2 e 250 °C/min.

Na quota passada, os resultados de obtenção da camada nanoestruturada de TiO<sub>2</sub> mostrou-se insensível aos tratamentos térmicos realizados nos substratos envelhecidos, em decorrência da similar microestrutura. Desta forma, optou-se por seguir uma nova rota através da anodização do substrato da liga Ti-35Nb-3Sn na condição solubilizada e posteriormente realizar o tratamento térmico às temperaturas de 400, 500 e 600 °C para cristalização de nanotubos e concomitante envelhecimento do substrato.

A metodologia utilizada para o presente projeto foi separada em cinco etapas. A primeira se deu pela obtenção das ligas de titânio em forno a arco-voltaico com atmosfera controlada a gás inerte. Na segunda etapa foram realizados os tratamentos termomecânicos, onde o lingote da liga Ti-35Nb-3Sn foi homogeneizada à 1000 °C por 12 h com resfriamento ao forno, submetida a laminação à quente até atingir 2 mm de espessura e posteriormente solubilizadas a 1000 °C por 1 h com subsequente resfriamento em água. Após o seccionamento das amostras em cortadora de precisão, as amostras foram envelhecidas à temperatura de 400 °C por 1 h empregando taxa de aquecimento de 2 e 250°C/min com posterior resfriamento em água.

Com as ligas prontas, a terceira etapa consistiu em analisar a microestrutura das ligas através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios-X (DRX). Também foram analisadas as propriedades mecânicas através da sua microdureza Vickers e módulo de elasticidade por ultrassom.

Para a quarta etapa foram realizados ensaios de corrosão por polarização anódica após 1 h de estabilização do potencial em circuito aberto, OCP, buscando a avaliação da resistência à corrosão das ligas. Por fim, foram realizados ensaios de anodização a 20 V por 1 h em duas diferentes soluções: 0,3% NH<sub>4</sub>F, 10% de H<sub>2</sub>O em etilenoglicol e solução aquosa 0,15% HF, a fim de obter os revestimentos nanoestruturados de TiO<sub>2</sub>, com posterior cristalização em forno resistivo à temperatura de 400, 500 e 600 °C por 1 h. Sua caracterização foi realizada através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios-X no modo de ângulo rasante (DRX).

## **4. RESULTADOS**

Neste resumo será apresentado parte dos resultados obtidos nas quatro primeiras etapas da metodologia.

### **a. Análise da microestrutura por DRX**

Para análise das fases presentes nas ligas termicamente tratadas à 400 °C por 1 h foi utilizada a difração de raios-X, DRX, operando a 40KV e 30mA, com varredura no intervalo angular de 2 $\theta$  de 30° a 90° e alvo de Cu com radiação K $\alpha$ =1,5406 Å, e seus resultados estão apresentados pela Figura 1(a). A liga tratada à 400 °C por 1 h com taxa de aquecimento de 2°C/ min apresentou as fases  $\beta$  e  $\alpha''$ , enquanto a liga tratada empregando taxa de aquecimento de 250°C/min apresentou as fases  $\alpha$ ,  $\alpha''$  e  $\beta$ . É importante salientar, que o tratamento térmico realizado à 500 e 600 °C por 1 h em similar taxa de aquecimento havia resultado em quase total estabilização da fase  $\beta$ , com indícios de fina precipitação da fase  $\alpha$  apenas para condição de tratamento térmico à 500 °C usando taxa de aquecimento lenta.

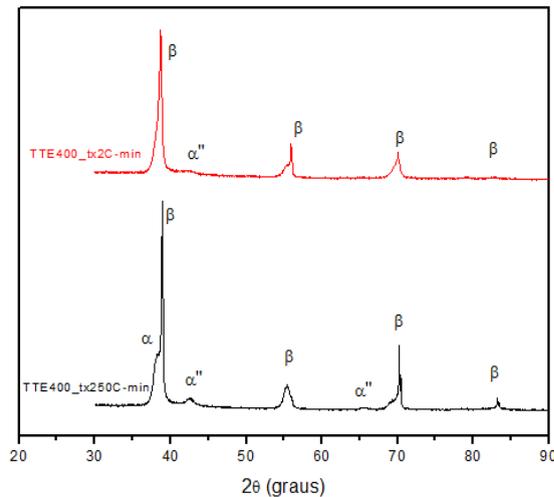


Figura 1: (a) Difratoogramas de raios-X de amostras da liga Ti-35Nb-3Sn envelhecida a 400 °C com taxa de aquecimento de 2 °C/min e 250 °C/min.

### b. Ensaio de Microdureza e Elasticidade

A fim de analisar as propriedades mecânicas da liga Ti-35Nb-3Sn envelhecida a 400 °C por 1 h com taxa de aquecimento de 2 °C/min e 250 °C/min foram obtidas medidas de microdureza Vickers e módulo de elasticidade, cujos resultados estão apresentados no Quadro 1. Como observado, a taxa de 2 °C/min apresenta maior dureza e maior módulo de elasticidade comparado à liga envelhecida com taxa de aquecimento de 250 °C/min. Tais resultados estão em concordância com a microestrutura verificada. Segundo LEE et al (2002) ligas contendo elementos beta estabilizadores, como o Nb, as fases microestruturais influenciam significativamente nas propriedades mecânicas da liga, aumentando a resistência mecânica e diminuindo a ductilidade.

Ti-35Nb-3Sn - Envelhecida a 400 °C/1-h	Dureza [HV]	Módulo de Elasticidade [GPa]
Taxa de aquecimento 2 °C/min	264,3 ± 16,1	82,7 ± 2,7
Taxa de aquecimento 250 °C/min	203,2 ± 1,6	70,9 ± 0,7

Quadro 1: Síntese dos resultados das análises de microdureza Vickers e do módulo de elasticidade para a liga Ti-35Nb-3S envelhecida à 400 °C por 1 h com taxa de aquecimento de 2 e 250 °C/min.

### c. Ensaio de Corrosão por Polarização Anódica

A análise do comportamento à corrosão é um dos principais parâmetros a serem observados ao estudar um liga metálica para uso como biomaterial. Conforme mostra o Quadro 2, as condições envelhecidas à 400 °C por 1 h com taxa de aquecimento de 2 °C/min e a taxa de aquecimento de 250 °C/min não apresentaram diferenças significativas em seus parâmetros de corrosão ( $E_{corr}$  e  $i_{corr}$ ).

Liga	Condição	$E_{corr}$ [mV]	$i_{corr}$ [nA/cm <sup>2</sup> ]
------	----------	-----------------	----------------------------------

<b>Ti-35Nb-3Sn</b>	<b>Env. 400 °C/1h Taxa de aquecimento 2°C/min</b>	<b>-512 ± 20</b>	<b>522 ± 158</b>
<b>Ti-35Nb-3Sn</b>	<b>Env. 400 °C/1h Taxa de aquecimento 250°C/min</b>	<b>-537 ± 62</b>	<b>475 ± 127</b>

Quadro 2: Síntese de parte dos resultados do ensaio de corrosão e polarização para a liga Ti35Nb3S na taxa de 2 e 250°C/min.

Entretanto, ao comparar as curvas de polarização das amostras envelhecidas à 400 °C com a curva de polarização das amostras envelhecidas nas temperaturas de 500 e 600 °C, nota-se que as envelhecidas à menor temperatura são ligeiramente menos nobres (Figura 2) em função da combinação de fases presentes.

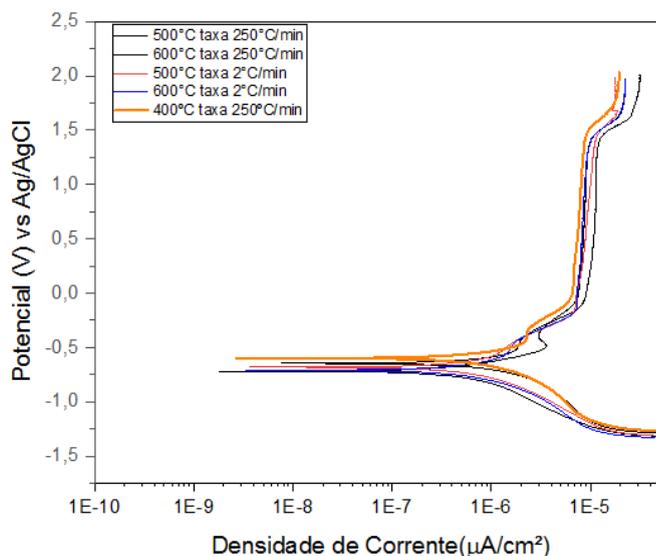


Figura 2: Curva de polarização realizada após 1h de OCP em solução 0,9% NaCl amostras da liga Ti-35Nb-3Sn envelhecida a 400 °C por 1 h com taxa de aquecimento de 250 °C/min sintetizada com Curvas de polarização realizada após 1 h de OCP em solução 0,9% NaCl amostras da liga Ti-35Nb-3Sn e envelhecidas 500 °C e 600 °C (ALVES, 2020).

## 5. OUTRAS INFORMAÇÕES

A princípio também se objetivou realizar o estudo nas mesmas condições para a liga Ti-10Mo-3Sn. Entretanto, devido às restrições para o uso do laboratório, em razão da pandemia do coronavírus, não haveria tempo hábil para realizar as análises com as ligas molibdênio, portanto se priorizou terminar todas as etapas do estudo para apenas a liga Ti-35Nb-3Sn. Os experimentos referentes a quinta etapa do projeto, obtenção e cristalização dos nanotubos de TiO<sub>2</sub>, ainda estão em fase de coleta de resultados e análise, e serão apresentados no relatório final.

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVES, Isabella., Relatório Final “Obtenção e Caracterização de Nanotubos de TiO<sub>2</sub> em ligas Ti-35Nb-3Sn e Ti-10Mo-3Sn”, XXVIII Congresso PIBIC, 2020.

LEE, C. M. *et al.* Structure–property relationship of cast Ti–Nb alloys. *Journal of Oral Rehabilitation*, [s. l.], 23 nov. 2002. DOI <https://doi.org/10.1046/j.1365-2842.2002.00825.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1046/j.1365-2842.2002.00825.x>. Acesso em: 4 ago. 2020.

RACK, H.J.; QAZI, J.I., Titanium alloys for biomedical applications, *Materials Science and Engineering C*, v.26, p.1269, 2006.

ZHANG, Lai-Chang; CHEN, Liang-Yu. A Review on Biomedical Titanium Alloys: Recent Progress and Prospect. *Advanced Engineering Materials* , [S. l.], p. 21, 20 mar. 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/adem.201801215>. Acesso em: 12 março. 2020.