



ANODIZAÇÃO EM LIGAS DE TITÂNIO UTILIZADAS PARA FABRICAÇÃO DE COMPONENTES PARA A ÁREA DA MEDICINA E DA ODONTOLOGIA PARA A EMPRESA PROTUS - MATERIAIS PARA MEDICINA

ANODIZATION IN TITANIUM ALLOYS USED FOR MEDICINE AND ODONTOLOGY AREAS COMPONENTS FABRICATION FOR PROTUS COMPANY - MEDICINE SUPPLIES

LISTONE, Poliana¹. FEDRIGO, Ghisana². DAL PRÁ, João Vitor Schürmann³. PASINI, Mateus Ritter⁴. JUNIOR, Mario Wolfart⁵.

¹IFC - *Campus* Luzerna/polibehrend19@gmail.com

²IFC - *Campus* Luzerna/ghisanaf@gmail.com

³IFC - *Campus* Luzerna/spfcjv.schurmann55@gmail.com

⁴IFC - *Campus* Luzerna /mateus.pasini@ifc.edu.br

⁵IFC- *Campus* Luzerna/mario.wolfart@ifc.edu.br

RESUMO

A resistência a corrosão do titânio é a principal propriedade quando estamos falando de biocompatibilidade. A anodização é capaz de sintetizar a camada de óxido protetor de forma controlada, possibilitando a melhora da biocompatibilidade e da osseointegração do implante. O principal objetivo foi realizar a sintetização da camada de TiO₂, na forma de nanotubos, na tensão de 40V. A cristalização da camada foi realizada por tratamento térmico. Além disso, buscou-se analisar o espectro de cores visíveis. As cores obtidas e os demais resultados comprovaram a formação da camada como esperado.

Palavras-Chave: Titânio, Biocompatibilidade, Anodização.

ABSTRACT

Titanium corrosion resistance is the principal property when we are talking about biocompatibility. The anodization is able to synthesize a layer of protector oxide in controlled form, enabling the improvement of the biocompatibility and the osseointegration of the transplant. The main objective was realizing synthesization of TiO₂ layer, in nanotube form, in 40V tension. The crystallization of the layer was executed by heat treating. Furthermore, sought analyse the spectral of the visible colors. The obtained colors and the all the others results confirmed the layer formation as expected.

Keywords: Titanium, Biocompatibility, Anodization.

INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

O titânio é amplamente utilizado uma vez que suas propriedades mecânicas são altamente satisfatórias quando se trata de osseointegração. (De Souza, 2014). Naturalmente, o titânio desenvolve uma camada de óxido protetor que confere ao material sua elevada resistência à corrosão. A anodização eletroquímica é um processo capaz de induzir a formação da camada passiva de óxido (TiO₂),

podendo aumentar a resistência a corrosão do material, bem como contribuir para sua vida útil. O processo consiste em uma célula eletroquímica contendo um cátodo, um ânodo (titânio), um eletrólito e uma fonte de tensão. A aplicação de tensões na célula induz a formação da camada de óxido, onde sabe-se que a espessura do filme é dada em função do valor da tensão utilizada, conforme a tensão aumenta, a espessura da camada de óxido também aumenta (Souza, 2002).

Além disso, a formação da camada por meio da anodização possibilita a formação de uma camada nanotubular, assim, caracterizando a nanotecnologia. Esta tecnologia é caracterizada por combinar tratamentos superficiais nos materiais e a adição de partículas nanométricas que melhoram a resposta cicatricial em casos onde a osseointegração possa ser prejudicada. A formação da camada de óxido protetor de titânio em forma nanotubular é um caminho a ser seguido para o desenvolvimento dos biomateriais que são baseados no Titânio (OrtodontiaSPO, 2017; Verissimo, 2013).

Desta forma, torna-se de suma importância a realização do processo em ligas de titânio. O objetivo do projeto em questão foi realizar o processo de anodização eletroquímica na liga de titânio comercialmente puro grau 2 (Ti CP Grau 2), visando a formação controlada da camada de TiO_2 , bem como, atuar juntamente com a empresa Protus - Materiais para Medicina, auxiliando no desenvolvimento do Arranjo Produtivo Local.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Para o procedimento os corpos de prova foram limpos na lavadora ultrassônica, em seguida, sofreram uma decapagem para a remoção da camada existente imersos em uma solução com a concentração de 15% HNO_3 e 1% HF.

Inicialmente, os parâmetros de processo foram definidos como: para cátodo foi utilizado o próprio Ti CP Grau 2; como ânodo foi utilizado o material anodizado ou seja, Ti CP Grau 2; como eletrólito utilizado foi 680 ml de água destilada + 2,2 mol de H_3PO_4 . O ensaio foi realizado variando a tensão numa escala crescente de 0V a 74V com um intervalo de 2V, a fim de determinar o espectro de cores possíveis com a formação do TiO_2 . As amostras foram imersas no eletrólito com a fonte de tensão por 10 segundos, enxaguadas em água e identificadas de acordo com a tensão de anodização.

Após a realização dos ensaios preliminares, mudou-se parte dos parâmetros de processo a fim de fazer a formação do óxido na forma nanotubular, passando a ser: catodos de aço inoxidável AISI 316L; ânodo de Ti CP Grau 2 e um eletrólito de água deionizada + 1 mol de H_3PO_4 + 0,3% de HF. O tempo de ensaio determinado foi de uma hora, com tensão constante e fazendo a verificação das variações da corrente durante o ensaio. Com isso, foram fabricados corpos de prova em formatos retangulares de dimensões 15,3 mm x 34,9 mm e espessura de 1,27 mm.

A anodização foi realizada com tensão constante de 40V e, posterior a isso, os corpos de prova foram submetidos à tratamento térmico por 2 horas a 550°C e resfriadas a ar, para induzir a cristalização da camada na forma anatase. Durante a anodização os dados de corrente foram coletados através de um multímetro digital.

Com o intuito de detectar as fases cristalinas presentes na camada foi realizado uma difração de raio X, no laboratório LACER UFRGS, com radiação Cu

$K\alpha$, com um intervalo de ângulos de 30° a $90^\circ 2\theta$ com passo de $0,1^\circ$ e tempo por passo de 5 segundos. A dureza dos corpos de prova foi aferida por um Micro Durrômetro Vickers.

3. RESULTADOS ESPERADOS E DISCUSSÃO

A partir dos ensaios preliminares, foi possível identificar o espectro de cores visíveis aparente na superfície do corpo de prova com a formação do óxido de titânio, com pode ser observado na Figura 1.



Figura 1 - Espectro de cores visíveis.
Fonte: Próprio autor

Segundo Souza (2002), quando se trata do titânio, para cada valor de tensão aplicada podemos observar uma cor de interferência distinta na superfície onde o óxido foi formado. O TiO_2 é transparente, mas, em virtude da refração de luz, para cada espessura de camada obtêm-se uma cor característica. Na Figura 1, podemos avaliar as cores de interferência de 12V a 74V, uma vez que de 0V a 10V não foi possível obter nenhuma cor característica. A presença das cores de interferência confirmou que ocorreu a formação de óxido protetor.

Com a adição do ácido fluorídrico os corpos de prova passaram a não apresentar cores características intensas. Os íons de flúor, originados durante o processo, atacam a superfície do titânio e a criação da camada acaba não apresentando cores intensas.

Na Figura 2 temos a curva de densidade de corrente em função do tempo. O pico de densidade de corrente visualizado no início do ensaio, seguido pelo seu decaimento até, aproximadamente, 4 minutos, representa o período de formação da camada de óxido de forma compacta. Posteriormente, inicia-se o processo da formação dos nanotubos e a camada passa a ter espessura constante, isso é comprovado com a linha crescente da curva a partir dos 4 minutos, o que indica que a camada é dielétrica e, com o crescimento dos nanotubos, a densidade de corrente

passa a subir para que a tensão se mantenha constante. A curva obtida é similar com o reportado por autores, como Indira (2012).

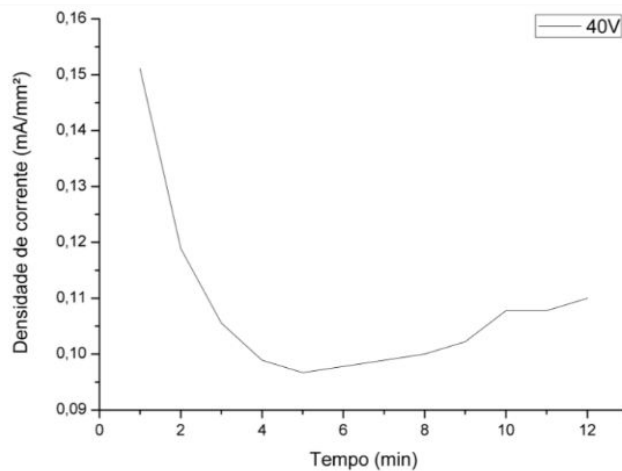


Figura 2: Curva densidade de corrente vs tempo.
Fonte: Próprio autor.

A cristalização da camada foi verificada a partir da difração de raio X. Na Figura 3 podemos observar os dados coletados no corpo de prova apenas anodizado e no corpo de prova que passou por tratamento térmico.

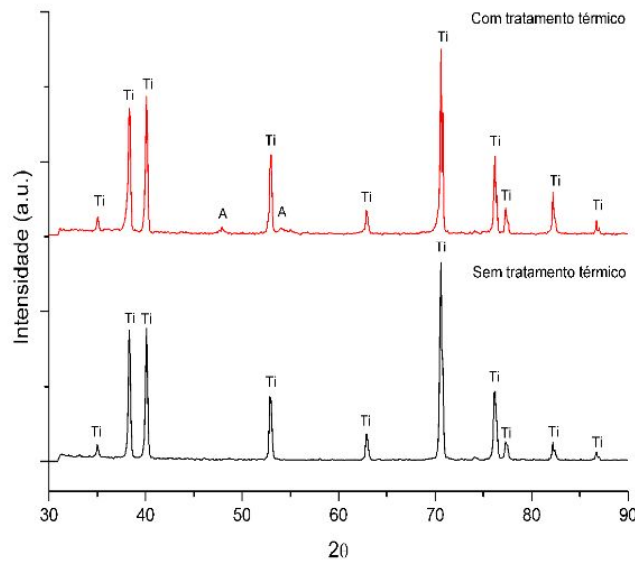


Figura 3 - Difração de Raio X nas amostras apenas anodizadas e amostras anodizadas e tratadas.

Fonte: Próprio autor.

A presença do pico de anatase, nas posições $2\theta=47,98^\circ$ e $2\theta=54,11^\circ$ confirmam a cristalização da camada.

A aferição da microdureza dos corpos de prova mostrou que a anodização não afeta as propriedades mecânicas do material, comprovado na Tabela 1.

Tabela 1 - Microdureza (HV) dos corpos de prova.

	Ti CP Grau 2	Ti CP Grau 2 anodizado	Segundo Poondla (2009)
Média	173,5 HV	174,3 HV	170 HV

Fonte: Próprio autor

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

As pesquisas bibliográficas realizadas possibilitaram a determinação dos parâmetros de processo, bem como a análise dos resultados obtidos. A anodização com um eletrólito de ácido fosfórico induziu a formação da camada, sendo possível identificar o espectro de cores. O eletrólito contendo ácido fosfórico e fluorídrico apresentou curva densidade de corrente vs tempo característica da formação de nanotubos. Conforme os dados obtidos na difração de raio X, confirmou-se a cristalização da camada de óxido na forma anatase através do tratamento térmico.

A análise microdureza comprovou que a anodização não influi nas propriedades mecânicas do material. Portanto, os dados obtidos através dos ensaios atestaram que é possível a formação de TiO₂ na forma de nanotubos, bem como a cristalização da camada na forma de anatase.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

DE SOUZA, Mariana Rossi et al. Growth and electrochemical stability of self-organized TiO₂ nanotubes on Ti-2 grade and orthopedic Ti6Al4V alloy for biomedical application. *MATERIA-RIO DE JANEIRO*, v. 19, n. 1, p. 53-60, 2014.

INDIRA, K. et al. Effect of anodization parameters on the structural morphology of titanium in fluoride containing electrolytes. *Materials characterization*, v. 71, p. 58-65, 2012.

OrtodontiaSPO. Nanotecnologia: a superfície do seu implante cada vez mais inteligente. 2017. Disponível em: < <http://ortociencia.com.br/Materia/Index/132889>>. Acesso em: 24/03/2019.

POONDLA, Narendra et al. A study of the microstructure and hardness of two titanium alloys: Commercially pure and Ti-6Al-4V. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 486, n. 1-2, p. 162-167, 2009.

SOUZA, Maria Eliziane Pires de et al. Estudo do processo de anodização por voltagem modulada do titânio e da liga Ti-6Al-7Nb. 2002.

VERISSIMO, Nathália Carolina et al. Efeito do Nb e do Sn na transição anatase-rutilo em nanotubos de TiO₂ em ligas de Ti biocompatíveis. 2013.