

Obtenção de peças sinterizadas de titânio aplicadas na área médica

Obtaining sintered parts of titanium applied in medical field

Fidel Romel Mallqui Espinoza

Doutor do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais (PPGEM)
Laboratório de Transformação Mecânica. (LdTM), Depto. de Metalurgia, UFRGS
Av. Bento Gonçalves, 9500, 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil
fidelromel@yahoo.com.br

Wilson Corrêa Rodrigues

Mestrando do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais (PPGEM)
Laboratório de Transformação Mecânica. (LdTM), Depto. de Metalurgia, UFRGS
Av. Bento Gonçalves, 9500, 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil
wilson.rodrigues@ufrgs.br

Maiquel Emersom Pffingstag

Doutorando do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais (PPGEM)
Laboratório de Transformação Mecânica. (LdTM), Depto. de Metalurgia, UFRGS
Av. Bento Gonçalves, 9500, 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil
maiquel.pffingstag@ufrgs.br

Alexandre Reus Baroni de Souza

Doutor do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais (PPGEM)
Laboratório de Transformação Mecânica. (LdTM), Depto. de Metalurgia, UFRGS
Av. Bento Gonçalves, 9500, 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil
alexandre.baroni@gmail.com

Lírio Schaeffer

Prof. Dr. -Ing. Coordenador do Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM), Depto. de Metalurgia, PPGEM, UFRGS
Av. Bento Gonçalves, 9500, 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil
schaeffer@ufrgs.br

Resumo

O objetivo deste trabalho é o estudo de componentes sinterizados de titânio para aplicações médicas, a partir de pós metálicos pelo processo de metalurgia do pó convencional (M/P). Esse estudo será base para a fabricação de um parafuso ortodôntico interpenetrante. Foram analisados os pós e confeccionados corpos de prova, após foram analisadas suas propriedades físicas. Construiu-se uma matriz para metalurgia do pó convencional, respeitando os parâmetros do processo como: pressão de compactação, atmosfera e tempo de sinterização. A produção através da metalurgia do pó conferiu aos componentes características únicas, como porosidade controlada, que se diferencia das tradicionais técnicas de fabricação. A porosidade média medida pelo princípio de Arquimedes foi de aproximadamente 11,5%, compatível ao encontrado na literatura. As densidades médias obtidas no protótipo produzido por M/P foi de 4,03 g/cm³ para as peças sinterizadas de titânio, sendo a densidade muito próxima da densidade teórica do titânio, 4,5 g/cm³.

Palavras-chave: metalurgia do pó, sinterização, parafusos ortodônticos.

Abstract

The aim of this work is the study of sintered titanium parts for medical applications components, via process of Powder Metallurgy (M/P). This study will be a basis for the manufacture of an orthodontic interpenetrating screw. A study of constituent powders was accomplished and samples were prepared. In sequence, its physical properties were analyzed. For all alloy composition studied, the parameters of production process were respected as: compactation pressure, sintering atmosphere, and sintering time. The porosity determined by Archimedes principle was approximately 11.5%. This result is comparable to that found in the literature. The average density obtained by M/P was 4.03 g/cm³ for sintered titanium, with a density close to theoretical density of titanium, 4.5 g/cm³.

Key words: powder metallurgy, sintering, orthodontic screw.

1. Introdução

A metalurgia do pó (M/P) é o processo metalúrgico de fabricação de peças metálicas que se distingue dos processos metalúrgicos convencionais por utilizar pós metálicos e não metálicos como matéria-prima para produção de componentes com características estruturais e físicas que dificilmente podem ser obtidas por qualquer outro processo metalúrgico. Outras características relevantes que distingue a M/P dos processos metalúrgicos convencionais são: ausência de fase líquida ou presença parcial durante o processo de fabricação; possibilidade de produzir peças com formas definitivas, dentro de tolerâncias muito estreitas sem a necessidade de usinagem posterior ou outra operação de acabamento; possibilidade de produzir peças com características estruturais especiais, como de porosidade controlada e características físicas impossíveis de serem obtidas por qualquer outro processo metalúrgico (Sagawa *et al.*, 1984; Ormerod, 1989).

A metalurgia do pó convencional (M/P) tem sido utilizada com sucesso para a produção de implantes, entretanto a M/P torna-se limitada quando os componentes possuem geometrias complexas, sendo melhor aplicada em peças a geometrias simples (Sagawa *et al.*, 1984; Ormerod, 1989).

A metalurgia do pó convencional envolve etapas de mistura dos pós, compactação e sinterização. A compactação é a aplicação de pressão em matrizes para compactação de pós, já a sinterização pode ser definida como um processo físico, termicamente ativado, fazendo com que um conjunto de partículas de determinado material, inicialmente em contato, adquira resistência mecânica (Chiaverini, 2001; Brito *et al.*, 2007).

Deve ser levada em consideração a presença de porosidades no material, característica dos processos de metalurgia do pó, problema este que pode ser minimizado se utilizado compressão isostática a quente, alta pressão na compactação convencional e/ou processamentos mecânicos que levem a uma diminuição deste inconveniente. Em alguns casos esta porosidade pode se mostrar interessante, como por exemplo, para algumas aplicações biomédicas, pois permite maior osseointegração, resultando numa fixação mecânica da prótese por tecido ósseo (Karageorgiou e Kaplan, 2005).

A inter-relação entre a implantodontia (estudo da inserção de materiais e dispositivos com a finalidade de restaurar proteticamente a função e a estética do paciente total e parcialmente desdentado) e a ortodontia no planejamento do tratamento ortodôntico deve apresentar resultados mais seguros e previsíveis, tanto para o paciente, quanto para o profissional. A Ortodontia é o ramo (*orthos* do grupo que significa reto e *odontos* que significa dentes) relacionado com o estado das anomalias faciais. Nesta relação, a maior contribuição da implantodontia no avanço tecnológico da ortodontia é no auxílio do controle de ancoragem ortodôntica. O número de empresas no segmento de implantodontia que utilizam vários desenhos de micro-parafusos ortodônticos com diversos fins é elevado. Quase todos os micros-parafusos ortodônticos têm um orifício na cabeça para colocação de acessórios, e outros têm diferentes tipos de ranhuras ou cabeças redondas (Soares, 2005).

Segundo o autor, a técnica de fixação dos micros parafusos ortodônticos em osso basal ou alveolar, possibilita obter um ponto fixo na cavidade bucal (ponto de ancoragem), para efetuar movimentações

dentárias complexas, de forma mais previsível. Com isso tornam-se ilimitadas as formas de instalação dos micros parafusos ortodônticos, podendo servir de ancoragem para diversos tipos de movimentos dentários como intrusão, extrusão, retração, protração e verticalização (Ciuccio e Oliveira, 2007).

2. Materiais e Métodos

Para este trabalho foi empregado pó de titânio de composição química adequada para o processo da metalurgia do pó M/P para obtenção de componentes sinterizados para aplicações médicas, ou seja, de pureza superior a 99% e tamanho de partícula inferior a 44µm. O desenvolvimento de insumos nacionais como pós de titânio e, a partir dos mesmos, obter componentes com propriedades físicas necessárias nos parafusos ortodônticos interpenetrantes e de extrema relevância neste trabalho.

Inicialmente, este trabalho analisou a matéria prima (Pós de titânio). Para a confecção de corpos de prova estes foram realizadas em varias etapas como de mistura, compactação e sinterização. A avaliação das propriedades químicas e físicas foi realizada para caracterização do material.

A partir deste estudo inicial foi possível estabelecer parâmetros para confecção do produto final. Os cuidados necessários a serem considerados em cada etapa do processamento foram fundamentais para obter dados sobre preparação da carga (mistura), propriedades físicas do material sinterizado, contração volumétrica, patamares de temperatura de sinterização e análise metalográfica, entre outros. Isto possibilitou o projeto da matriz preliminar do parafuso ortodôntico e sua confecção final usando o processo de M/P. O pó utilizado neste trabalho foi fornecido pela Alfa Aesar® (malha de -325; 99,5% de titânio, obtido por HDH). O processo Hidretação – Dehidretação (HDH) consiste na fragilização do titânio por ação do hidrogênio como elemento de liga temporário na forma de hidreto. Na micrografia da Figura 1, pode ser visualizada a morfologia do pó utilizado.

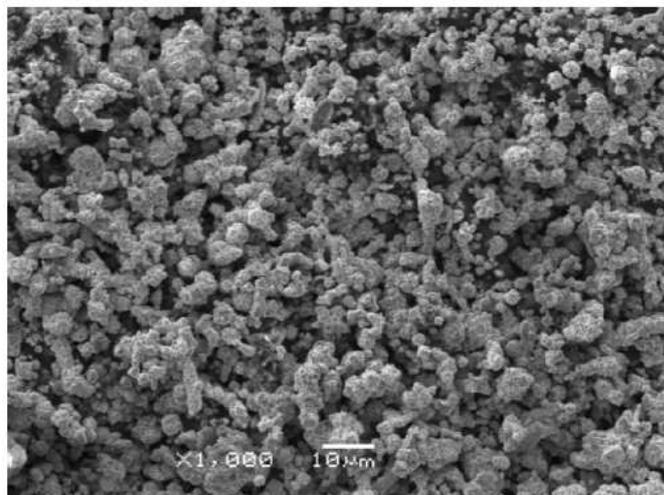


Figura 1: Micrografia do pó de titânio. Aumento: 1000X (M.E.V.).

2.1 Compactação dos pós de titânio

Para compactação foi estabelecida uma rotina onde a força máxima de carregamento é determinada em função da curva de compressibilidade onde é relacionada densidade do compactado em função da pressão de compactação. O ferramental consiste em uma matriz unidirecional de duplo efeito. Na Figura 2, a cavidade, bem como os punções foram construídos a partir do ABNT D6, com dureza final entre 58 HRc e 60 HRc. Posteriormente, os componentes da ferramenta foram temperados, revenidos e retificados de modo que os corpos de prova resultantes obedecessem a razão de altura/diâmetro de 1:1,5. Estas especificações são condições necessárias para o ensaio de compressão, conforme norma (ASTM, 2000).

A pressão de compactação utilizada para os estudos preliminares foi de 600 MPa, indicado pela literatura para pós de titânio e definida em função da curva de compressibilidade. Na Figura 3 são mostrados três corpos de prova à verde. O sistema de aquisição de dados utilizado foi o Spider 8, da empresa HBM (*Hottinger Baldwin Messtechnik*) modelo KWS/T-5 - com o software Catman Express V.3, utilizando-se de uma célula de carga de 20tons. Foram compactados 18 corpos de prova, três estão sendo mostrados na Figura 3.



Figura 2: Matriz de compactação e punções fabricados para obtenção dos corpos de prova de 13mm de diâmetro.



Figura 3: Corpos de prova de Ti compactados a 600MPa.

2.2 Sinterização dos corpos de prova

Trata-se de uma etapa crítica da M/P, associado a alta reatividade do titânio em altas temperaturas, razão pela qual a atmosfera interna do forno deve ser controlada, sendo indicada a utilização de vácuo. A sinterização foi realizada em um forno tipo mufla, tubular. A indicação de temperatura deste forno é através de um leitor LED, obtida a partir de um termopar tipo S. O erro entre a temperatura no interior do tubo do forno e a temperatura indicada é da ordem $\pm 1\%$, de acordo com o manual do fabricante. A Figura 4 mostra a curva da temperatura em relação ao tempo. O gás argônio foi utilizado alternativamente para evitar a oxidação dos corpos de prova, enquanto que para a refrigeração água corrente em temperatura ambiente para evitar o superaquecimento e conseqüente desprendimento da união flange/tubo. A Tabela 1 mostra os parâmetros utilizados no processamento.

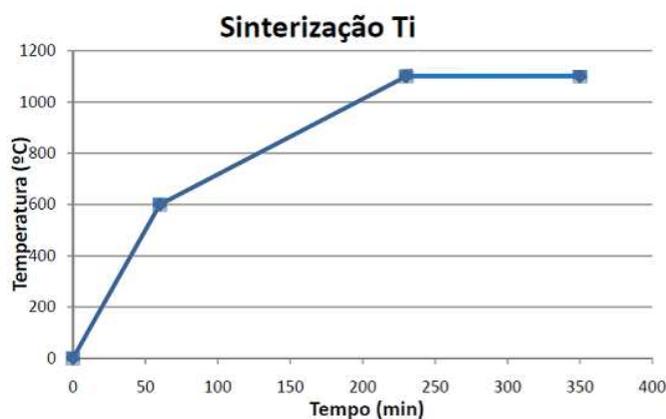


Figura 4: Ciclo de sinterização utilizado nos experimentos.

Tabela 1: Parâmetros utilizados nos processos de compactação e sinterização para obtenção dos corpos de prova.

Processo	Parâmetro	Dados	Observações
Compactação	Quantidade	18 peças	Corpos de Prova
	Peso	6g	pó de Ti 95%
	Pressão de compactação	600MPa	sem lubrificante
	Densidade	2,23 g/cm ³	à verde
Sinterização	Taxa de aquecimento 1	10 °C/min	temperatura ambiente até 600°C
	Taxa de aquecimento 2	2 °C/min	600°C à 1.100°C
	Temperatura	1.100°C	temperatura limite
	Tempo	3h e 2h	patamar de sinterização
	Atmosfera	argônio	com pressão positiva

3. Resultados e Discussão

Os resultados obtidos dos corpos de prova compactados à verde estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Resultados - densidade determinado pelo Princípio de Arquimedes e porosidade dos corpos de prova compactados à verde.

Peças compactadas						
Peça	Massa seca (Ms[g])	Massa úmida (Mu[g])	Massa de empuxo (Me[g])	Massa imersa (Mi[g])	ρ [g/cm ³]	Porosidade (Pó[%])
1	8,031	8,708	2,493	6,215	3,16	27,16
2	8,000	8,673	2,478	6,195	3,17	27,16
3	8,013	8,646	2,434	6,212	3,23	26,01

O valor de aproximadamente de 30% de porosidade apresentado nos corpos de prova da Tabela 2, são similares ao apresentado na literatura. A Tabela 3 apresenta uma comparação dos valores das massas específicas teórica (ρ_t) obtidas através de dados geométricos e da massa específica obtida pelo Princípio de Arquimedes (ρ).

Tabela 3 - Diferença percentual entre a massa específica teórica e a medida para as peças somente compactadas.

Diferença percentual entre a massa específica geométrica e a medida das peças		
ρ_t [g/cm ³]	ρ [g/cm ³]	Diferença [%]
3,21	3,16	1,56
3,23	3,17	1,86
3,29	3,23	1,82

O resultado dos valores teóricos comparado aos resultados obtidos pelo Princípio de Arquimedes, a maior diferença percentual não ultrapassou 1,86%. A densidade e porosidade obtida por Arquimedes para os corpos de prova após a sinterização estão apresentadas na Tabela 4.

Tabela 4: Resultados da densidade por Arquimedes e porosidade dos corpos de prova após sinterização 3h.

Peças compactadas sinterizadas						
Peça	Ms [g]	Mu [g]	Me [g]	Mi [g]	ρ [g/cm ³]	Po [%]
1	8,035	8,062	1,949	6,113	4,04	13,9
2	8,006	8,029	1,935	6,094	4,06	11,9
3	8,024	8,041	1,930	6,111	4,08	8,8

Os corpos de prova sinterizados de formato cilíndrico são mostrados na Figura 6.

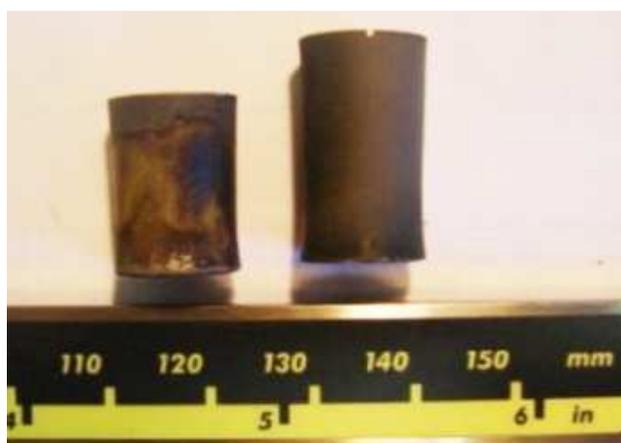


Figura 6: Corpos de prova após sinterização.

A Figura 7 mostra dois corpos de prova sinterizadas de Ti, sem ataque e com ataque. A diferença entre eles esta em um dos parâmetros durante processo, ou seja, no tempo de permanência no patamar de sinterização a 1.100°C. As imagens (a1) e (a2) representam um corpo de prova sinterizado durante 2h no patamar de 1.100°C, sem ataque e com ataque respectivamente. As imagens da (b1) e (b2) representam outro corpo de prova sinterizado durante 3h no patamar de 1.100°C, sem ataque e com ataque respectivamente. O ataque químico foi realizado por um minuto na solução composta de 30ml de ácido acético glacial, 5ml de ácido nítrico e 2ml de ácido fluorídrico.

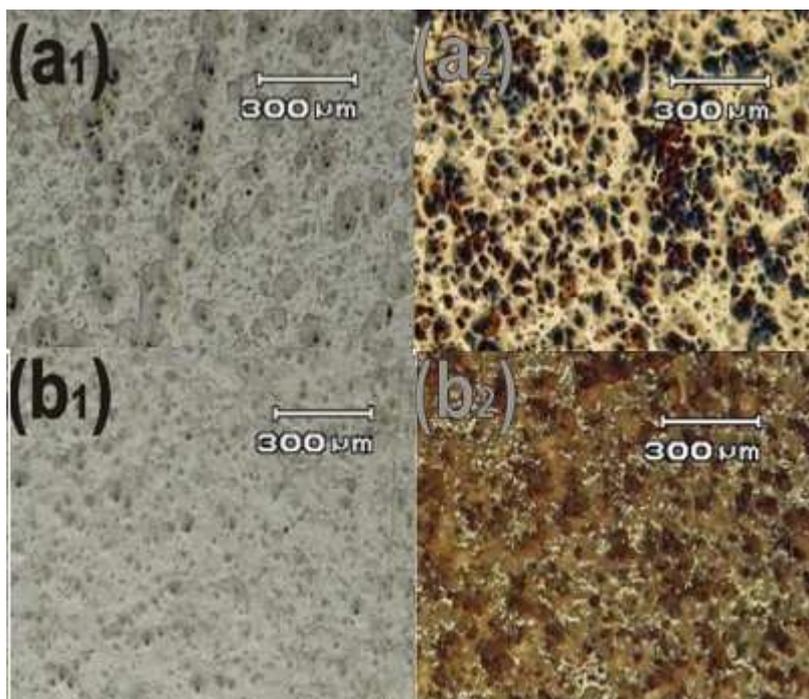


Figura 7: Imagens obtidas em M.E.V. de dois corpos de prova compactadas de Ti: corpo de prova sinterizado por 2h, imagem (a1) sem ataque e (a2) com ataque. Corpo de prova sinterizado por 3h, imagem (b1) sem ataque, (b2) com ataque.

4. Conclusão

Um resultado prático importante foi o processamento dos pós de Titânio através do processo de metalurgia do Pó convencional, tendo como finalidade obter um produto sinterizado com propriedades adequadas para aplicações em implantes. De acordo com o processamento por Metalurgia do Pó podemos chegar às seguintes conclusões:

O estudo mostrou que no processo M/P houve semelhança nas propriedades físicas quando comparados à referência bibliográfica.

A produção através da técnica metalurgia do pó conferiu aos componentes características únicas, como porosidade controlada, que se diferencia das tradicionais técnicas de fabricação.

A porosidade média pelo princípio de Arquimedes dos corpos de prova obtidos por M/P foi de aproximadamente 11,5%, compatível ao encontrado na literatura, o que demonstra que os procedimentos utilizados na fabricação foram satisfatórios.

As densidades médias obtida por Arquimedes no protótipo de implante produzido por M/P foi de 4,03 g/cm³ para as peças sinterizadas de titânio, sendo a densidade muito próxima a densidade teórica do titânio, 4,50 g/cm³.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao LdTM e a Escola de Engenharia da UFRGS, pelo o uso dos laboratórios e da infraestrutura da universidade. Agradecem também ao CNPq, CAPES pelo apoio financeiro e investimento na área de pesquisa.

Referências

- ASTM. 2000. *ASTM E9 – Standard test methods of compression testing of metallic materials at room temperature*. American Society for Testing and Materials, 10 p.
- BRITO, F.I.G.; MEDEIROS, K.F.; LOURENÇO, J.M. 2007. Um Estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. *Holos*, **3**:204-211.
- CHIAVERINI, V. 2001. *Metalurgia do pó*. São Paulo, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 326 p.
- CIUCCIO, I.R.; OLIVEIRA, R. 2007. Comparação de resultados obtidos por testes práticos de torção com método de elementos finitos em micro parafusos ortodônticos. *In: CONGRESSO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA*, 7, Guarulhos, 2007. *Anais...* CONIC 2007, p. 1-8.
- KARAGEORGIU, V.; KAPLAN, D. 2005. Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis. *Biomaterials*, **26**:5474-5491. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biomaterials.2005.02.002>
- ORMEROD, J. 1989. Powder metallurgy of rare earth permanent magnets. *The International Journal of Powder Metallurgy*, **25**(3):197-205.
- SOARES, G.A. 2005. *Biomateriais*. Rio de Janeiro, PEMM/COPPE/UFRJ, 84 p.
- SAGAWA, M.; FUJIMURA, S.; TOGAWA, N.; YAMAMOTO, H.; MATSUURA, Y. 1984. New material for permanent magnets on a base of Nd and Fe. *Applied Physics Letters*, **55**(6):2083-2087. <http://dx.doi.org/10.1063/1.333572>

Submissão: 18/07/2010

Aceite: 19/09/2010