

ESTUDO COMPARATIVO COM OS AGENTES ESPUMANTES CARBONATO DE AMÔNIO X BICARBONATO DE AMÔNIO NA PRODUÇÃO DE SÓLIDOS CELULARES DE AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO 316L POR MEIO DO PROCESSO DE METALURGIA DO PÓ

**Sabrina de Fátima F. Mariotto¹, Vanessa Guido², Gilbert Silva³, Rosinei B. Ribeiro⁴,
Kátia Regina Cardoso⁵**

¹Universidade do Vale do Paraíba/Materiais Metálicos, Av. Shishima Hifumi, 2911 – Urbanova/ São José dos Campos -SP, sabrinamariotto@yahoo.com.br

²Universidade do Vale do Paraíba/Materiais Metálicos, Av. Shishima Hifumi, 2911 – Urbanova/ São José dos Campos - SP, vanessa_guido42@hotmail.com

³Universidade do Vale do Paraíba/Materiais Metálicos, Av. Shishima Hifumi, 2911 – Urbanova/ São José dos Campos - SP, gilbert@univap.br

⁴Escola de Engenharia de Lorena – EEL-USP/Departamento de Engenharia de Materiais, R. Pólo Urbano Industrial Ai-6 – Mondesir/ Lorena - SP, baptistan@demar.eel.usp.br

⁵Universidade do Vale do Paraíba/Materiais Metálicos, Av. Shishima Hifumi, 2911 – Urbanova/ São José dos Campos – SP, katiarc@univap.br

Resumo - Os aços inoxidáveis austeníticos continuam sendo um dos biomateriais freqüentemente usados para dispositivos de implante. Várias pesquisas demonstram que a combinação dos aços inoxidáveis em relação às espumas metálicas, pode produzir um material atrativo com resistência razoável, redução de densidade e altamente eficiente na absorção de energia. O objetivo deste trabalho é avaliar a possibilidade de obtenção de espumas em aço inoxidável austenítico por metalurgia do pó utilizando-se como agente espumante o carbonato ou o bicarbonato de amônio. O processo de obtenção do material iniciou-se com a mistura de pó do aço com o agente espumante em um moinho de bolas planetário, usando uma velocidade de moagem de 60rpm, esferas de 10 mm de diâmetro, a relação de massa esferas/pós de 28:1. A prensagem das amostras a verde variaram de 94 a 318 MPa. A sinterização foi realizada em duas etapas, 200°C por 5 h e a 1150°C por 2 h. As amostras sinterizadas foram caracterizadas por Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura.

Palavras-chave: aço inoxidável, sólidos celulares, metalurgia do pó, agente espumante.

Área do Conhecimento: Engenharia Biomédica

Introdução

Os materiais metálicos são freqüentemente usados em aplicações biomédicas porque possuem resistência a corrosão, à fadiga e resistência a fratura superior ao dos materiais poliméricos e cerâmicos. Estas propriedades seriam parâmetros importantes na determinação da adequação de um material para aplicações biomédicas além da biocompatibilidade. Porém, recentemente houve um grande interesse na fabricação de novos materiais para serem aplicados a implantes, pois os implantes de biomateriais tradicionais são densos, tem propriedades mecânicas inadequadas e falta capacidade de induzir a regeneração do tecido ósseo, encurtando a vida do implante. Por essas razões, considerável atenção tem sido dedicada recentemente a fabricação de sólidos celulares metálicos, oferecendo probabilidade de alta resistência, rigidez e absorção de energia durante deformação (PARK; NUTT, 2000).

Os aços inoxidáveis austeníticos continuam sendo um dos biomateriais freqüentemente usados para dispositivos de implante. Várias pesquisas realizadas demonstram que espumas metálicas (sólidos celulares) de aços inoxidáveis 316L (austeníticos) vem oferecendo diversos potenciais a seu favor: aumento de resistência, rigidez específica, maior proximidade do módulo de elasticidade das espumas com a dos ossos, considerando que o osso tem uma resistência à tração mais alta, onde ligas de materiais metálicos, cerâmicos e fibras reforçadas estão sendo usadas para sua substituição, (SILVER,1994), alta temperatura de fusão e redução no desgaste do material. Assim, a inerente resistência do aço combinada com a redução da densidade das espumas pode produzir um material altamente atrativo portador de resistência e eficiente na absorção de energia (PARK; NUTT, 2000).

O presente artigo é dedicado ao desenvolvimento da espuma de aço inoxidável austeníticos pela técnica de metalurgia do pó

utilizando como agentes espumantes o carbonato e o bicarbonato de amônio. O pó de aço é misturado com um agente espumante, compactado, e então, expandido para espuma pelo emprego de calor consistindo no aquecimento das peças comprimidas a temperaturas específicas (CHIAVEIRINI, 2001). É idealmente o agente espumante distribuído de forma homogênea e bem dispersado para alcançar uma distribuição uniforme de poros na espuma.

Materiais e Métodos

Como material de partida foram utilizados, pó de aço inoxidável 316 L doado pela Metalpó e carbonato de amônio e bicarbonato como agente espumante. A composição química em porcentagem em peso do pó de aço inoxidável 316L segundo especificação da Metalpó é apresentada na Tabela 1, enquanto o resultado da análise granulométrica também fornecida pela Metalpó é mostrado na Tabela 2.

Tabela 1- Composição química em porcentagem em peso do aço inoxidável 316L

Cr	Ni	Mn	Si	S	C	P	Mo	Esterato de Lítio*	Kenolube*
18,0	14,0	0,5	1,0	0,03	0,03	0,045	3,0	1,05	0,21

*Aditivos para facilitar a compactação e desmoldagem.

Tabela 2 - Distribuição granulométrica (%) do aço inoxidável 316L

Malha ASTM	Mínimo	Máximo
+100		3
+150	8	12
+325	32	36
-325	35	45

Os pós de aço inoxidável 316L e do carbonato de amônia foram misturados em um moinho de bolas do tipo planetário modelo Pulverisette 5 da marca Fritsch. As misturas foram realizadas com velocidade de 60 rpm por 10 minutos utilizando-se uma relação de peso de bolas por peso de pó de 28:1.

Foram realizadas misturas com o objetivo de obtenção de espumas com 50% de porosidade. A Tabela 3 apresenta as porcentagens em volume e em peso dos componentes usados na mistura.

Tabela 3 - Porcentagem em volume e em peso dos componentes usados na mistura

Amostra (% porosidade)	% volume de agente espumante	% peso de agente espumante
50	50%	15%

50	50%	15%
As misturas de aço e carbonato e aço e bicarbonato foram compactadas em uma prensa hidráulica manual. Foram produzidas amostras em molde de 20mm de diâmetro com pressões de compactação que variam de 94 a 318 MPa. As amostras foram sinterizadas à vácuo em um forno tubular da marca EDG que atinge a temperatura máxima de 1200°C. O tubo onde as amostras foram tratadas é de aço inoxidável 304L, tendo suas extremidades refrigeradas à água. O tratamento térmico envolveu dois patamares de temperatura sendo o primeiro a 200°C por 5 horas para decomposição do agente espumante e o segundo a 1150°C por 2 horas para sinterização do aço inoxidável. As taxas de aquecimento e resfriamento entre os patamares foram de 30°C/min. A temperatura foi sempre medida com auxílio de um termopar tipo K inserido no meio do tubo exatamente sobre a posição das amostras. Todas as amostras foram pesadas em uma balança analítica e tiveram suas espessuras e diâmetros medidos com um paquímetro 0,05mm, antes e após a sinterização, para determinação de suas densidades a verde e após a sinterização e das densidades relativas. A reparação das amostras para caracterização microestrutural iniciou-se pelo corte que foi realizado em uma máquina de corte da marca Struer, modelo Miniton com velocidade 2,5 a 3 rpm X 100, logo, foram embutidas à quente empregando resina tipo Baquelite. As superfícies das amostras foram lixadas e polidas em uma suspensão de alumina em uma politriz mecânica.		

As misturas de aço e carbonato e aço e bicarbonato foram compactadas em uma prensa hidráulica manual. Foram produzidas amostras em molde de 20mm de diâmetro com pressões de compactação que variam de 94 a 318 MPa. As amostras foram sinterizadas à vácuo em um forno tubular da marca EDG que atinge a temperatura máxima de 1200°C. O tubo onde as amostras foram tratadas é de aço inoxidável 304L, tendo suas extremidades refrigeradas à água. O tratamento térmico envolveu dois patamares de temperatura sendo o primeiro a 200°C por 5 horas para decomposição do agente espumante e o segundo a 1150°C por 2 horas para sinterização do aço inoxidável. As taxas de aquecimento e resfriamento entre os patamares foram de 30°C/min. A temperatura foi sempre medida com auxílio de um termopar tipo K inserido no meio do tubo exatamente sobre a posição das amostras.

Todas as amostras foram pesadas em uma balança analítica e tiveram suas espessuras e diâmetros medidos com um paquímetro 0,05mm, antes e após a sinterização, para determinação de suas densidades a verde e após a sinterização e das densidades relativas. A reparação das amostras para caracterização microestrutural iniciou-se pelo corte que foi realizado em uma máquina de corte da marca Struer, modelo Miniton com velocidade 2,5 a 3 rpm X 100, logo, foram embutidas à quente empregando resina tipo Baquelite. As superfícies das amostras foram lixadas e polidas em uma suspensão de alumina em uma politriz mecânica.

As sessões de microscopia e aquisição das imagens foram realizadas no laboratório de metalografia da UNIVAP, e após a preparação superficial, as amostras foram analisadas e observadas em um microscópio óptico metalográfico através do programa Image Pro Plus onde os campos de medida na superfície da amostra, foram realizados de forma aleatória e microscopia eletrônica de varredura – MEV Laboratório de Microscopia Eletrônica – LME/EEL – Escola de Engenharia de Lorena/ Campus II – DEMAR/ Departamento de Materiais, utilizando-se um microscópio tipo 1450 VP - Léo.

Resultados e Discussão

Podemos observar que tanto o carbonato de amônio quanto o bicarbonato de amônio após a compactação a verde, ambos seguiram a mesma tendência Fig.1 e Fig.2, os dois agentes tiveram um aumento em sua densificação com aumento da pressão, somente o carbonato de amônio teve uma diminuição em sua densificação para pressões acima de 300 MPa.

Já para as amostras sinterizadas Fig.3 e Fig.4, o carbonato de amônio teve uma diminuição

na sua densificação para pressão acima de 250 MPa e o bicarbonato para pressão acima de 300MPa. Esta diminuição na densificação pode ser causada devido a não liberação de todo agente espumante.

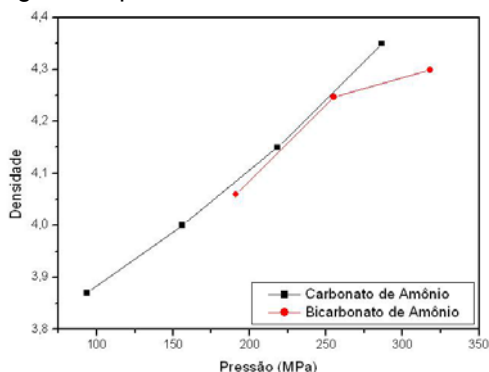


Figura 1. Temos no eixo x a variação da densidade da espuma (após compactação a verde) e no eixo y a variação da pressão de 94 a 318 MPa para os agentes espumantes: carbonato de amônio e bicarbonato de amônio.

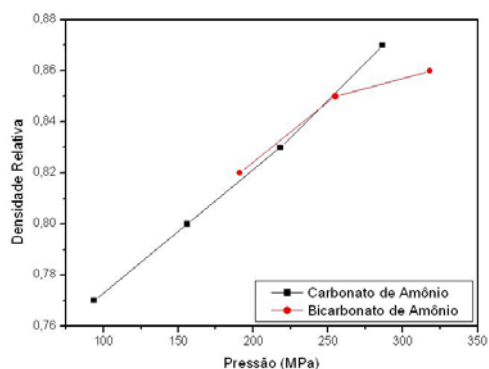


Figura 2. Temos no eixo x a variação da densidade relativa (após compactação a verde) da espuma e no eixo y a variação da pressão de 94 a 318 MPa para os agentes espumantes: carbonato de amônio e bicarbonato de amônio.

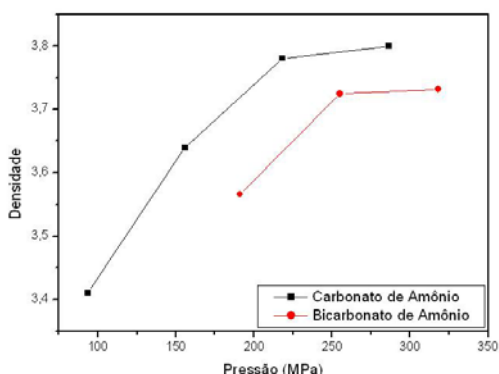


Figura 3. Temos no eixo x a variação da densidade da espuma (após sinterização) e no eixo y a variação da pressão de 94 a 318 MPa para os agentes espumantes: carbonato de amônio e bicarbonato de amônio.

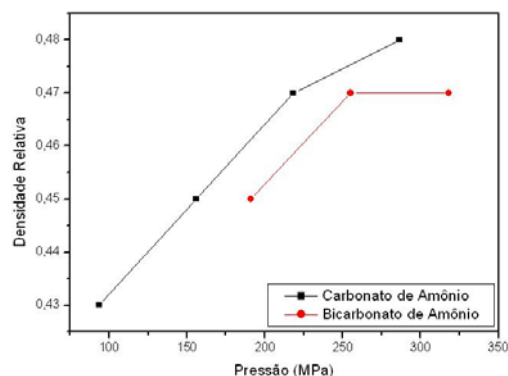


Figura 4. Temos no eixo x a variação da densidade relativa da espuma (após sinterização) e no eixo y a variação da pressão de 94 a 318 MPa para os agentes espumantes: carbonato de amônio e bicarbonato de amônio.

As Figuras 5, 6, 7 e 8, mostram a distribuição das amostras de acordo com a variação da pressão. Destacando a porosidade do material à níveis de menor e maior pressão.

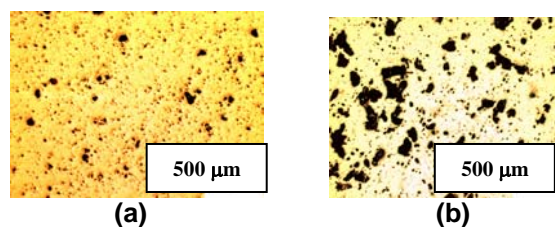


Figura 5. (Microscopia Óptica) – Micrografia da amostra utilizando o carbonato de amônio, processo de metalurgia do pó em pressão de 93,6 MPa (a) e 286,5 MPa (b).

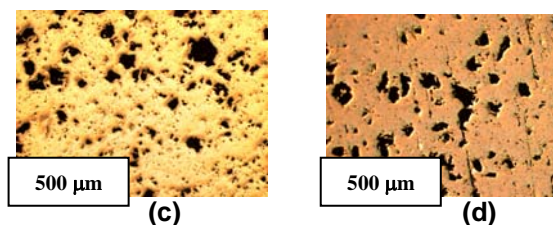


Figura 6. (Microscopia Óptica) – Micrografia da amostra utilizando o bicarbonato de amônio, processo de metalurgia do pó em pressão de 191 MPa (c) e 318 MPa (d).

Podemos observar que com o carbonato de amônio e com o aumento da pressão, houve um aumento dos tamanhos dos poros mas estes ainda continuam heterogeneos Fig.(a) e (b). Para o bicarbonato também houve esse aumento de porosidade, porém, o tamanho dos seus poros apresentam-se de forma mais homogêneos Fig. (c) e (d).

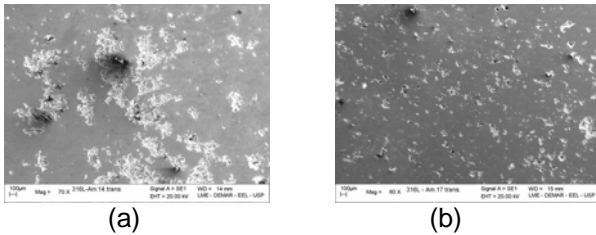


Figura 7. Micrografia Eletrônica de Varredura - MEV) – amostra utilizando o carbonato de amônio, processo de metalurgia do pó em pressão de 93,6 MPa (a) e 286,5 MPa (b).

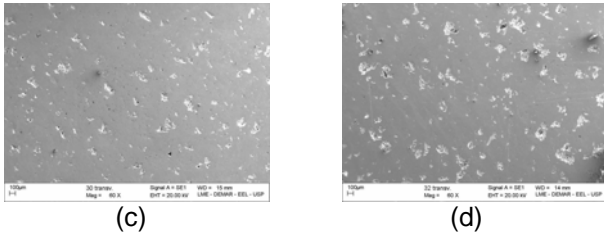


Figura 8. Micrografia Eletrônica de Varredura - MEV) – amostra utilizando o bicarbonato de amônio, processo de metalurgia do pó em pressão de 191 MPa (a) e 318 MPa (b).

A microscopia eletrônica veio a confirmar os resultados evidenciados pela óptica, onde com o carbonato os poros apresentam-se de forma heterogêneo Fig. (a) e (b) e o bicarbonato mais homogêneo Fig. (c) e (d).

Tabela 4 – Processamento e análise de imagens em relação ao processo de sinterização.

Carbonato		
Pressão (MPa)	93,6	286,5
Tamanho do poro	23,15	30,6
Bicarbonato		
Pressão (MPa)	191	318
Tamanho do poro	84,9	85,0

Carbonato		
Pressão (MPa)	93,6	286,5
Fração de Poro (%)	22	32,5
Bicarbonato		
Pressão (MPa)	191	318
Fração de Poro (%)	13,8	16,1

De acordo com o resultado obtido através da contagem de poros, observamos que com o carbonato de amônio mesmo com o aumento da pressão não houve muita variação no tamanho do

poro, já com o bicarbonato de amônio chegamos a um resultado bem próximo do indicado pelas literaturas estudadas a escala de 100 a 400 μm (DIAS, C.R. et al., 1993), que seria a característica principal na regeneração do tecido ósseo. E em relação a fração de poros, com o carbonato o valor obtido foi um pouco maior do que com o bicarbonato de amônio devido ao tamanho do poro.

Conclusão

Podemos concluir que para a produção de espumas metálicas de aço inoxidável 316L, o agente espumante ideal seria o bicarbonato de amônio devido à obtenção de espumas com tamanho e distribuição de poros mais homogêneos, principal característica que ajuda na regeneração do tecido ósseo, além do tamanho em escala μm do tamanho do poro no qual se aproxima mais das literaturas estudadas. Para a próxima etapa do projeto, o material será levado a ensaios mecânicos e biológicos e só assim poderemos ver realmente se o material produzido pode contribuir na qualidade da produção das espumas de aço.

Agradecimentos

Os autores agradecem a empresa Metalpó pela doação do pó de aço inoxidável 316L e aos funcionários da EEL/USP – Campus II DEMAR.

Referências

- CHIAVERINI, V. **Metalurgia do pó**. São Paulo: ABM, 2001.326 p.
- DIAS, C. R.; KISAKI, Y.; NETO, U. A.; NETO, B. F.; TARRAGÔ, R.; SCHWARTSMANN, R. C. Estudo titânio Ti6Al4V recoberto com hidroxiapatita. **Rev. Bras. Ortop.**, v.28, n.06, 1993.
- PADILHA, F. A.; GUEDES, C. L. **Aços Inoxidáveis Austeníticos**. São Paulo: Hemus, 1994.169 p.
- PARK, C.; NUTT, R. S. Anisotropy and strain localization in steel foam. **Materials Science and Engineering.**, A299, p.68-74, 2000.
- PARK, C.; NUTT, R. S. PM synthesis and properties of steel foams. **Materials Science and Engineering.**; A288, p.111-118, 2000.
- SILVER, H. F. **Biomaterials, medical devices and tissue engineering: an integrated approach**. London, Chapman & Hall, 303f, 1994.