

## CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DE ESTRUTURAS BRUTA DE FUSÃO DE LIGAS Ti-10Mo-xSi COM APLICAÇÃO EM ODONTOLOGIA

L. B. Souza<sup>1</sup>; J. E. T. dos Santos<sup>1</sup>; S. A. Souza<sup>1</sup>

Universidade Federal de Sergipe (UFS), Departamento de Ciências e Engenharia de  
Materiais (DCEM), Cidade Universitária Prof. José Aloísio Campos, Av. Marechal  
Rondon, s/n, Bairro Jardim Rosa Elze, CEP 49100-000, São Cristóvão – SE, Brasil,  
laribsouza@gmail.com

<sup>1</sup>UFS/DCEM

### RESUMO

*As ligas de titânio com elementos  $\beta$ -estabilizadores biocompatíveis, tais como Mo e Si, são consideradas candidatas promissoras para aplicações odontológicas. Neste estudo, ligas Ti-10Mo-xSi com  $x = 0; 0,5; 1,0; 1,5$ , na condição bruta de fusão, foram caracterizadas por microscopia óptica, difração de raios-X e ensaio de dureza Vickers, com intuito de avaliar o efeito do silício sobre a microestrutura e resistência mecânica. Os resultados obtidos mostraram que o silício contribuiu para supressão de  $\omega$  e formação de  $(Ti,Mo)_5Si_3$ . O maior valor de dureza,  $(464 \pm 41)$  HV, foi encontrado na liga Ti-10Mo devido à precipitação de  $\omega$  na matriz  $\beta$ . Esse valor foi reduzido com adição de 0,5% de Si, em consequência da diminuição da densidade destes precipitados, e novamente se elevou com o aumento do teor de silício, fato atribuído ao seu forte efeito de endurecimento por solução sólida e ao aumento da fração de volume do composto intermetálico  $(Ti,Mo)_5Si_3$ .*

Palavras-chave: ligas de titânio; biomateriais; transformações de fases

### INTRODUÇÃO

As doenças orais são consideradas como um dos principais problemas de saúde pública em todo o mundo. Segundo IBGE, o Brasil está entre os países com os maiores índices de problemas bucais que levam a perda dentária precoce,

atingindo cerca de 26 milhões de brasileiros, cuja incidência é maior em indivíduos de baixa renda [1]. Nesse sentido, a busca pela reposição dos dentes perdidos através do uso de implantes tem aumentado consideravelmente [2], uma vez que estes materiais representam uma alternativa reabilitadora para que não haja perda das funções mastigatórias e fonéticas, além da preservação da estrutura bucal e estética dos pacientes [3].

No que se referem aos implantes odontológicos, vários materiais metálicos têm sido utilizados, tais como: aços inoxidáveis, ligas à base de Ni-Cr, Co-Cr e Ni-Ti, além do titânio e suas ligas [4-6]. Dentre estes, o titânio e suas ligas são os que apresentam propriedades mais atrativas para tais aplicações como baixa densidade, baixa condutividade térmica, assim como excelente biocompatibilidade e resistência à corrosão e à fadiga [7].

Embora o titânio possua grande aplicabilidade na odontologia, dificuldades operacionais de fundição – processo de fabricação normalmente empregado – restringem sua utilização [8], devido à necessidade de equipamentos específicos em função do seu alto ponto de fusão (1.678°C) e alta reatividade em temperaturas elevadas. Com relação à suas ligas, a mais utilizada na confecção de implantes odontológicos é a Ti-6Al-4V, por apresentar uma excelente combinação de resistência mecânica e à corrosão [9], entretanto, essa liga do tipo  $\alpha + \beta$ , tem como desvantagem a baixa resistência ao desgaste, o que ocasiona a liberação de elementos tóxicos como Al e V, que provocam reações alérgicas aos tecidos gengivais e/ou neurológicas [10].

Diante desse fato, novas pesquisas têm sido desenvolvidas na tentativa de produzir ligas de titânio, em especial do tipo  $\beta$ , contendo elementos  $\beta$ -estabilizadores biocompatíveis, tais como Nb, Mo, Ta e Si. Dentre os elementos citados, o Mo é o  $\beta$  estabilizador mais eficiente, pois é o elemento que, em menor concentração, estabiliza a fase  $\beta$  a partir do resfriamento rápido [11]. Nesse caso, a adição do silício às ligas Ti-Mo possibilita a redução do custo de fabricação, pois a presença deste elemento reduz o ponto de fusão e a reatividade química do titânio favorecendo a fundição, além de apresentar uma densidade relativamente baixa e aumentar a resistência mecânica [12]. Portanto, esse trabalho teve como objetivo a análise das microestruturas e da resistência mecânica de ligas Ti-10Mo-xSi na condição como fundida.

## MATERIAIS E MÉTODOS

As ligas Ti-10Mo com diferentes concentrações de Si ( $x = 0; 0,5; 1,0; 1,5$ ) (% em peso) foram obtidas em forno a arco sob atmosfera inerte a partir de elementos comercialmente puros: Ti (99,84%), Mo (99,95%) e Si (99,9999%). Para cada composição foram produzidos lingotes com 100g, os quais foram refundidos pelo menos oito vezes para garantir a fusão completa dos elementos. Na preparação metalográfica, os lingotes foram cortados, obtendo-se assim amostras que foram embutidas a frio e lixadas em lixas de SiC de grana 120 a 4000; tais amostras foram também polidas utilizando pasta de alumina de 3  $\mu\text{m}$  para um melhor acabamento superficial. Para revelação da microestrutura foi utilizada uma solução de Kroll, consistindo de 3 ml de HF, 6 ml de HNO<sub>3</sub>, e 91 ml de H<sub>2</sub>O. As microestruturas foram analisadas através de um microscópio óptico modelo Carl ZEISS Axio SCOPE A.1. As fases foram identificadas por difração de raios-X utilizando um difratômetro Shimadzu, com tubo de cobre ( $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ ), tensão aplicada de 40 kV, corrente de 30 mA e varredura de 1,2  $\theta/\text{min}$  com variação  $2\theta$  de 30 a 90°. O ensaio de dureza Vickers foi realizado em todas as amostras em equipamento da Future-Tech FV-700, com carga aplicada de 2 kgf e tempo de impressão de 15 s. Os valores obtidos representam a média de cinco impressões.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Fig. 1 mostra as imagens de microscopia óptica do grupo Ti-10Mo-xSi ( $x = 0; 0,5; 1,0; 1,5$ ). Na liga Ti-10Mo (Fig. 1a), verifica-se que a microestrutura é constituída predominante por grãos de  $\beta$  com a fase  $\alpha$  presente nos contornos de grãos e subgrãos. A Fig. 2 confirma a presença das fases  $\beta$  e  $\alpha$  por difração de raios-X, as quais foram também identificadas nas ligas com adição de Si. Ainda na liga Ti-10Mo, foi observado um pico de difração de raios-X característico da fase  $\omega$ . A presença desta fase conduz ao aumento da resistência mecânica, mas provoca severas perdas de ductilidade [13]. De acordo com os dados da literatura, o silício pode atuar como elemento supressor de  $\omega$  [14]. Com relação a esse fato, nota-se que as ligas contendo 0,5, 1 e 1,5% de Si não apresentaram indícios de sua formação, como pode ser observado na Fig. 2b-d.

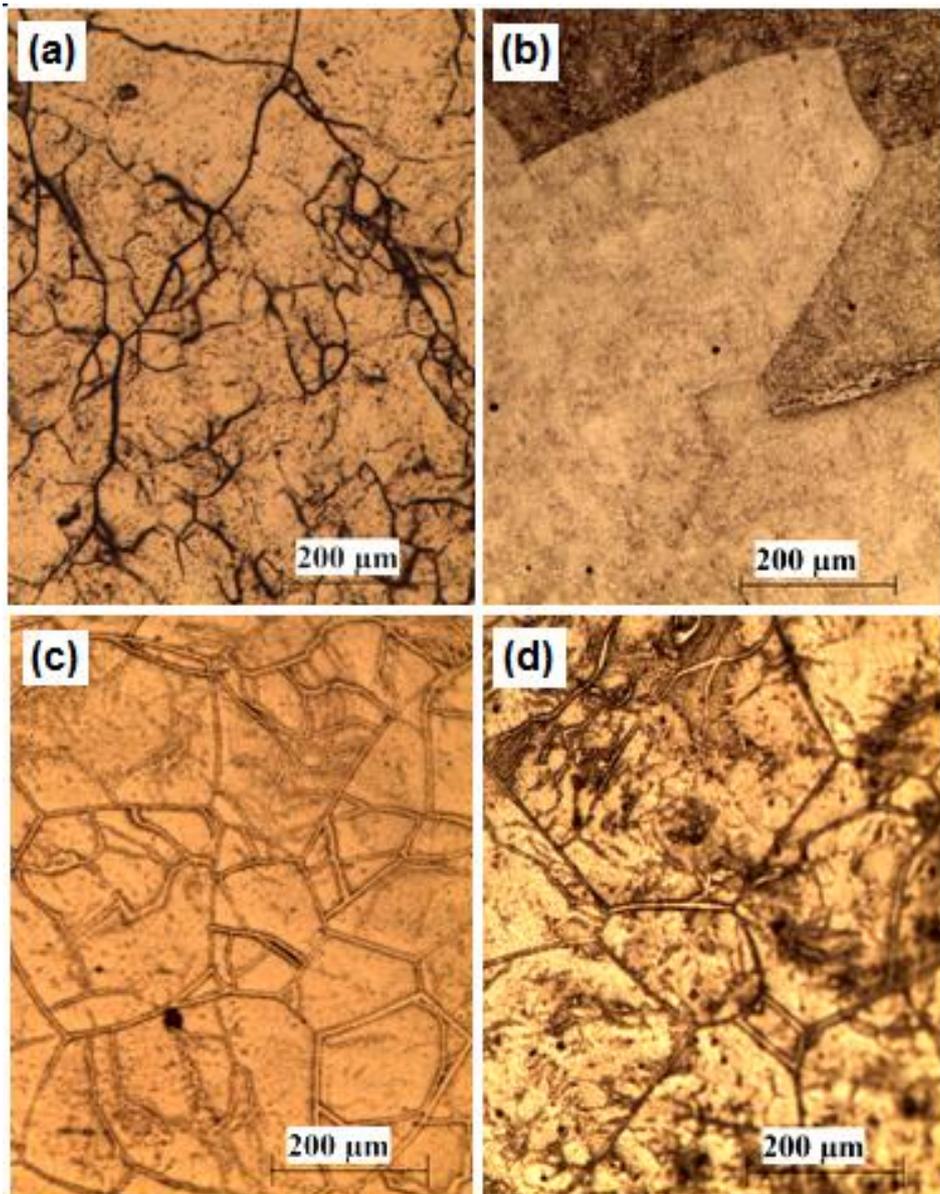


Figura 1. Micrografias de ligas Ti-10Mo-xSi com x=0 (a); 0,5 (b); 1,0 (c); 1,5 (d) produzidas em forno a arco. Ataque químico: solução Kroll. Aumento: 100x

Com as adições de Si observa-se também a formação do composto intermetálico  $(Ti, Mo)_5Si_3$  (Fig. 2b-d). Para estas ligas ainda não são vistos trabalhos publicados na condição estudada. No entanto, a projeção liquidus deste sistema, obtida por Yang e colaboradores [15], mostra que a formação de  $(Ti, Mo)_5Si_3$  é prevista como o último passo durante o processo de solidificação de ligas que se encontram na região rica em Ti.

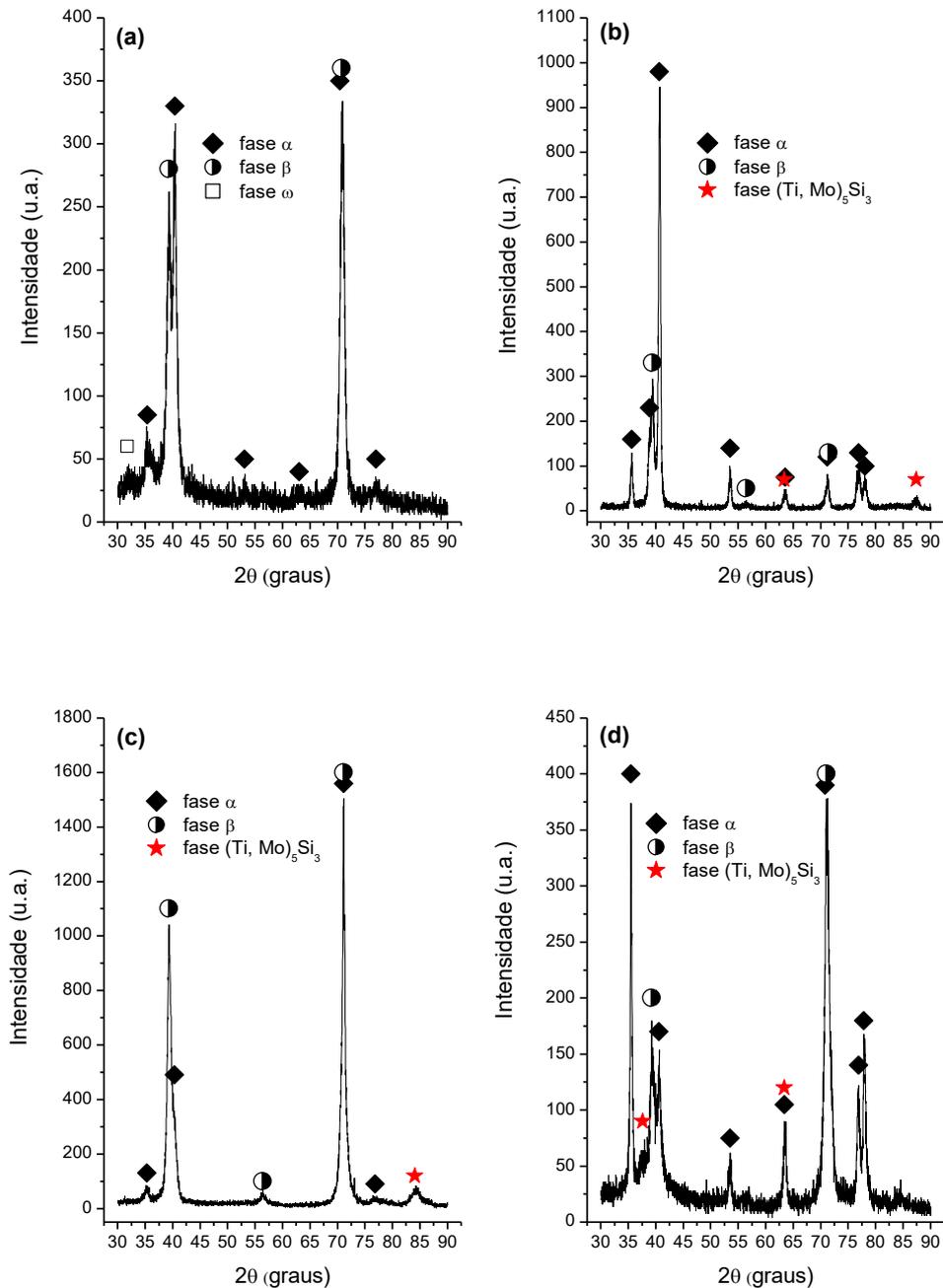


Figura 2. Difratoformas de raios-X de ligas Ti-10Mo-xSi com x = 0 (a); 0,5 (b); 1,0 (c); e 1,5 (d) no estado bruto de fusão.

As propriedades mecânicas das ligas Ti-10Mo-xSi foram analisadas a partir de ensaios de dureza Vickers. A Fig. 3 mostra as alterações desses valores em função da quantidade de Si, onde é possível notar uma redução significativa do valor de dureza com adição de 0,5% em peso deste elemento de liga. Esse resultado é

devido principalmente à eliminação parcial ou total da fase  $\omega$ , a qual foi detectada por difração de raio-X somente na amostra sem silício (Fig. 2a).

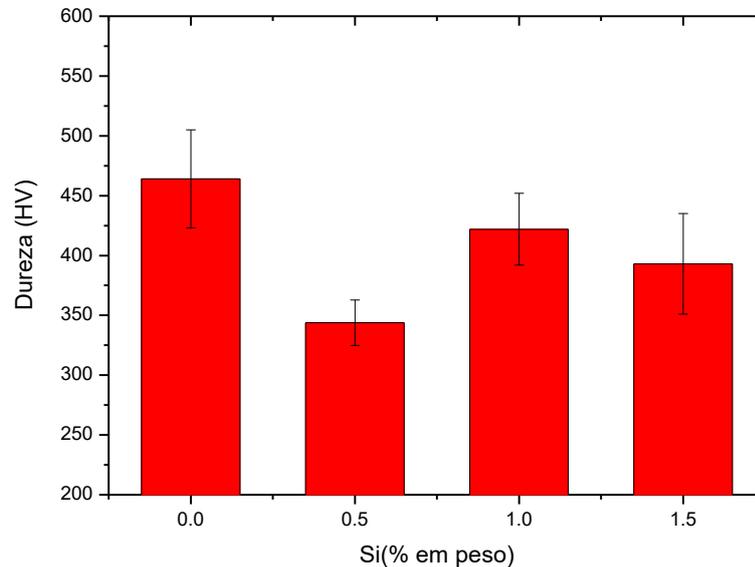


Figura 3. Dureza Vickers de ligas Ti-10Mo-xSi no estado bruto de fusão

Para as ligas com teores de 1,0 e 1,5% de Si, a dureza se eleva, o que pode ser atribuído ao aumento da fração de volume de  $(Ti, Mo)_5Si_3$  em relação a concentração de 0,5% de Si, uma vez que os compostos intermetálicos, em geral, tendem a aumentar a resistência mecânica das ligas [16]. Entretanto, deve-se também levar em conta o efeito de endurecimento por solução sólida devido ao aumento do teor de Si. Esse efeito já foi constatado em ligas Ti-35Nb-xSi [16].

Considerando seu potencial para aplicações odontológicas, isto é, que uma liga para tal emprego não deve ser susceptível ao desgaste nem desgastar dentes e restaurações antagonistas [17], e que uma dureza entre 125 e 340 HV atende a este requisito [18], pode-se afirmar que a melhor composição dentre as ligas estudadas é a Ti-10Mo-0,5Si.

## CONCLUSÃO

Neste estudo, os resultados obtidos conduziram as seguintes conclusões:

- O silício atua como elemento supressor de  $\omega$ , uma vez que esta fase foi somente verificada na liga Ti-10Mo;

- A dureza se elevou com o aumento do teor de Si, fato atribuído ao seu forte efeito de endurecimento por solução sólida e ao aumento da fração de volume do composto intermetálico (Ti, Mo)<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>.
- A composição que apresentou melhor dureza para aplicação odontológica entre as ligas estudadas foi Ti-10Mo-0,5Si.

## AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pelo suporte financeiro.

## REFERÊNCIAS

- [1] IBGE. **Pesquisa Nacional de Saúde 2013. Acesso e utilização dos serviços de saúde, acidentes e violências: Brasil, grandes regiões e unidades da federação.** Rio de Janeiro: IBGE, 2015.
- [2] SANDOR, B.; CARMICHEL, P. Dental implants in children, adolescents and young adults. **Atlas Oral Maxillofac. Surg. Clin. North Am.** v.16, p. 49–59, 2008.
- [3] FAÉ, J. B.; FERRETO, L. E.; HOSHÍ, A. O implante dentário na perspectiva dos pacientes de clínicas particulares de Francisco Beltrão/PR: Um estudo de caso. **Varia Scientia.** v. 07, n. 14, p. 23-44, 2009.
- [4] QIU, J.; YU, W.; ZHANG, F. Effects of the porcelain-fused-to-metal firing process on the surface and corrosion of two Co-Cr dental alloys. **Journal Mater Science.** v. 46, p. 1359-1368, 2011.
- [5] RECLARU, L.; UNGER, R.; KIRKPATRICK, C.; SUSZ, C.; ESCHLER, P.; ZUERCHER, M.; ANTONIAC, I.; LUTHY, H. Ni-Cr based dental alloys: Ni release, corrosion and biological evaluation. **Materials Science and Engineering C.** v. 32, p. 1452-1460, 2012.
- [6] ZHANG, B.; CAI, Z.; GAN, X.; ZHU, M.; YU, H. Dual motion fretting wear behaviors of titanium and its alloys in artificial saliva. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China.** v. 24, p. 100-107, 2014.
- [7] NIINOMI, M.; NAKAI, M.; HIEDA, J. Development of new metallic alloys for biomedical applications. **Acta Biomaterialia,** v. 8, p. 3888-3903, 2012.
- [8] RODRIGUES, R. C. S.; RIBEIRO, R. F.; DE MATTOS, M. G. C.; BEZZON, O. L. Comparative study of circumferential clasp retention force for titanium and cobalt-chromium removable partial dentures. **Journal of Prosthetic Dentistry,** v. 88, n. 3, p. 290-296, 2002.
- [9] WEI, Q.; WANG, L.; FU, Y.; QIN, J.; LU, W.; ZHANG, D. Influence of oxygen content on microstructure and mechanical properties of Ti-Nb-Ta-Zr alloy. **Materials and Design,** v. 32, p. 2934-2939, 2011.
- [10] EISENBARTH, E.; VELTEN, D.; MULLER, M.; THULL, R.; BREME, J. Biocompatibility of  $\beta$ -stabilizing elements of titanium alloys. **Biomaterials,** v. 25, p. 5705-5713, 2004.
- [11] DOBROMYSLOV, A. V.; ELKIN, V. A., Martensitic Transformation and Metastable  $\beta$ -Phase in Binary Titanium Alloys with d-Metals of 4-6 Periods, **Scripta Materialia,** v.44, p. 905-910, 2001.

- [12] KIKUCHI, M.; TAKADA, Y.; KIYOSUE, S.; YODA, M.; WOLDU, M.; CAI, Z.; OKUNO, O.; OKABE, T. Mechanical properties and microstructures of cast Ti-Cu alloys. **Dental Materials**, v. 19, p. 174-181, 2003.
- [13] KIM, H. Y.; HASHIMOTO, S.; KIM, J. I.; INAMURA, T.; HOSODA, H.; MIYAZAKI, S., Effect of Ta addition on shape memory behavior of Ti-22Nb alloy, **Materials Science and Engineering A**, v. 417, p. 120-128, 2006.
- [14] KIM, H. S., KIM, W. Y., LIM, S. H. Microstructure and elastic modulus of Ti-Nb-Si ternary alloys for biomedical applications, **Scripta Materialia**, v.54, p. 227-89, 2006
- [15] YANG, Y.; CHANG, Y. A.; TAN, L.; DU, Y. Experimental investigation and thermodynamic descriptions of the Mo-Si-Ti system. **Materials Science and Engineering A**, v.361, p.281-293, 2003.
- [16] TAVARES, A. M. G.; RAMOS, W. S.; DE BLAS, J. C. G.; LOPES, E. S. N.; CARAM, R.; BATISTA, W. W.; SOUZA, S. A. Influence of Si addition on the microstructure and mechanical properties of Ti-35Nb alloy for applications in orthopedic implants. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v.51, p.74-87, 2015
- [17] WATAHA, J. C., Alloys for prosthodontics restorations, **Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 87, p. 351-363, 2002
- [18] CRAIG, R. G.; POWERS, J. M. **Materiais Dentários Restauradores**. São Paulo: Livraria Editora Santos, 2004.

## MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL CHARACTERIZATION OF AS-CAST Ti-10Mo-xSi ALLOYS FOR DENTAL APPLICATIONS

### ABSTRACT

*Beta metastable Ti-based alloys containing biocompatible Mo and Si  $\beta$ -stabilizer elements are promising candidates for dental applications. In this study, the effect of the silicon on microstructure and mechanical resistance of Ti-10Mo-xSi alloys ( $x = 0, 0.5, 1.0, 1.5$ ) (wt. %), in as-cast condition, was investigated by optical microscopy, X-ray diffraction and Vickers hardness test. The results showed that the addition of silicon contributed to the suppression of the  $\omega$  phase and the formation of  $(Ti,Mo)_5Si_3$ . The highest hardness value,  $(464 \pm 41)$  HV, was observed in the Ti-10Mo alloy due to  $\omega$  phase precipitation in  $\beta$  matrix. This hardness value was reduced with the addition of 0.5% Si in consequence of a lower density of these precipitates; when the Si content increased, these values increased as a result from the strong Si solid solution strengthening effect and increase of the volume fraction of  $(Ti, Mo)_5Si_3$ .*

*Key-words: titanium alloys, biomaterials, phase transformations*