

## Efeito do tratamento térmico nas propriedades dos óxidos formados sobre a liga de magnésio AZ31 em solução que simula o meio fisiológico

Pamella S. Rodrigues<sup>1</sup>, Camila Q. C. Fernandes<sup>2</sup>, Darlene S. S. Almeida<sup>3</sup>, José A. de Castro<sup>2</sup>, Ladário da Silva<sup>1,2</sup>, Elivelton A. Ferreira<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal Fluminense - Instituto de Ciências Exatas - Volta Redonda, RJ - Brasil

<sup>2</sup> Universidade Federal Fluminense - Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica (PPGEM), Volta Redonda, RJ - Brasil

<sup>3</sup> Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET-RJ) - Departamento de Engenharia Metalúrgica, Angra dos Reis, RJ - Brasil

**Área:** Materiais Metálicos

**Resumo:** As ligas de magnésio possuem diversas aplicações como, por exemplo, em implantes ortopédicos. Entretanto, a baixa resistência à corrosão é um dos fatores que limitam sua utilização. Com o intuito de avaliar as propriedades dos óxidos formados sobre a liga em meio que simula um fluido fisiológico, amostras de ligas de magnésio AZ31, previamente submetidas à envelhecimento térmico em tempos diferentes, foram analisadas por ensaios eletroquímicos de Resistência à Polarização Linear e ensaios prévios de Elipsometria. Foi observado que com o tratamento térmico houve o aumento no tamanho dos grãos, o que auxiliou na formação de um filme óxido mais protetivo.

**Palavras-Chave:** Ligas de Magnésio; Meio fisiológico artificial; Resistência à corrosão.

### Introdução e objetivos do trabalho

As ligas de Magnésio (Mg) possuem diversas propriedades como baixo peso estrutural, maleabilidade e biocompatibilidade, o que possibilita sua utilização em implantes ósseos. Apesar disso, a grande dificuldade na utilização de ligas de Mg em implantes é sua alta taxa de corrosão e degradação [1][2].

Levando em conta esses fatores, o presente trabalho busca avaliar o efeito da microestrutura nas propriedades ópticas dos filmes formados na superfície da liga de Mg AZ31, submetida previamente à tratamento térmico, em solução de Hank, que simula o meio fisiológico [3].

### Materiais e Métodos

As amostras de liga de Mg AZ31 foram previamente submetidas à tratamento térmico de 220°C por Fernandes e colaboradores [4] durante 4, 6 e 12h. Para analisar o efeito do tratamento térmico na microestrutura do material, os grãos foram revelados com solução contendo 90 mL de Álcool Etílico, 10mL de água destilada, 2 mL de Ácido Acético e 5,5 g de Ácido Pírcico e medidos conforme a norma

ASTM E112 [5]. Ensaios eletroquímicos de Resistência à Polarização Linear (RPL) foram realizados para analisar a resistência à polarização ( $R_p$ ) dos óxidos formados após a imersão em solução de Hank em Circuito Aberto por 30 min e 2h. Medidas elipsométricas foram realizadas para obtenção dos parâmetros referentes à mudanças na fase ( $\Delta$ ) e na razão das amplitudes ( $\Psi$ ) do comprimento de onda da luz polarizada emitida sobre a amostra após 10 horas de imersão em solução de Hank.

### Resultados e Discussão

O tamanho dos grãos das amostras previamente submetidas à tratamento térmico por tempos diferentes está apresentado na tabela 1. Conforme já esperado, com o aumento do tempo de tratamento térmico houve o aumento do tamanho de grão [3][6].

Os potenciais de circuito aberto ( $E_{ocp}$ ), obtidos previamente aos ensaios de RPL, foram próximos de -1,50 mV. Durante o tempo de imersão, foi observado o desprendimento de bolhas na superfície do material que possivelmente se tratava de  $H_2$ , uma vez que o processo corrosivo

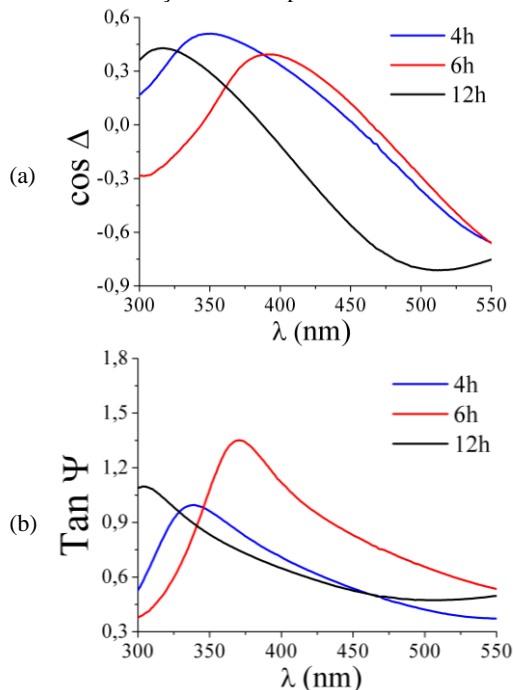
**Tabela 1.** Tamanho de grão médio calculado a partir das micrografias e valores de  $R_p$  obtidos nos ensaios de RPL das amostras da liga AZ31.

Tempo de tratamento térmico (h)	Tamanho de grão médio ( $\mu\text{m}$ )	$R_p$ ( $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ )	
		OCP: 30 min	OCP: 2h
4	35,0 $\pm$ 7,0	0,14	0,05
6	37,7 $\pm$ 14,6	0,06	0,11
12	57,1 $\pm$ 10,9	2,15	3,40

das ligas de Mg ocorre pela dissolução do Mg, favorecendo a redução da água e passivando a superfície do material pela precipitação de  $Mg(OH)_2$  [7][8][9]. Os valores de  $R_p$  obtidos apresentaram variações com o aumento de tempo de tratamento térmico, conforme apresentado na tabela 1, indicando que a microestrutura do material influenciou no processo corrosivo, o qual se inicia, preferencialmente, nos contornos dos grãos [7], sendo assim, o aumento dos tamanhos médios auxiliou na formação de uma camada passiva mais resistente uma vez que o aumento da  $R_p$  indica a diminuição da corrosividade do eletrólito [10].

Os ensaios elipsométricos apresentaram mudanças nos parâmetros relacionados a mudanças de fase ( $\Delta$ ) e a razão de amplitudes ( $\Psi$ ), indicando que a luz polarizada que incidiu sobre a superfície da amostra sofreu variações de fase e de amplitude do comprimento de onda ( $\lambda$ ), conforme apresentado na figura 1, consequentemente, indicou variações nas propriedades ópticas do filme óxido com a variação do tempo de tratamento térmico [11].

**Figura 1.** Variação do (a)  $\cos \Delta$  e da (b)  $\tan \Psi$  em função do comprimento de onda da luz refletida sobre a superfície das amostras da liga AZ31 submetida à imersão em solução de Hank por 10 horas.



A caracterização por elipsometria indica que o comportamento corrosivo inicia-se pela formação de MgO o qual é substituído por  $Mg(OH)_2$  engrossando a camada de óxido [12], o que explica as variações de  $R_p$  nos diferentes ensaios de OCP. Entretanto, é necessário analisar esses parâmetros elipsométricos comparando com modelos matemáticos computacionais para obter as propriedades do óxido.

## Conclusões ou Considerações finais

Os procedimentos realizados neste trabalho para avaliar as propriedades do óxido formado na liga AZ31 em solução de Hank, indicam que o tratamento térmico auxiliou na formação de uma camada passiva mais protetiva.

Portanto, os tratamentos térmicos realizados por Fernandes e colaboradores [4] resultou no aumento do tamanho de grão médio que, consequentemente, aumentou a resistência à corrosão, a qual foi indicada pela diminuição da corrosividade do meio eletrolítico, ou seja, pela diminuição do fluxo de cargas entre a solução de Hank e a liga. Além disso, a variação nos parâmetros elipsométricos indica a influência da microestrutura no processo corrosivo da liga AZ31 pela possível formação de óxidos com diferentes propriedades.

## Agradecimentos

Ao PIBIC, ao CNPq, ao FINEP e à CAPES.

- [1] KUMAR, K.; GILL, R. S.; BATRA, U. Challenges and opportunities for biodegradable magnesium alloy implants. *Materials Technology*, v. 33, n. 2, p. 153–172, 2018.
- [2] ACHARYA, M. G.; SHETTY, A. N. The corrosion behavior of AZ31 alloy in chloride and sulfate media – A comparative study through electrochemical investigations. *Journal of Magnesium and Alloys*, v. 7, n. 1, p. 98–112, 2019.
- [3] ABIDIN, N. I. Z.; MARTIN, D.; ATRENS, A. Corrosion of high purity Mg, AZ91, ZE41 and Mg2Zn0.2Mn in Hank's solution at room temperature. *Corrosion Science*, v. 53, n. 3, p. 862–872, 2011.
- [4] FERNANDES, C. Q. C. et al. Efeito da solubilização e envelhecimento na microestrutura e resistência a corrosão da liga de magnésio AZ31. *Tecnologia em Metalurgia Materiais e Mineração*, p. 1–6, 2019.
- [5] ASTM. ASTM E112-13: Standard test methods for determining average grain size. *ASTM International*, p. 1–28, 2013.
- [6] AFRIN, N. et al. Microstructure and tensile properties of friction stir welded AZ31B magnesium alloy. *Materials Science and Engineering A*, v. 472, n. 1–2, p. 179–186, 2008.
- [7] LI, T. et al. Comparison of corrosion behavior of Mg-1.5Zn-0.6Zr and AZ91D alloys in a NaCl solution. *Materials and Corrosion*, v. 66, n. 1, p. 7–15, 2015.
- [8] SONG, G. L.; XU, Z. Crystal orientation and electrochemical corrosion of polycrystalline Mg. *Corrosion Science*, v. 63, p. 100–112, 2012.
- [9] ESMAILY, M. et al. Fundamentals and advances in magnesium alloy corrosion. *Progress in Materials Science*, v. 89, p. 92–193, 2017.
- [10] WOLYNEC, S. *Técnicas Eletroquímicas em Corrosão*. [s.l.] Edusp, 2003.
- [11] FUJIWARA, H. *Spectroscopic Ellipsometry: Principles and Applications*. Chichester: John Wiley&Sons, Ltd, 2007.
- [12] ALMEIDA, D. S. S. et al. Ellipsometric characterization of surface films on AZ31 magnesium alloy exposed to a Na2SO4 solution. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 9, n. 5, p. 10175–10183, 2020.