

Caracterização de aço inoxidável ASTM 138 (CrNiMo) e biocompatibilidade em parafusos de fixação de próteses

Militão VA‡, Sodré D*, Souza CMP‡, Silva Jr WC‡

‡*Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo (IFSP)*

* *Serviço Nacional da Indústria, unidade Diadema (SENAI)*

Resumo. Este trabalho tem por objetivo realizar o uma análise da composição dos elementos químicos dos parafusos para fixação de próteses, fabricados com aço inoxidável ASTM F138 (CrNiMo). Um parafuso para fixação de próteses quando inserido no organismo humano, sofre desgastes corrosivos. O método Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS), analisaram a morfologia e os elementos químicos que compõem a estrutura do parafuso de fixação de próteses. Os resultados obtidos foram comparados e analisados com as normas ASTM F138.

Palavras-chave. *Microscopia Eletrônica de Varredura, espectroscopia de raios X por dispersão em energia, parafusos para fixação de prótese, ASTM 138.*

Abstract. The objective of this work is to analyze the composition of the chemical elements of the prosthesis fixation screws made of stainless steel ASTM F138 (CrNiMo). A screw for fixing prostheses when inserted in the human body, suffer corrosive wear. The Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy Scattering X-ray Spectroscopy (EDS) method will analyze the chemical elements that make up the structure of the fixation screw of prosthetics. The obtained results were compared and analyzed with ASTM F138 standards.

Keywords. *Scanning Microscopy and X-ray Spectroscopy by energy dispersion, transformed into prosthesis, ASTM 138*

Introdução. A utilização de materiais metálicos para implantes médicos iniciou no século XIX, levando até a época em que a indústria metalúrgica começou a se expandir durante a Revolução Industrial. O desenvolvimento de implantes metálicos foi impulsionado principalmente pelas exigências de abordagens para a reparação óssea, normalmente a fixação da fratura interna dos ossos longos. No entanto, quase nenhuma tentativa de dispositivos metálicos implantados, tais como fios da coluna vertebral e alfinetes feitos de ferro, ouro ou prata, foram bem sucedidos até que técnica cirúrgica asséptica do Lister foi implementado na década de 1860 (1).

Desde então, materiais metálicos têm predominado em cirurgia ortopédica, desempenhando um papel importante na maioria dos aparelhos ortopédicos, incluindo dispositivos temporários (por exemplo, placas ósseas, pinos e parafusos) e implantes

permanentes (por exemplo, próteses totais). Ao mesmo tempo, metais também são utilizados em aplicações na prática odontológica e ortodôntica.

Recentemente, aumentaram-se os esforços de pesquisa em biomateriais metálicos, tem sido investido na aplicação da cirurgia reconstrutiva não convencional de tecidos duros/órgãos, tais como a aplicação de NiTi (nitinol), ligas de memória de forma como stents vasculares e o desenvolvimento de novas ligas à base de magnésio para engenharia de tecido ósseo e regeneração (1).

O termo biomaterial é usado dentro de diferentes limites de definição nas comunidades científicas. De acordo com Park (2), biomaterial é um material sintético utilizado para fazer dispositivos para substituir parte de um sistema vivo ou para funcionar em contato com tecido vivo.

Os aços inoxidáveis austeníticos têm sido utilizados em aplicações cirúrgicas ao longo de muitos anos em função do baixo custo e das boas propriedades mecânicas, em relação às ligas de titânio e cobalto (3). Porém em contato com o meio corporal sofrem desgaste corrosivo, liberando íons de cromo e níquel no interior do corpo humano. Em função do desempenho insatisfatório do 316L, foram desenvolvidos os aços ASTM F138, com melhor desempenho mecânico e corrosivo (4).

Segundo a norma ASTM F138, o aço inoxidável para implantes deve possuir estrutura austenítica, pois tal estrutura oferece maior resistência à corrosão. Ela pode ser obtida pela adição de níquel ao ferro para provocar a expansão do campo da fase austenítica, tornando a austenita estável até temperaturas abaixo do ambiente e também por ser amagnética (5).

O aço ASTM F138 tem como característica principal elevado teor de níquel, elemento que atua como estabilizador da fase austenítica (6).

Determinados tipos de materiais metálicos, principalmente aços, contém diversos elementos não metálicos em sua composição, tendo o oxigênio, enxofre e nitrogênio os elementos mais comuns. Esses componentes na forma de partículas precipitadas acabam por fragilizar o material, viabilizando a ocorrência de falhas prematuras e inesperadas. Tais partículas são denominadas inclusões não metálicas (7).

Materiais e métodos. Conforme citado anteriormente, os ensaios realizados foram os de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Raios X por Dispersão em Energia (EDS).

O MEV, conforme pode ser visto na Figura 1, consiste basicamente da coluna ótico-eletrônica (canhão de elétrons e sistema de demagnificação), da unidade de varredura, da câmara de amostra, do sistema de detectores e do sistema de visualização da imagem.

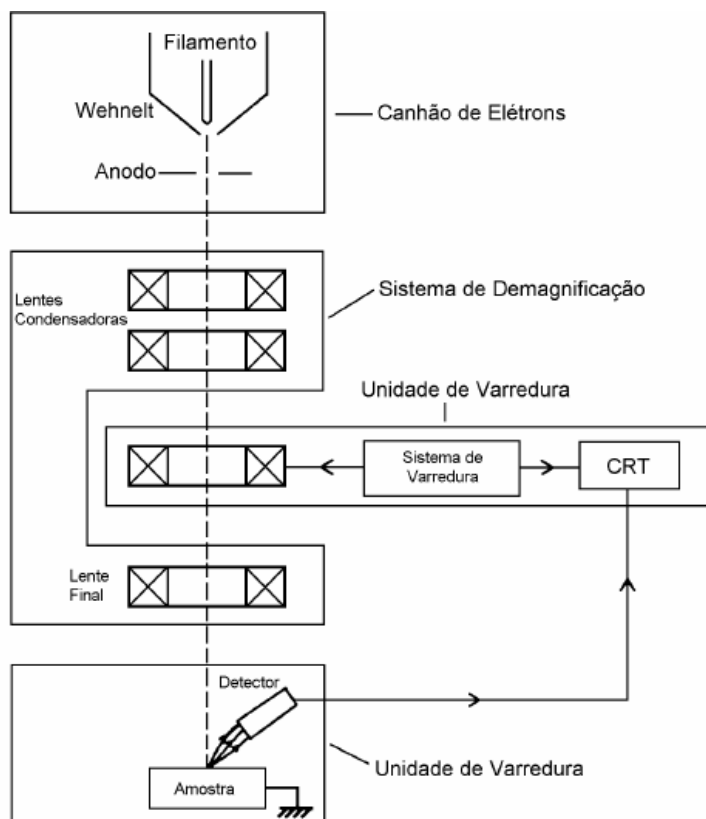


Figura 1. Representação esquemática dos componentes do Microscópio Eletrônico de Varredura.

O canhão de elétrons é usado para a produção do feixe de elétrons com energia e quantidade suficiente para ser captado pelos detectores. Esse feixe eletrônico é então demagnificado por várias lentes eletromagnéticas, cuja finalidade é produzir um feixe de elétrons focado com um pequeno diâmetro numa determinada região da amostra.

Para análise micro estrutural, as amostras foram submetidas ao ensaio de torção. A análise dos parafusos foi na área de ruptura da cabeça como a área de ruptura do corpo.

Antes de colocar para análise, os corpos das amostras foram serrados manualmente, para que o seu tamanho ficasse semelhante a suas respectivas cabeças e em seguida a parte serrada (base do corpo) foi lixada (Figura 2), para manter a estabilidade das peças.

As peças a serem analisadas, colocadas para limpeza por ultrassom (Figura 3) e em seguida secos com ar quente para evitar conflitos com impurezas externas durante a leitura.



Figura 2. Peças serradas sendo lixada



Figura 3. Amostras sendo limpadas para a análise por MEV

Com isso, as amostras de altura aproximada foram posicionadas de acordo com a Figura 4 e presos a uma fita de carbono para sua fixação. Ao posicionar na máquina, as amostras a serem analisadas são reproduzidas a um ângulo de 90° no computador (Figura 5) obtendo um aumento de até 10 000 x.

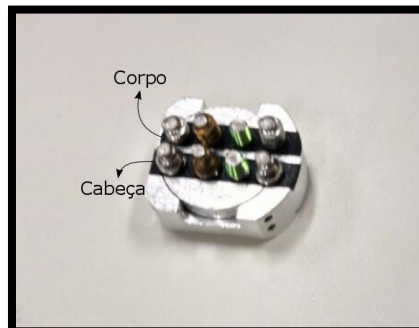


Figura 4. Amostras posicionadas no MEV

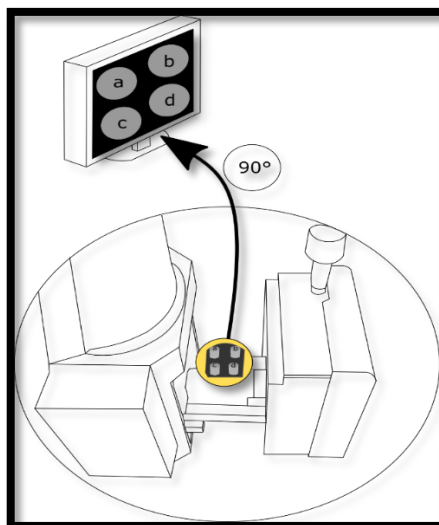


Figura 5. Esquemático da reprodução do MEV

Como resultado da interação do feixe de elétrons com a superfície da amostra, uma série de radiações são emitidas tais como: elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raios-X característicos, elétrons Auger e fótons. Estas radiações quando captadas corretamente irão fornecer informações características sobre a amostra (topografia da superfície, composição e cristalografia).

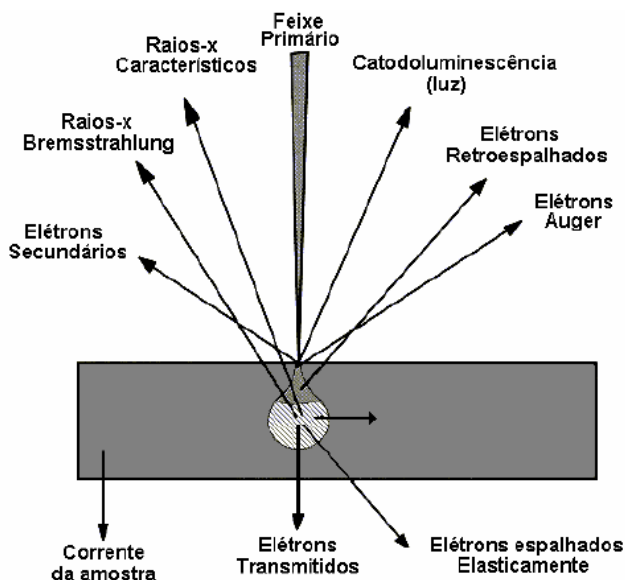


Figura 6. Volume de interação das radiações emitidas e origem de alguns sinais.

Para a compreensão do comportamento do parafuso durante o ensaio, foram utilizadas as funções elétrons retroespalhados (análise de composição, BSE) e elétrons secundários (análise topográfica, SE).

Resultados. Observando a área de ruptura das amostras, foi possível identificar diferentes texturas nas superfícies das amostras. Os parafusos de material aço inox ASTM F138 foram os que apresentaram maior variação, assim como apresentado na figura 7.

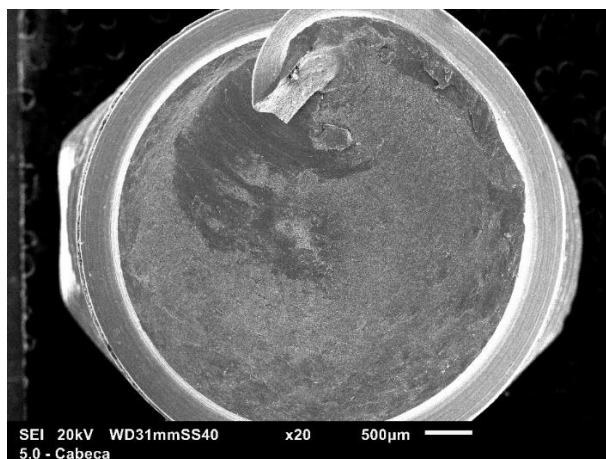


Figura 7. Análise por elétrons secundários na superfície do parafuso auto-rosqueante, diâmetro 5,0 x 40mm, Inox ASTM F138 CRNIMO em um aumento de 20x

Para compreensão de tais fatores, foi feita uma análise qualitativa da superfície, ou seja, foi feita uma microanálise química por energia dispersiva (EDS) pontual, onde foram selecionados áreas de inclusões e áreas de diferentes texturas. Os resultados obtidos foram comparados e analisados com as normas ASTM F138 (Para as amostras de aço inox Cr – Ni - Mo). Tais dados podem ser observados na tabela 1.

Tabela 1. Tabela de requisitos químicos (Norma ASTM F138).

Requisito químico (Norma ASTM F138)		
Elementos	Composição, % (mass/mass)	Tolerância a baixo do mínimo ou a cima do limite máx, % (mass/mass)
Carbono(C)	0.030 máx.	0.005
Manganês(Mn)	2.00 máx	0.04
Fósforo(P)	0.025 máx	0.005
Enxofre(S)	0.010 máx	0.005
Silício(Si)	0.75 máx	0.05
Cromo(Cr)*	17.00 a 19.00	0.2
Níquel(Ni)	13.00 a 15.00	0.15
Molibdênio(Mo)*	2.25 a 3.00	0.10
Nitrogênio(N)	0.10 máx	0.01
Cobre(Cu)	0.50 máx	0.03
Ferro(Fe)	///	///

Os resultados do EDS apresentaram uma grande quantidade de inclusões metálicas (Ca, V, Al, K, Mg, entre outras) e não-metálicas (O, C, N, P, S e Cl), presentes principalmente nas extremidades da rosca, ilustrado na Fig. 8 por elétrons retroespalhados (os elementos com menor número atômico – oxigênio, carbono, fósforo - são representados com uma tonalidade próxima ao preto, enquanto os elementos com maior número atômico – ferro, manganês, molibdênio - são representados com uma tonalidade próxima ao branco).

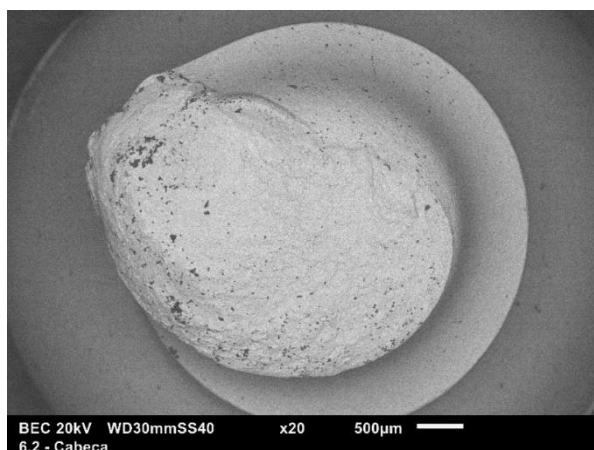


Figura 8. Imagem por elétrons retroespalhados

Comparando os resultados com a norma, em nenhuma das amostras se obteve o resultado compatível (tabela 2).

Tabela 2. Tabela comparativa de composição química (Norma ASTM F138).

Dados Norma ASTM F138			Resultados Obtidos (média)				
Elementos	Composição(%)	Tolerância(%)	4.0	5.0	6.1	6.2	7.2
Carbono(C)	0.030 máx.	0.005	-	-	17.58	44.24	-
Manganês(Mn)	2.00 máx	0.04	2.10	2.19	2.02	0.28	4.96
Fósforo(P)	0.025 máx	0.005	-	-	0.18	0.09	-
Enxofre(S)	0.010 máx	0.005	0.25	-	0.88	0.57	-
Silício(Si)	0.75 máx	0.05	0.26	0.22	1.25	0.35	0.09
Cromo(Cr)*	17.00 a 19.00	0.2	16.00	17.01	11.00	8.37	27.59
Níquel(Ni)	13.00 a 15.00	0.15	12.28	13.68	8.04	5.73	8.13
Molibdênio(Mo)*	2.25 a 3.00	0.10	2.42	2.30	1.03	0.97	1.05
Nitrogênio(N)	0.10 máx	0.01	-	-	-	3.68	-
Cobre(Cu)	0.50 máx	0.03	-	-	-	-	-
Ferro(Fe)	///	///	54.92	61.60	47.86	27.63	57.52
Inclusões/Impurezas							
Oxigênio(O)			18.94	4.86	8.87	7.21	-
Cálcio(Ca)			18.94	0.93	1.06	0.31	-
Vanádio(V)			0.03	-	0.02	-	-
Alumínio(Al)			-	5.41	1.96	0.14	0.67
Potássio(K)			-	-	1.03	0.11	-
Sódio(Na)			-	-	0.55	0.11	-
Magnésio(Mg)			-	-	0.19	0.07	-
Cloro(Cl)			-	-	0.69	-	-
Zinco(Zn)			-	-	0.27	0.49	-
Bário(Ba)			-	-	0.175	-	-
Titânio(Ti)			-	-	0.635	-	-

Entre os resultados obtidos, pode se observar em alguns pontos um aglomerado de elementos, enquanto em outros pontos, um valor bem abaixo do mínimo apresentado na norma. O que mais chamou a atenção foi a grande quantidade de oxigênio e carbono nas amostras de aço inox, por serem elementos responsáveis pela fragilização mecânica e da redução à resistência a corrosão. O fósforo também é outra impureza com que se preocupar.

Conclusão. As amostras apresentaram uma grande quantidade de inclusões metálicas (Ca, V, Al, K, Mg, entre outras) e não-metálicas (O, C, N, P, S e Cl). Comparando os resultados com a norma, em nenhuma das amostras se obteve o resultado compatível.

Entre os resultados obtidos, pode se observar em alguns pontos um aglomerado de elementos, enquanto em outros pontos, um valor bem abaixo do mínimo apresentado na norma.

O carbono e o oxigênio apareceram em quantidades elevadas, por serem elementos responsáveis pela fragilização mecânica e da redução à resistência a corrosão, e o fósforo também é outra impureza com que se preocupar.

Referências

- (1) Chen Q, Thouas GA. Metallic implant biomaterials. *Mat Sci Eng. R: Reports*, 87:1-57, 2015.
- (2) Park JB, Bronzino JD. (Ed.). *Biomaterials: Principles and applications*. CRC Press, 2002.
- (3) Oksiuta Z. *et al.* Analysis of microstructural aspects of a hip stem failure made of the REX 734 stainless steel. *Eng Failure Anal*, 72:1-10, 2017.
- (4) Sabará EWF. *Caracterização Microestrutural e Avaliação da Resistência à Corrosão de Aços Inoxidáveis Austeníticos utilizados em aplicações como Biomateriais*, 2013.
- (5) ASTM F138 – 13a Standard Specification for Wrought 18Chromium-14Nickel-2.5Molybdenum Stainless Steel Bar and Wire for Surgical Implants (UNS S31673).
- (6) Roach MD, Wright SI, Lemons JE, Zardiackas LD. An EBSD based comparison of the fatigue crack initiation mechanisms of nickel and nitrogen stabilized cold-worked austenitic stainless steels, *Mat Sci Eng*, 2013.
- (7) Colpaert H. *Metalografia dos produtos comuns*. São Paulo: Editora Blucher, 2008.