



Otimização do processo de deposição de coberturas de Ti em aço inoxidável biomédico

L. V. Batista Neto¹, W. B. Castro^{2*}

¹Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Campina Grande

²Departamento de Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Campina Grande

*Aprígio Veloso, 882, Campina Grande – PB, CEP 58429-900

(Recebido em 22/05/2014; revisado em 15/06/2015; aceito em 01/07/2015)

(Todas as informações contidas neste artigo são de responsabilidade dos autores)

Resumo:

A importância deste trabalho foi avaliar a deposição de filmes finos de titânio (Ti) utilizando o processo de pulverização catódica (sputtering) sobre placas de aço inoxidável 316L, analisando a influência das variáveis do processo sputtering, taxa de deposição e tempo de deposição, na espessura da camada depositada, utilizando planejamento fatorial $2^2 + 3$ no ponto central, totalizando 7 experimentos. Observou-se que para aumentar espessura da camada depositada de Ti foi necessário realizar experimentos com taxa de deposição e tempos maiores, e que para diminuir a espessura da camada depositada, é necessário realizar experimentos com taxa de deposição e tempos menores.

Palavras-chave: Planejamento fatorial; aço inox 316L; técnica de sputtering.

Abstract:

Sputtering process of Ti in 316L stainless steel for obtained coating was optimized by an advanced statistical planning of experiments. The full factorial design of 2^2 plus 3 central point experiments (7 total experiments) were used to find effects of two principal parameters, i.e. deposition rate and deposition time onto thickness of the deposited layer. It was found that to increase the thickness of the deposited layer of Ti was necessary to carry out experiments with higher deposition rate and time, and to decrease the thickness of the deposited layer, it is necessary to carry out experiments with lower deposition rates and times.

Keywords: Factorial design; 316L stainless steel; sputtering process.

1. Introdução

Atualmente a possibilidade de obtenção de uma grande quantidade de dados numéricos tem crescido em todos os campos da ciência, incluindo a química analítica, devido ao desenvolvimento de novas técnicas que permitem uma resposta de forma mais rápida [1,2]. Neste contexto, a aplicação de ferramentas estatísticas é de fundamental importância, principalmente para explorar e entender uma gama crescente de dados e informações originadas de um sistema [2]. O planejamento fatorial [3-5] é uma ferramenta estatística importante e simples, porém, pouco empregada ou explorada em Tecnologia de Materiais. A observação dos efeitos de variáveis e interações entre elas é de extrema importância para entender os processos que estão sendo monitorados em um determinado sistema.

O aço inoxidável é o material metálico mais utilizado em cirurgias ortopédicas devido à sua biocompatibilidade, resistência mecânica, ductilidade, facilidade de fabricação e custo, porém sua resistência à corrosão é bem menor do que a do titânio, causando uma diminuição da vida útil dos

implantes. Contudo, o preço agregado dos implantes fabricados por titânio é muito superior aos implantes fabricados com aço inoxidável [6]. Diante disso, depositar titânio na superfície do aço inoxidável surge como alternativa tecnológica que agrega depositar titânio na superfície do aço inoxidável, as características do aço inox e potencializa sua resistência à corrosão [7].

Deste modo, este trabalho tem como objetivo avaliar a deposição de filmes finos de titânio (Ti) utilizando o processo de pulverização catódica (sputtering) sobre placas de aço inoxidável 316L, analisando a influência das variáveis taxa de deposição e tempo de deposição do processo sputtering na espessura da camada depositada, utilizando planejamento fatorial.

2. Materiais e Métodos

O equipamento de deposição utilizado foi o da marca AJA, modelo “Orion 5-HV Sputtering Systems”. O aço usado como substrato foi o aço inoxidável 316 L e o Titânio usado como recobrimento foi Titânio comercialmente puro (Ti CP).

*Email: walman@dem.ufcg.edu.br (W. B. Castro)

Antes da realização da deposição, os corpos de prova tiveram suas superfícies jateadas com areia com o objetivo de introduzir rugosidade mínima necessária para uma boa adesão do Titânio.

Na técnica de sputtering existem duas variáveis que podem influenciar em muito na espessura da camada depositada de titânio (Ti) no aço inox utilizado, taxa de deposição e tempo. Para avaliar o potencial dessas variáveis na espessura da camada depositada, foi aplicada uma análise de planejamento fatorial 2^2 com ponto central.

O método estatístico, metodologia por superfície de resposta (RSM), com duas variáveis independentes, taxa de deposição (T.D) e tempo (T), com 3 níveis, -1, 0, 1, foi usado para estudar as variáveis dependentes: espessura da camada depositada de Ti (E.C.D) e a resistência a corrosão da camada depositada (R.C). Foram realizadas três replicatas no ponto central para estimar o erro da metodologia. As coordenadas foram dadas pelo planejamento fatorial 2^2 com ponto central, mais 2 repetições no ponto central, totalizando 7 experimentos, com um nível de significância estatística de 5%. A Tabela 1 apresenta a relação entre os níveis do planejamento e cada fator analisado.

Tabela 1. Dados com os níveis e as variáveis do plano fatorial usado na modelagem por superfície de resposta

Nível	Taxa de Deposição (T.D) (W)	Tempo (t) (Min.)
-	30	10
0	75	35
+	120	60

A análise dos efeitos das variáveis individualmente e de interação entre eles foi feita utilizando o programa "Statistica 7". A validação do modelo proposto, a partir da análise dos efeitos e da interação entre eles, foi feita através da análise de variância ANOVA.

Para medir a espessura da camada depositada de Ti foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da marca Jeol, modelo GJCM e o contraste de elétrons retroespalhados. O valor de espessura da camada depositada foi determinada através de uma média de dez (10) medidas realizadas ao longo de toda a camada

3. Resultados e Discussão

A resposta analítica (espessura da camada depositada) para o experimento de deposição é apresentado na Tabela 2. O uso do planejamento fatorial e a análise estatística permitiram expressar a espessura da camada depositada (E.C.D), através de um modelo linear, podendo a resposta ser escrita como uma função das variáveis significativas. Com os resultados da Tabela 2, utilizou-se o programa STATISTICA 7 para fazer a análise estatística dos resultados da camada depositada de Ti.

A Tabela 3 e a Figura 1 apresentam os efeitos das variáveis e suas interações na análise estatística em um nível um nível de significância de 5% ($p = 0,05$) para a variável resposta, que foi a espessura camada depositada de Ti.

Observa-se na Tabela 3 que todas as variáveis, inclusive a interação entre elas, foram significativas com p-valores menores que 5% ($p=0,05$).

Observa-se na Figura 1 que para aumentar espessura da camada depositada de Ti é necessário realizar experimentos com taxa de deposição e tempos maiores, e que para diminuir a espessura da camada depositada, de Ti é necessário realizar experimentos com taxa de deposição e tempos menores.

O modelo matemático linear de regressão para a camada depositada de Ti, considerando os valores dos coeficientes estatisticamente significativos da Tabela 2 é apresentado na Equação 1:

$$E.C.D = 5,49 + 4,4T.D + 4,5t + 2,5T.D*t \quad (1)$$

Tabela 2. Matriz de Planejamento Fatorial $2^2 + 3$ no ponto central e o resultado da espessura da camada de Ti

Experimentos	Variáveis Independentes			Resposta
	Taxa de Deposição (T.D) (W)	Tempo (t) (Minutos)	Interação entre T.D x t	Espessura da camada de Ti (E.C.D) (μm)
1	(-) 30	(-) 10	+	1,9
2	(+) 120	(-) 10	-	3,8
3	(-) 30	(+) 60	-	3,9
4	(+) 120	(+) 60	+	10,8
5	(0) 75	(0) 35	0	5,8
6	(0) 75	(0) 35	0	6,4
7	(0) 75	(0) 35	0	5,8

Tabela 3. Estimativas das variáveis no resultado do espessura da camada depositada (E.C.D)

Fator	Efeito das Variáveis	Fator p para 95% de Confiança
Média	5,49	0,0003
Taxa De Deposição (T.D)	4,40	0,0094
Tempo (T)	4,50	0,0090
Interação De T.D * T	2,50	0,0427

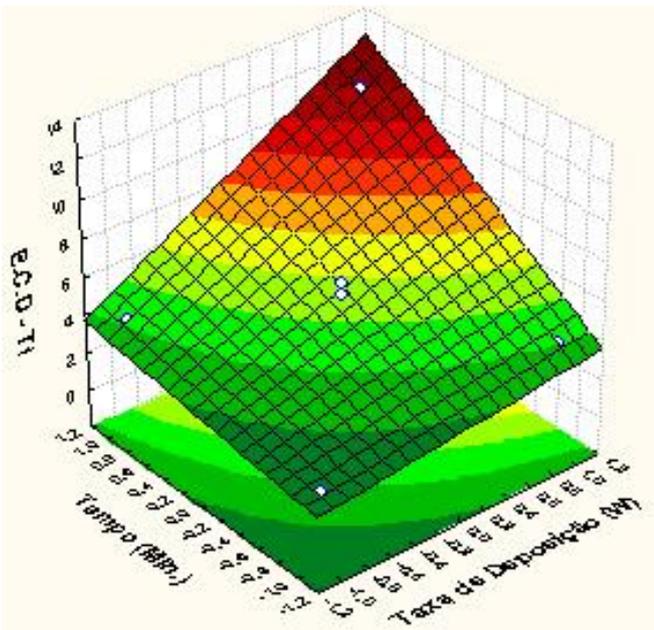
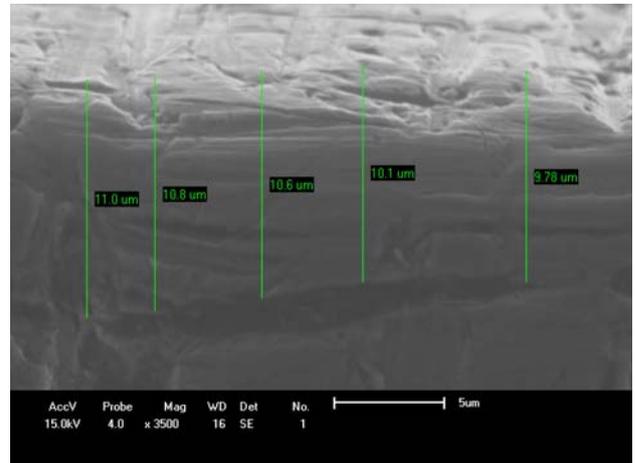


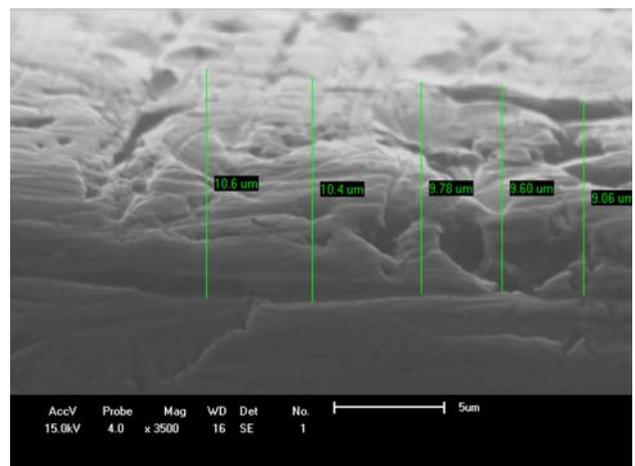
Figura 1. Superfície de resposta para a espessura da camada depositada (E.C.D) de Ti em função da taxa de deposição e o tempo

Os dados do planejamento fatorial também foram submetidos a uma análise de variância (ANOVA), análise de regressão e teste F, baseados na Tabela da distribuição de F para $\alpha = 5\%$. Verificou-se, conforme os dados contidos na Tabela 4, que o modelo analisado foi estatisticamente significativo e preditivo, apresentando um coeficiente de determinação ($R^2 = 0,96$) para a influência das variáveis na camada depositada de Ti. Com base nos dados da Tabela 4, dividindo a soma dos quadrados médios da regressão pela soma dos quadrados médios dos resíduos obtivemos um valor de F calculado ($F_{cal.}$) de 28,9 e o valor F Tabela ($F_{tab.}$) de 9,28 foi obtido da Tabela de percentagem da distribuição F ao nível de 5% de significância a partir dos valores dos graus de liberdade da regressão e do resíduo [5], verificou-se que uma regressão estatisticamente significativa foi observada pois $F_{calculado} = 28,9 > F_{tabelado} = 9,28$. Da mesma maneira que obtivemos os resultados anteriores, agora com os valores dos quadrados médios da regressão e da falta de ajuste e dos valores dos graus de liberdade da regressão e da falta de ajuste, verificou-se que o modelo também está bem ajustado visto que o $F_{calculado} = 2,6 < F_{tabelado} = 10,13$.

As Figuras 2a e 2b apresentam os resultados da maior espessura da camada depositada na condição de taxa de deposição máxima (120 W) e tempo de deposição máximo (60 min.). Observa-se que houve uma pequena variação nos valores obtidos, mas dentro do erro experimental, sendo a camada depositada bem homogênea.



a)



b)

Figura 2. a) e b) 10 medidas da camada depositada para a condição de taxa de deposição máxima (120 W) e tempo de deposição máximo (60 min.)

Tabela 4. Análise de variância para o nível de super-resfriamento térmico

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrados Médios	$F_{cal.}$	$F_{tab.}$	R^2
Regressão	46,86	3	15,62	28,9	9,28	0,96
Resíduos	1,63	3	0,54	-	-	
Falta de ajuste	1,40	1	1,40	2,60	10,13	
Erro puro	0,23	2	0,12	-	-	
Total	47,49	6	-	-	-	

4. Conclusões

Com base nas técnicas de planejamento fatorial $2^2 + 3$ no ponto central e na análise de variância (ANOVA) foi possível otimizar as variáveis que influenciam na técnica de Sputtering para maximizar a camada depositada de Ti em aço inox 316L. O uso de taxa de deposição de 120 W e um tempo de 60 minutos foi a condição que forneceu a maior espessura de camada de Ti depositada. O modelo apresentou um coeficiente de determinação (R^2) muito satisfatório, uma regressão estatisticamente significativa ao nível de 95% de confiança e um modelo bem ajustado.

Referências

- [1] Barros, N. B., Scarmínio, I. S., Bruns, R. E. Como fazer experimentos – 3ed. Campinas: Editora da Unicamp; 2007.
- [2] Box, G. E. P., Huntler, W. G., Hunter J. S. Statistic for experiments. New York: Wiley; 1978.
- [3] Montgomery, D. C. Diseño y análisis de experimentos. Trad. Por Jaime Delgado Saldivar. Balderas: Limusa Wiley; 1991.
- [4] Neto, B. B., Scarminio, I. S., Bruns, R. E. Planejamento e otimização de experimentos. Campinas: Unicamp; 1995.
- [5] Rodrigues, M. I., Lemma, A. F. Planejamento de Experimentos & otimização de Processos, 2^a Ed., Campinas: Casa do Pão Editora; 2009.
- [6] Chinsakolthanakorna, S., Buranawong, A., Witit-Anunb, N., Chaiyakunb, S., Limsuwana, P. Characterization of nanostructured TiZrN thin Films deposited by reactive DC magnetron co-sputtering. Procedia Engineering, 32, 571 – 576, 2012.