

## **ANÁLISE DA REGIÃO SOLDADA POR PROCESSO LASER EM MICROTUBOS DE TITÂNIO POR MEIO DE ENSAIO METALOGRAFICO E MICRODUREZA**

A. Feher<sup>1</sup>, M.E.C.M. Rostelato<sup>1</sup>, C.A. Zeituni<sup>1</sup>, J.A. Moura<sup>1</sup>, O.L. Costa<sup>1</sup>, C.D. Souza<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP  
Avenida Professor Lineu Prestes, 2242 – 05508-000 – São Paulo, SP  
afeher@ipen.br

### **RESUMO**

*Um dos materiais utilizados como invólucro de fontes radioativas seladas para aplicações na área da saúde é o titânio. Na construção de fontes radioativas seladas, o radioisótopo é confinado em uma cápsula de metal garantindo que não ocorra sua dispersão no meio externo. O processo de construção desse tipo de fonte requer muitas vezes a soldagem da cápsula, causando alterações das estruturas cristalinas do metal. Essas alterações podem resultar na fragilização da região de solda, ocasionando trincas e conseqüentemente a inutilização do conjunto. Este trabalho avaliou a possível existência de defeitos de soldagem por meio de ensaio metalográfico e de dureza. Foram realizados ensaios por microscopia óptica e MEV para avaliar a existência de trincas, poros, inclusões, falta de penetração e mordeduras. Foram realizados também ensaios de microdureza Vickers com a finalidade de verificar a variação da dureza entre o metal de base, zona termicamente afetada e zona fundida.*

**Palavras-chave:** microtubos, titânio, solda laser, microdureza, metalografia

### **INTRODUÇÃO**

O tratamento de câncer da próstata com implante permanente de sementes de iodo-125 cresceu expressivamente nos Estados Unidos da América nos últimos anos <sup>(1)</sup>.

No mercado internacional, o custo mínimo da semente é de US\$ 45,00 e a quantidade de sementes requeridas por implante varia entre 80 a 120 unidades. No Brasil, os implantes são realizados com sementes importadas. O IPEN-CNEN/SP estabeleceu um projeto para desenvolvimento e produção de sementes de iodo-125

com o propósito de minimizar custos e possibilitar a distribuição para entidades públicas de saúde, uma vez que a demanda do Brasil para esse tipo de produto terapêutico é grande <sup>(2)</sup>.

As sementes de iodo-125 apresentam dimensões milimétricas e são compostas por uma cápsula de titânio medindo 0,8 mm de diâmetro externo, 0,05 mm de espessura de parede e 4,5 mm de comprimento conforme mostrado na FIG. 1. A utilização do titânio, nesta parte da semente, deve-se à sua resistência à corrosão, leveza e principalmente a sua biocompatibilidade. A estrutura interna varia significativamente de modelo para modelo. Algumas sementes emitem radiação por meio de pequenas esferas de resina ou matriz cerâmica. Outras têm o material radioativo depositado em um substrato radiopaco (fio de prata) <sup>(3)</sup>.

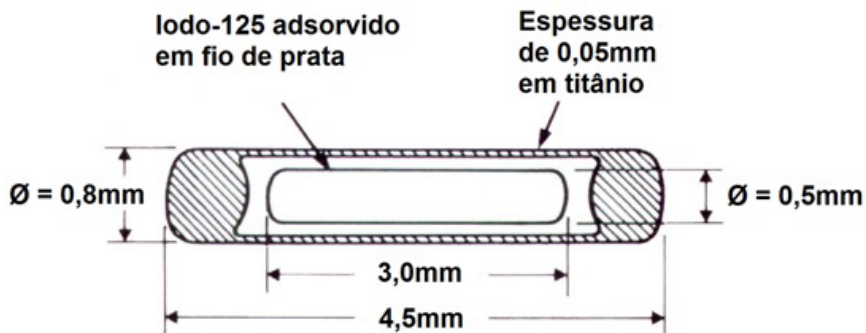


Figura 1 – Desenho esquemático da semente de iodo-125 produzida no IPEN-CNEN/SP

Uma fase da produção da semente de iodo-125 é a selagem do tubo de titânio, que deve ser feita nas duas extremidades, de modo a permitir a classificação da semente como fonte selada e estanque. Uma técnica de soldagem que pode ser utilizada na selagem das sementes é a solda laser. Esta selagem deve ser estanque, não podendo haver trincas, poros ou vazios na região soldada, de modo que o iodo-125 adsorvido no fio de prata não saia e se espalhe pelo corpo humano. A selagem deve atender aos rigorosos testes estabelecidos em padronizações pertinentes, obedecendo-se à norma internacional ISO 2919 - *Radiological protection – Sealed radioactive sources – General requirements and classification* e a estanqueidade da semente deve atender aos procedimentos da norma ISO 9978 – *Radiation protection - Sealed radioactive sources – Leakage test methods* <sup>(4)</sup>.

O objetivo deste trabalho, após o desenvolvimento do dispositivo de soldagem e a determinação dos parâmetros de soldagem, é avaliar a possível existência de defeitos de soldagem por meio de microscopia óptica e MEV, bem como verificar a

variação da dureza entre o metal de base (MB), zona termicamente afetada (ZTA) e zona fundida.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

### **Materiais**

O material utilizado nos experimentos de soldagem das fontes seladas foi o titânio, comercialmente puro, grau 2 (Ti CP GR2)<sup>(5)</sup>, fabricado pela empresa *Accellent Endoscopy*; apresentava-se na forma de tubo com diâmetro externo variando de 0,790 mm a 0,808 mm e a espessura de parede variando de 0,043 mm a 0,058 mm com comprimento do tubo de titânio que variava entre 6,5 mm e 7,0 mm.

### **Equipamento de soldagem**

Nos ensaios de soldagem dos tubos de titânio utilizou-se uma máquina de solda laser do tipo Nd:YAG, da marca Miyachi Unitek Corporation, modelo LW15A-2T, potência máxima de saída de 15 Watts, uma fibra óptica com diâmetro de 800 µm e um cabeçote de focalização com comprimento focal da lente colimadora de 70 mm e focalização óptica de 70 mm.

### **Dispositivo de soldagem**

O dispositivo foi desenvolvido com o propósito de soldar a semente de iodo-125 utilizando um método estático, que permitia a selagem dos tubos de titânio com aplicação de um único pulso de laser.

### **Análise das soldas**

As soldas produzidas para esse experimento foram investigadas por microscopia óptica, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e por medidas de microdureza (HV).

### **Ensaio metalográfico**

Realizou-se o ensaio metalográfico em sementes com fio de prata sem a deposição do material radioativo (*dummy*) com auxílio de um microscópio óptico metalográfico, marca Carl Zeiss, modelo III e por MEV, marca HITACHI, modelo Tabletop Microscope TM3000.

## **Ensaio de microdureza**

Analisou-se a microdureza Vickers da zona fundida (ZF), metal de base (MB) e zona termicamente afetada (ZTA) utilizando um equipamento para ensaio de penetração instrumentado da marca Helmut-Fischer, modelo HM2000.

## **Métodos**

### **Requisitos para aceitação das soldas**

Após cada soldagem do tubo de titânio, realizou-se uma análise visual utilizando o próprio sistema de focalização laser. Essa análise tinha como objetivo identificar possíveis defeitos na região soldada, como oxidação, falha de selagem, consumo excessivo de material, solda assimétrica e solda com diâmetro maior que o diâmetro do tubo.

### **Ensaio metalográfico**

O ensaio metalográfico foi realizado com a finalidade de examinar a região soldada do tubo de titânio sob o aspecto de sua estrutura, a fim de esclarecer ou prever possíveis falhas durante o processo de soldagem.

As soldas analisadas foram retiradas da seção longitudinal das amostras soldadas de 3 sementes de iodo-125.

Na preparação das amostras utilizou-se um kit de embutimento a frio com resina poliéster da marca Silaex. Esse kit de embutimento possibilita a montagem de amostras para ensaios metalográficos. Além de facilitar o manuseio de pequenas peças, evita que as amostras com arestas rasguem a lixa ou o pano de polimento, o que influencia no acabamento superficial da amostra.

Posicionou-se a semente a ser embutida no centro de um molde, deixando um espaço de, pelo menos, 5 mm entre a semente e a parede do molde, para preencher esse espaço com a resina poliéster.

Em um becker foram colocadas a resina poliéster e o catalisador na proporção de 10 mL para 300 µL, respectivamente, e misturados até ficar homogêneo.

Cuidadosamente, despejou-se a resina poliéster no molde de embutimento até enchê-lo.

Aguardou-se um tempo superior a 24 horas em temperatura ambiente para que ocorresse a polimerização da resina. Após esse tempo a peça embutida na resina poliéster foi extraída do molde.

Foram utilizadas lixas grana 400, 600, 800, 1200, 2500 e 4000 até chegar próximo ao centro das amostras em uma lixadeira e politriz modelo Maximille, marca Metalotest, 250 rpm.

Realizou-se o polimento mecânico por meio de feltro impregnado com pasta de diamante granulação de 6  $\mu\text{m}$ . O lubrificante utilizado foi uma mistura de glicerina com álcool na proporção de 10% de glicerina e 90% de álcool. O polimento mecânico foi realizado durante 15 minutos, aproximadamente, em uma politriz modelo DP-10, marca Panambra, 300 rpm.

O ataque químico foi realizado agitando-se a superfície polida mergulhada no reativo colocado em uma pequena cuba. O tempo de duração do ataque químico foi de 10 segundos, aproximadamente. Após o ataque, lavou-se imediatamente a superfície atacada com água e sabão e, em seguida, efetuou-se a secagem, passando-se primeiramente um pequeno chumaço de algodão umedecido com álcool e depois um jato de ar quente à superfície.

A solução de ataque químico utilizada era composta por:

- Ácido fluorídrico 40% em 10 mL;
- Ácido nítrico 65% em 10 mL; e
- Ácido láctico 90% em 30 mL.

### **Ensaio de microdureza**

Para o ensaio de microdureza utilizou-se 3 amostras embutidas conforme procedimento descrito no item “ensaio metalográfico”, com exceção do ataque químico.

Utilizou-se para esse ensaio uma carga de 250 mN conforme procedimento:

- Aplicação de carga gradativa em 10 passos, com duração de 0,1 s cada, até atingir a força máxima; e
- Remoção da carga gradativa em 10 passos de 0,1 s cada.

O ensaio foi realizado na zona fundida do tubo de titânio (medidas na transversal e longitudinal) e no sentido longitudinal ao comprimento do tubo de titânio (da região fundida até o metal de base).

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **Requisitos para aceitação das soldas**

A geometria produzida na região soldada é semelhante à apresentada na

semente de iodo-125 utilizada como referência para o desenvolvimento da semente a ser produzida no IPEN-CNEN/SP. Além disso, a formação de uma geometria interna simétrica é necessária para a determinação da anisotropia aplicada no planejamento dos implantes das sementes de iodo-125.

O acabamento externo esférico, sem excesso de solda, é imprescindível no uso com os aplicadores de sementes, os quais demandam que o acabamento da região soldada seja o mais esférico possível, com o intuito de evitar o bloqueio no momento do carregamento das fontes seladas de iodo-125.

Na FIG. 3 é mostrada a região externa da solda do tubo de titânio com acabamento esférico e simétrico ideais, não apresentando excesso de solda nas laterais do tubo, o que ocasionaria um possível travamento das sementes no aplicador.

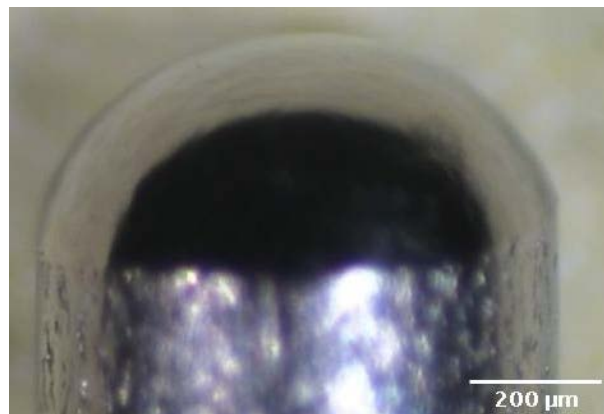


FIGURA 3 - Imagem do acabamento da solda no tubo de titânio satisfatório (175x)

### **Ensaio metalográfico**

O ensaio metalográfico foi realizado por meio de microscopia óptica e MEV nas seções longitudinais dos tubos de titânio soldados.

Nas FIG. 4 e 5 são mostradas as duas extremidades do tubo de titânio soldado. Observa-se a ausência de poros na zona de fusão e a inexistência de trincas nos cantos entre a superfície interna do tubo de titânio e a zona de fusão. Além disso, pode ser observada a ausência de falhas de selagem ou vazio de contração de metal na zona de fusão.

Também pode ser observada uma variação na geometria interna da gota solidificada. Na primeira solda, a pressão interna no tubo provocada pelo gás de assistência (argônio) não interfere na formação da gota de metal fundido esférico, uma vez que o tubo de titânio ainda está aberto na outra extremidade. Porém, na segunda solda, a pressão interna gerada pelo gás de assistência aumenta em razão

da outra extremidade já estar soldada, gerando uma concavidade na gota de metal fundido.

Essas pequenas variações na espessura da solda não interferem no tratamento que o paciente deve receber, pois a dose de radiação é transmitida na região da parede do tubo.

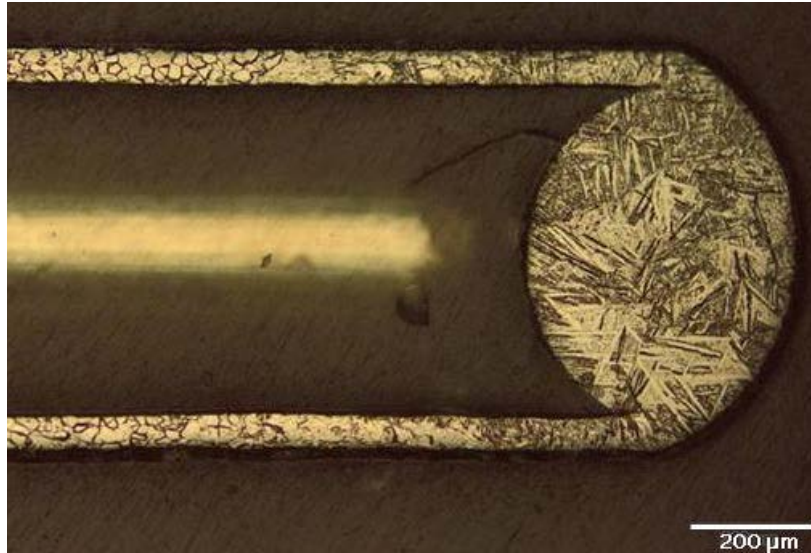


FIGURA 4 - Microscopia óptica da seção longitudinal da primeira solda no tubo

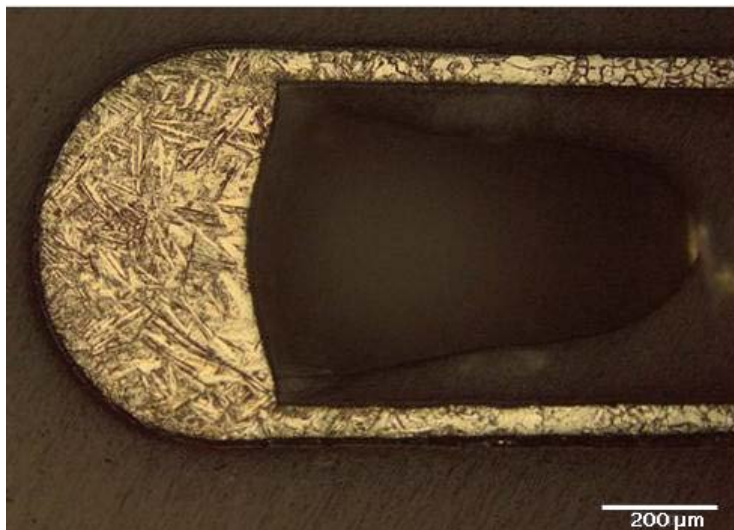


FIGURA 5 - Microscopia óptica da seção longitudinal da segunda solda no tubo

Nas FIG. 6 e 7 observa-se a microestrutura do titânio na região do metal de base e na zona de fusão. Verifica-se que o metal de base apresenta uma estrutura típica de grãos  $\alpha$  equiaxiais <sup>(6,7)</sup> enquanto que a zona de fusão exibe morfologia similar a agulhas finas, característica de microestrutura martensítica, que é típica dos processos de soldagem com alta velocidade de resfriamento <sup>(8,9)</sup>.

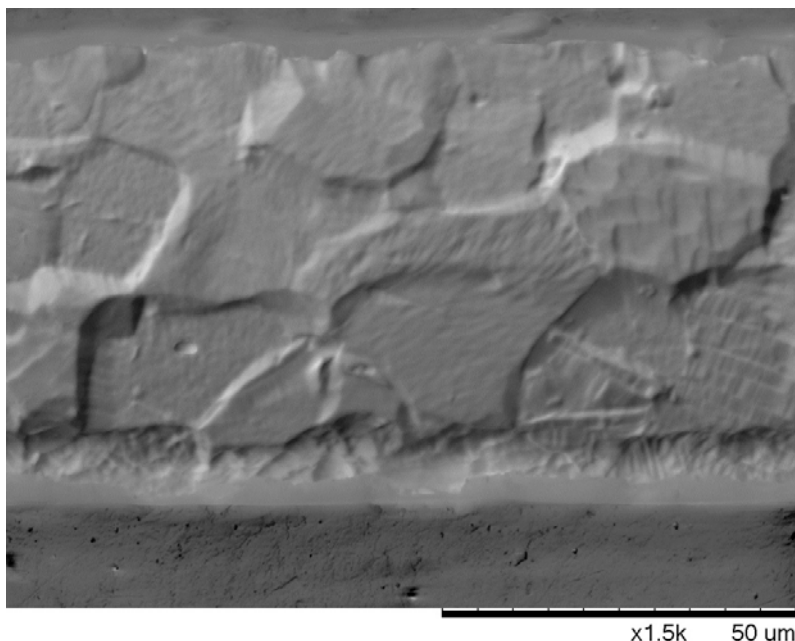


FIGURA 6 - MEV da microestrutura do metal de base (grãos equiaxiais)

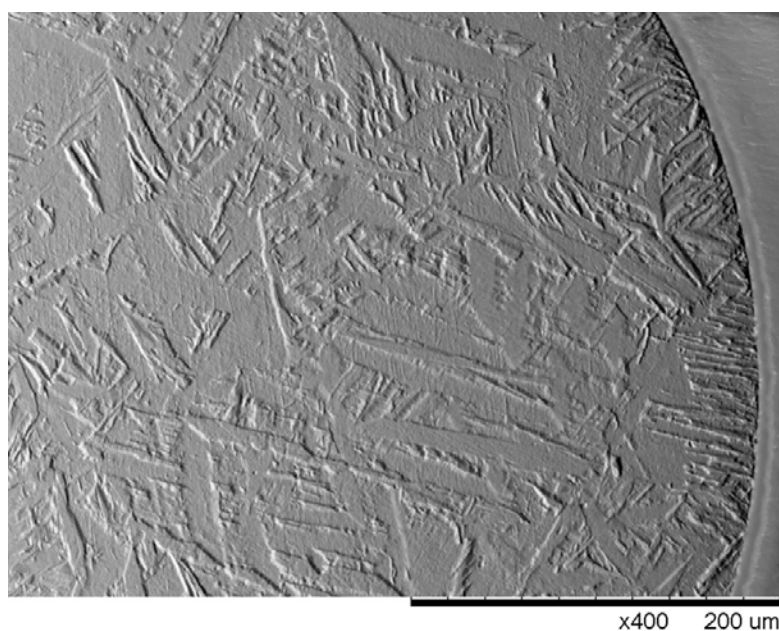


FIGURA 7 - MEV da microestrutura da zona de fusão (estrutura martensítica)

### **Ensaio de microdureza**

Os ensaios de microdureza Vickers (HV) foram realizados na primeira e segunda solda de três amostras das sementes inativas. As marcações foram efetuadas nos sentidos longitudinal (série 1) e transversal (série 2) da zona de fusão (ZF), e no sentido longitudinal ao comprimento do tubo de titânio (séries 3 e 4).

Na FIG. 8 são mostradas as localizações das marcações provenientes do ensaio de microdureza em contraste com a microestrutura formada na região da zona de fusão do tubo de titânio.



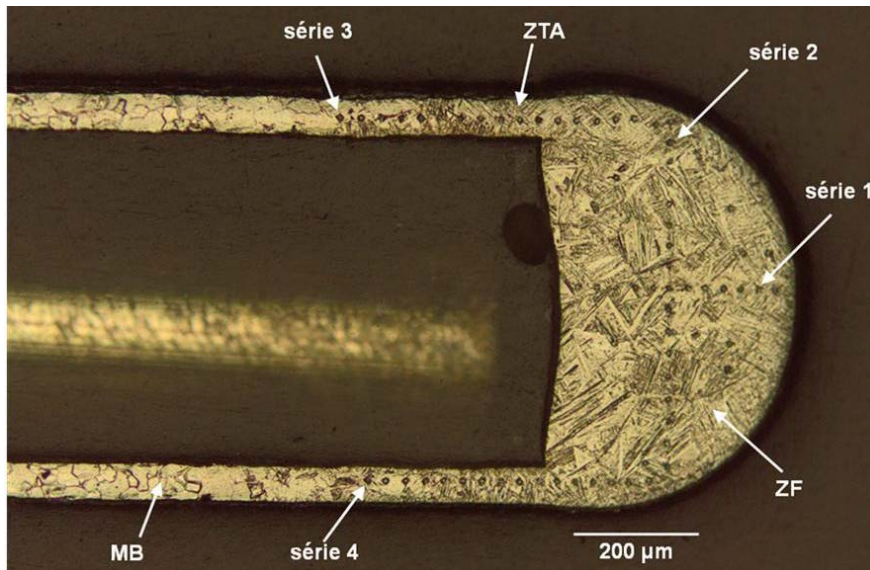


FIGURA 8 - Ensaio de microdureza Vickers (HV) nas regiões da ZF, MB e ZTA do tubo de titânio soldado pelo processo a laser Nd:YAG

Nas FIG. 9 e 10 são mostrados os perfis de microdureza Vickers (HV) obtidos nos sentidos longitudinal e transversal da zona de fusão (séries 1 e 2) na primeira e segunda solda, respectivamente, das amostras de sementes inativas.

Observa-se na FIG. 9 que as medidas de microdureza Vickers (HV) obtidas ao longo das seções longitudinais (série 1) e transversais (série 2) da zona de fusão (ZF) permaneceram constantes.

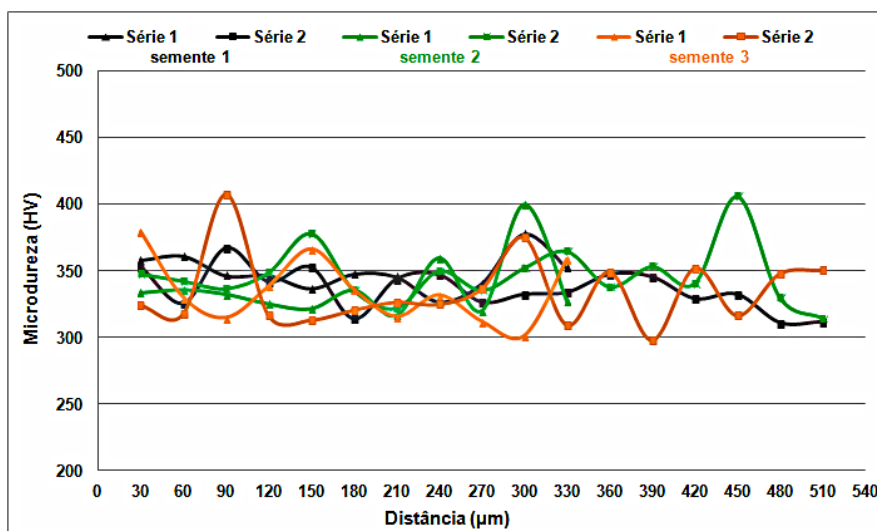


FIGURA 9 - Perfis de microdureza Vickers (HV) da zona de fusão (ZF) da primeira solda no tubo de titânio

Na FIG. 10 são apresentados os perfis de microdureza Vickers (HV) obtidos nos sentidos longitudinal e transversal da zona de fusão (séries 1 e 2) na segunda solda do tubo de titânio.

Semelhante ao encontrado na FIG. 9, esses perfis também permaneceram

constantes, independente da geometria na ZF ser diferente da primeira solda.

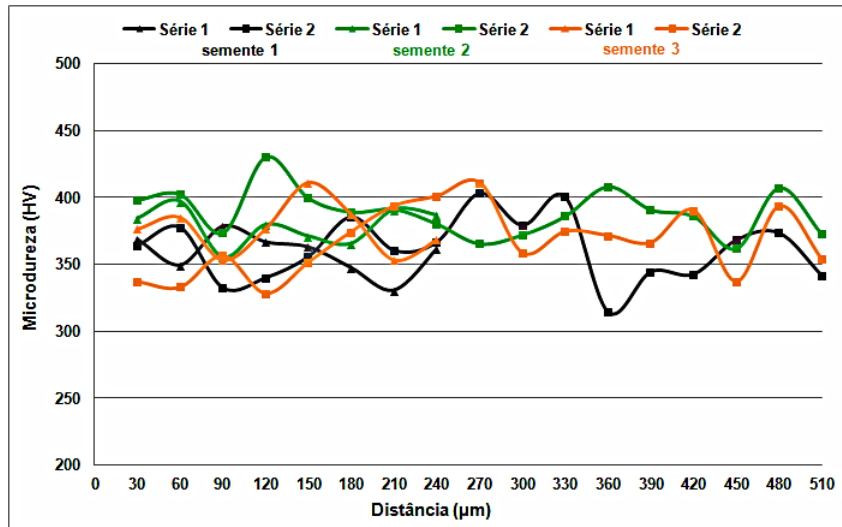


FIGURA 10 - Perfis de microdureza Vickers (HV) da zona de fusão (ZF) da segunda solda no tubo de titânio

As médias de microdureza Vickers (HV) das séries 1 e 2 e da média geral da primeira e segunda solda são apresentadas na TAB. 2. Os valores expostos na TAB. 2 apresentam desvios padrões que variam de 3,66% a 8,35% em relação às médias das medidas de microdureza Vickers (HV). Dessa maneira, indicam que a microdureza na ZF, nas duas soldas, encontrava-se homogênea para as 3 sementes.

TABELA 2 - Médias de microdureza Vickers (HV) das séries 1 e 2 e média geral na primeira e segunda solda

Semente	Solda	Série1 Dureza (HV)	Série 2 Dureza (HV)	Média Geral Dureza (HV)
1	1 <sup>a</sup>	348,77 ± 13,49	335,51 ± 15,90	340,91 ± 16,12
2	1 <sup>a</sup>	336,58 ± 23,80	347,24 ± 21,99	342,90 ± 22,92
3	1 <sup>a</sup>	335,01 ± 24,61	333,93 ± 27,89	334,37 ± 26,11
1	2 <sup>a</sup>	358,37 ± 15,17	358,96 ± 22,30	358,76 ± 19,86
2	2 <sup>a</sup>	378,66 ± 13,86	390,49 ± 17,03	386,55 ± 16,74
3	2 <sup>a</sup>	376,17 ± 18,97	363,78 ± 23,13	367,91 ± 22,23

Nas FIG. 11 e 12 são mostrados os perfis de microdureza Vickers (HV) obtidas no sentido longitudinal ao comprimento do tubo de titânio. Esses perfis foram obtidos por meio das medidas de microdureza nas paredes do tubo de titânio (séries 3 e 4), conforme indicado na FIG. 8. As medidas foram realizadas do MB até a ZF da primeira e da segunda soldas. Observa-se também que a dureza na zona de fusão (ZF) foi maior, diminuindo gradativamente na zona termicamente afetada (ZTA) e

alcançando valores menores no metal de base (MB). Esse comportamento está em conformidade com a microestrutura martensítica formada na zona de fusão em razão da alta velocidade de resfriamento.

Também pode ser observado que as medidas de microdureza Vickers (HV) indicam uma pequena zona termicamente afetada, de aproximadamente 120  $\mu\text{m}$  de comprimento, característico de processo de soldagem a laser.

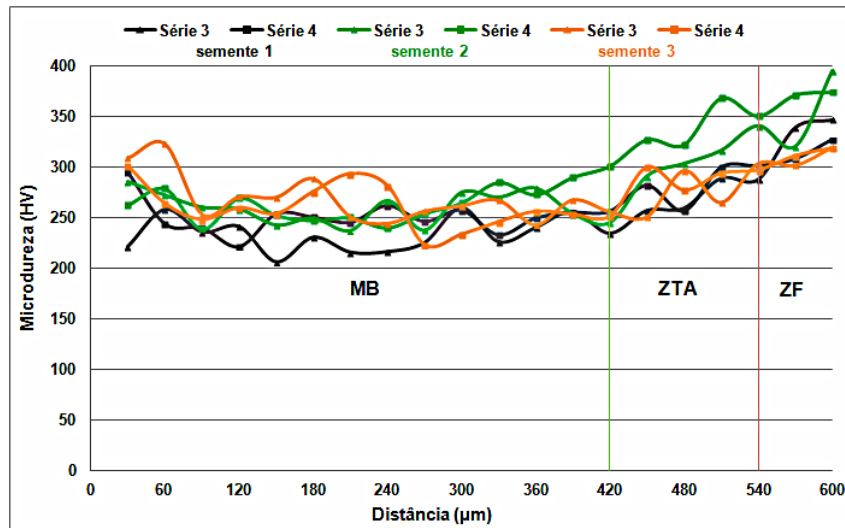


FIGURA 11 - Perfis de microdureza Vickers (HV) do metal de base até a zona de fusão (primeira solda)

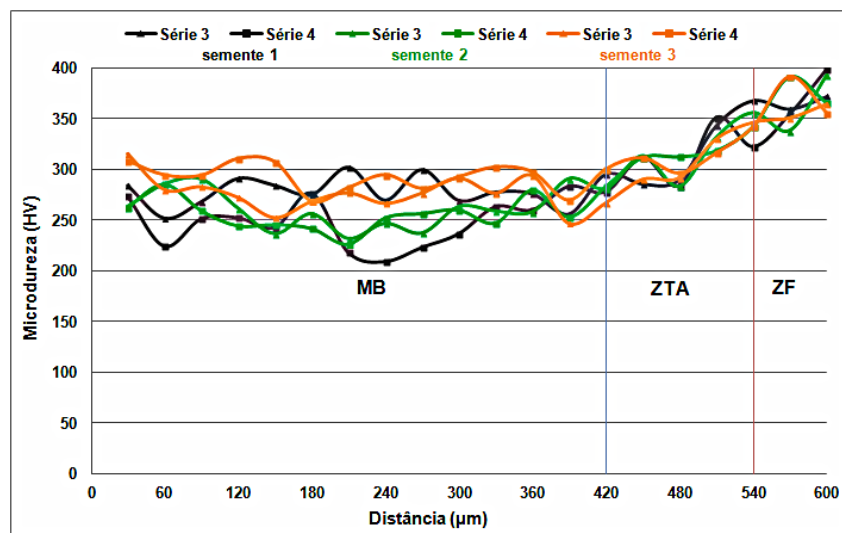


FIGURA 12 - Perfis de microdureza Vickers (HV) do metal de base até a zona de fusão (segunda solda)

## CONCLUSÃO

O dispositivo de soldagem projetado e os parâmetros utilizados na soldagem a laser Nd:YAG mostraram-se adequados, pois as sementes de iodo-125 produzidas

não apresentaram poros, falhas de selagem ou vazios de contração de metal nas soldas, nem trincas nos cantos entre a superfície interna do tubo de titânio e a zona de fusão. Além disso, a região externa da solda do tubo de titânio ficou com acabamento esférico e simétrico ideais, não apresentando excesso de solda nas laterais do tubo, o que ocasionaria um possível travamento das sementes no aplicador. Também, as medidas de microdureza Vickers (HV) indicaram uma zona de fusão bem homogênea e a zona termicamente afetada próxima de 120 µm, características do eficiente processo de soldagem a laser. Estes ensaios, juntamente com os integrantes das normas ISO 2919 e ISO 9978, pertencem a uma série de testes de estanqueidade realizados na confecção das fontes radioativas que no conjunto são suficientes para garantir a integridade da fonte produzida.

## REFERÊNCIAS

- 
- 1 BALTER, P. A.; AGUIRRE, J. F.; HANSON, W. F.; Practical considerations for the calibration of low energy/low activity seeds. In: WORLD CONGRESS ON MEDICAL PHYSICS AND BIOMEDICAL ENGINEERING, July 23-28, 2000, Chicago. **Proceedings...** Chicago, 2000.
  - 2 PELEIAS JR, F.S.; **Desenvolvimento da metodologia para síntese do poli(ácido láctico-co-ácido glicólico) para utilização na produção de fontes radioativas.** 2013. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.
  - 3 WILLIAMSON, J. F.; On the dosimetric Influences of air-kerma strength calibration geometry and internal source structure for Pd-103 and I-125 brachytherapy sources. In: WORLD CONGRESS ON MEDICAL PHYSICS AND BIOMEDICAL ENGINEERING, July 23-28, 2000, Chicago. **Proceedings...** Chicago, 2000.
  - 4 FEHER, A.; **Estudo e desenvolvimento de um sistema de soldagem a laser Nd:YAG para produção de sementes de iodo-125 utilizadas em braquiterapia.** 2014. Tese (Doutorado) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.
  - 5 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, **Implantes para cirurgia – materiais metálicos parte 2: titânio puro**, Maio 2001. (NBR ISO 5832-2)
  - 6 WISKOTT, H. W. A.; DOUMAS, T.; SCHERRER, S. S.; BELSER, U. C.; SUS, C. Mechanical and structural characteristics of commercially pure grade 2 Ti welds and solder joints. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine.**, v. 12, p. 719-725, 2001
  - 7 AMERICAN SOCIETY FOR METALS, **Metals handbook.** Metallography and Microstructures, 9 ed., v. 9, p.460–462, 1980.

---

8 BEZERRA, R. M. Microestrutura e resistência à corrosão do Ti c.p. soldado a laser utilizando em prótese sobre implantes. **Eclét. Quím.**, São Paulo, 2013. Disponível em: [http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0100-46701999000100009&lng=en&nrm=iso](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-46701999000100009&lng=en&nrm=iso) . Acesso em: 02 Jul. 2013.

9 PIVETA, A. C. G.; RICCI, W. A.; MONTANDON, A. A. B.; NAGLE, M. M. Análise metalográfica do titânio puro submetido à soldagem laser Nd: YAG e TIG. **Rev. Odontol. UNESP**, v. 42, n. 1, p. 1-6, 2013.

## **ANALYSIS OF THE REGION WELDED BY LASER PROCESS IN TITANIUM MICROTUBES BY METALLOGRAPHIC AND MICROHARDNESS TEST**

### **ABSTRACT**

One of the materials used as a casing for sealed radioactive sources used for health applications is titanium. In the process of building sealed radioactive sources, the radioisotope is confined in a metal capsule ensuring that its dispersion does not occur in the external environment. Building this type of source often requires welding the capsule, causing changes in the crystalline structures of the metal. These changes can result in the weakening of the welded region, causing cracking and consequently the disablement of the assembly. This study evaluated the possible existence of welding defects by metallographic and hardness test. Optical microscopy and SEM were used to *evaluate* the existence of cracks, pores, inclusions, lack of penetration and bites. Vickers microhardness tests were also carried out in order to verify the hardness variation between the base metal, the thermally affected zone and the fused zone.

Keywords: microtubes, titanium, laser welding, microhardness, metallography