



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Pós-Graduação em Engenharia Mecânica

**INFLUÊNCIA DA MICROESTRUTURA NA
TENACIDADE A FRATURA DE DOIS AÇOS
INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS-ASTM F138
(AISI 316L) E ASTM F1586 (ISO 5832-9) –
UTILIZADOS NA FABRICAÇÃO DE IMPLANTES
ORTOPÉDICOS**

Ana Carolina Franco

1210001497



Ilha Solteira - SP

unesp



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

FACULDADE DE ENGENHARIA DE ILHA SOLTEIRA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

**INFLUÊNCIA DA MICROESTRUTURA NA
TENACIDADE A FRATURA DE DOIS AÇOS
INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS – ASTM F138
(AISI 316L) E ASTM F1586 (ISO 5832-9) –
UTILIZADOS NA FABRICAÇÃO DE
IMPLANTES ORTOPÉDICOS**

Ana Carolina Franco

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de **Mestre em Engenharia Mecânica**

Orientador: PROF. DR. RUÍS CAMARGO TOKIMATSU

Ilha Solteira, Outubro de 2002

BCpIS - FEIS - UNESP

unesp

FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Seção Técnica de Aquisição e Tratamento da Informação/Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da FEIS/UNESP

Franco, Ana Carolina

F825i Influência da microestrutura na tenacidade a fratura de dois aços inoxidáveis austeníticos – ASTM F138 (AISI 316L) e ASTM F1586 (ISO 5832-9) – utilizados na fabricação de implantes ortopédicos / Ana Carolina Franco. – Ilha Solteira : [s.n.], 2002
vii, 92 p. : il.

Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 2002

Orientador: Ruis Camargo Tokimatsu

Bibliografia: p. 83-85

1. Aço inoxidável austenítico. 2. Materiais biomédicos. 3. Materiais - Propriedades mecânicas. 4. Microestrutura.



**"INFLUÊNCIA DA MICROESTRUTURA NA TENACIDADE A FRATURA
DE DOIS AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS – ASTM F138 (AISI
316L) E ASTM F1586 (ISO 5832-9) – UTILIZADOS NA FABRICAÇÃO DE
IMPLANTES ORTOPÉDICOS"**

Ana Carolina Franco

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO
DO TÍTULO DE

MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

NA ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: MATERIAIS E PROCESSOS DE
FABRICAÇÃO E APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA
DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Prof. Dr. João Antonio Pereira
Coordenador

COMISSÃO EXAMINADORA:

Prof. Dr. Ruis Camargo Tokimatsu - Orientador

Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald

Prof. PhD. Miguel Angelo Menezes

Proc. 063/04-NPD 126/04

UNESP - "CAMPUS DE ILHA SOLTEIRA"	
SERVIÇO TÉCN. DE BIBLIOTECA E DOCUMENTAÇÃO	
DATA DE CHEGADA	DATA DE TOMBO
02.08.04	31.08.04
REGISTRADO	TOMBO
Ailza	Te. 1497
AQUISIÇÃO	CLASSIFICAÇÃO
Wooçã Autor R\$ 10,00	F825i

Ilha Solteira – SP, outubro de 2002

1210001497



BCpIS - FEIS • UNESP

unesp

Co sys 227781
sys 56341
30505003

Dedico esta dissertação aos meus pais

Raul de Oliveira Franco

Maria Lourdes Aquino Franco

Resumo

Neste trabalho foram estudados os efeitos de tratamentos térmicos de envelhecimento em temperaturas de 600 a 1200 °C após deformação plástica a frio, por tração em 20%, sobre a microestrutura e propriedades mecânicas de um aço inoxidável austenítico ISO 5832-9, utilizado para a fabricação de implantes ortopédicos. Foram realizadas análise química, microscopia ótica, ensaios de dureza Vickers, tenacidade à fratura dinâmica e microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram que o material na condição *como recebido* apresentou microestrutura, propriedades mecânica dentro dos requisitos da norma ISO 5832-9, sendo nesta condição apresentou melhores propriedades mecânicas dentre as condições estudadas. O material deformado 20% e tratado em 800 e 900 °C apresentou diminuição da tenacidade à em comparação ao material na condição *como recebido*. A fragilização foi atribuída à precipitação de fase qui (χ), Z e σ que ocorrem mais intensamente em 900 °C, para as condições estudadas nesse trabalho. O material tratado em 1000 e 1200 °C por 60 minutos, apresentou diminuição da resistência mecânica em comparação ao material na condição *como recebido*. A partir de 1200°C ocorre um aumento acelerado do tamanho de grão o que restringe a utilização de temperaturas acima de 1100 °C para a solubilização do material. A faixa de temperatura ideal para a solubilização do material, determinada nesse trabalho, situa-se no intervalo de 1000 a 1100 °C, ou seja, acima das temperaturas nas quais normalmente ocorre a precipitação de carbonitretos e fases intermetálicas e abaixo das temperaturas onde ocorre o crescimento excessivo de grãos.



Agradecimentos

Ao Prof. Dr. Ruís Camargo Tokimatsu pela orientação.

Ao Prof. Celso Riyoitsi Sokei pelo precioso apoio e dedicação..

Ao Prof. Dr. Itamar Ferreira, do Departamento de Engenharia de Materiais da UNICAMP, pelos preciosos comentários e esclarecimentos sobre o trabalho.

Aos demais docentes da Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, , com os quais pude crescer durante os cursos de graduação e pós graduação.

Aos Técnicos e Funcionários dos laboratórios do Departamento de Engenharia Mecânica, pelo apoio na execução de corpos de prova, projeto e preparação de dispositivos afins.

A todos os companheiros do curso de pós graduação em Engenharia Mecânica, especialmente, ao Alesssandro Roger, Otavio Villar da Silva Neto, Eduardo Leira Kruger, Valéria Di Giunta, Ricardo Kasuo Itikawa, e a Carla Nagata pelo apoio e pelo companheirismo constante.

Agradecimentos Institucionais

À CAPES pela concessão de bolsa de mestrado.

Ao PPGEM/FEIS pelo apoio financeiro.

Ao DEMa/Unicamp pelos laboratórios equipamentos utilizados.

Ao DEM da Escola de Engenharia de São Carlos-USP pela utilização do Laboratório de Ensaaios Mecânicos.

Abstract

The effects of aging treatment, performed at 600 to 1200 °C after cold work performed by tensile at 20%, on mechanical properties has been studied for a ISO 5832-9 austenitic stainless steel used for orthopedics implants manufacturing. Has been performed chemical analysis, optical and scanning electronic microscopy, hardness, tensile, dynamics fracture toughness. The results for the material in *as received* condition showed microstructure, and mechanical resistance in accord which ISO 5832-9 standard and better than others condition studied in this work. The 20% cold worked material showed the fracture toughness is very low for use the material in this condition. Decrease in fracture toughness has showed for 800 and 900 °C treatments in comparison with *as received* condition. This effects has attribute for phase χ , Z and σ precipitation. This precipitation occurs most intensity in 900 °C, for the condition studied in this work. Decreases in mechanical resistance has showed for 1000 to 1200 °C treatments in comparison with *as received* condition. High grain growth has showed for temperatures above 1200 °C. However, aging temperatures above 1100 °C must be avoid. The indicate temperature range for aging studied in this work is 1000 to 1100 °C, i.e., above of carbide and intermetallic phases precipitation range and below of high grain growth range.



Capítulo 1

<i>Introdução</i>	1
-------------------------	---

Capítulo 2

<i>Revisão Bibliográfica</i>	3
2.1. Biomateriais	3
2.2. Aços Inoxidáveis Austeníticos	5
2.2.1 Formação de Carbonetos e Fases Intermetálicas	9
2.2.1.1. Carbonetos	9
2.2.2.2. Fases Intermetálicas	11
2.3. Aços Inoxidáveis Austeníticos com Alto Teor de Nitrogênio Utilizados na Fabricação de Implantes Ortopédicos	13
2.3.1. Microestrutura	15
2.3.2. Propriedades Mecânicas	18
2.3.3. Influência do Ciclo Térmico e do Trabalho Mecânico nos Aços Inoxidáveis Austeníticos	21
2.4. Falhas em Implantes Ortopédicos	28

Capítulo 3

<i>Materiais e Métodos Experimentais</i>	31
3.1. Materiais	31
3.1.1. Processo de Obtenção do Aço ISO 5832-9	32
3.1.2. Análise da Composição Química	33
3.1.3. Condições Estudadas	33
3.2. Metodologia	35



3.2.1. Ensaio de Impacto Charpy	36
3.2.2. Microscopia Ótica	39
3.2.3. Microscopia Eletrônica de Varredura.....	40
3.2.4. Ensaaios de Dureza.....	40
Capítulo 4	
<i>Resultados</i>	41
4.1. Ensaio de Tenacidade á Fratura.....	41
4.2. Ensaio de Dureza	52
4.3. Microscopia Ótica.....	53
4.4. Microscopia Eletrônica de Varredura.....	70
Capítulo 5	
<i>Conclusões</i>	78
5.1. Conclusões.....	78
Capítulo 6	
<i>Sugestões para Trabalhos Futuros</i>	80
<i>Referências Bibliográficas</i>	81
Anexo A	87

4.7.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 24 horas a 700 °C após deformação em 20%.	48
4.8.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 1 hora a 800 °C após deformação em 20%.	48
4.9.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 4 horas a 800 °C após deformação em 20%.	49
4.10.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 24 horas a 800 °C após deformação em 20%.	49
4.11.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 1 hora a 900 °C após deformação em 20%.	50
4.12.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 4 horas a 900 °C após deformação em 20%.	50
4.13.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 24 horas a 900 °C após deformação em 20%.	51
4.14.	Microscopia ótica em diferentes ampliações, no sentido transversal à direção de laminação, do aço inoxidável ISO 5832-9, na condição como recebido. Ataque eletrolítico HNO ₃	54
4.15.	Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 600 °C por 1 hora	55
4.16.	Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 600 °C por 4 horas	56
4.17.	Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 600 °C por 24 horas.	57

Lista de Figuras

2.1.	Propriedades do aço inoxidável AISI 310 (austenítico) encruado.	6
2.2.	Modificações de composição a partir do aço inoxidável austenítico 304, visando propriedades especiais	7
2.3.	Variação do limite de escoamento provocada pelos diversos elementos de liga em solução sólida na austenita	20
2.4.	Cinética de precipitação contínua e descontínua em um aço 19%Cr-5%Ni-5%Mn-3%Mo-0,69%N	26
2.5.	Principais falhas observadas em implantes	29
3.1.	Representação esquemática das condições em estudo do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9	34
3.2.	Desenho esquemático do sistema de medida utilizado na etapa 1 do trabalho	38
3.3.	Montagem experimental empregada na etapa 1 do trabalho	38
4.1.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo para o aço ISO 5832-9 na condição como recebido do fabricante(solubilizado).	45
4.2.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 1 hora a 600 °C após deformação em 20%.	45
4.3.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 4 horas a 600 °C após deformação em 20%.	46
4.4.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 24 horas a 600 °C após deformação em 20%.	46
4.5.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 1 hora a 700 °C após deformação em 20%.	47
4.6.	Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 4 horas a 700 °C após deformação em 20%.	47

- 4.18. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 700 °C por 1 hora . 58
- 4.19. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 700 °C por 4 horas 59
- 4.20. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 700 °C por 24 horas . 60
- 4.21. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 800 °C por 1 hora 61
- 4.22. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 800 °C por 4 horas 62
- 4.23. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 800 °C por 24 horas 63
- 4.24. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 900 °C por 1 hora 64



- 4.25. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 900 °C por 4horas 65
- 4.26. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 900 °C por 24horas. 66
- 4.27. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 1000 °C por 1hora. 67
- 4.28. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 1200 °C por 1hora. 68
- 4.29. Fractografia obtida em MEV de corpo de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica-Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, solubilizada a 1030°C, por 1 hora e resfriada em água ou na condição como recebido. 71
- 4.30. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 600°C, durante 1 hora. 71
- 4.31. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 700°C, durante 1 hora. 72
- 4.32. Fractografia obtida em de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 800°C, durante 1 hora. 72



Lista de Tabelas

2.1.	Composição química dos aços ISO 5832-9 (1992) e ASTM F138 (1986)	15
2.2.	Valores das constantes das expressões de níquel equivalente (A a E) e cromo equivalente (F a L) apresentados por diferentes autores	17
3.1.	Composição química do aço ISO 5832-9	33
4.1.	Resultados dos ensaios de tenacidade à fratura do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, na condição <i>como recebido</i> , deformado a frio em 20% e submetido a tratamento de envelhecimento após deformação plástica	42
4.2.	Resultados dos ensaios de tenacidade à fratura do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9, recozido em temperaturas de 600 a 900 °C, por 60 minutos, seguido de resfriamento em água, a partir de amostras deformadas em 20%.	43
4.3.	Resultados dos ensaios de dureza Vickers do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9, produzido pela Villares S/A, na condição <i>como recebido</i> , deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de 600 a 900 por 1,4 e 24 horas	52

- 4.33. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 900°C, durante 1 hora. 73
- 4.34. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 600°C, durante 4 horas. 73
- 4.35. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 700°C, durante 4 horas. 74
- 4.36. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 800°C, durante 4 horas. 74
- 4.37. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 900°C, durante 4 horas. 75
- 4.38. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 600°C, durante 24 horas. 75
- 4.39. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 700°C, durante 24 horas 76
- 4.40. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 800°C, durante 24 horas 76
- 4.41. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 900°C, durante 24 horas. 77



Lista de Símbolos

MAÍUSCULAS

C_o	Parâmetro de rede [$\text{\AA}$]
CCC	Estrutura do tipo cúbica de corpo centrado
CFC	Estrutura do tipo cúbica de face centrada
Cr_{eq}	Cromo equivalente
Ni_{eq}	Níquel equivalente
$\overline{N}$	Nitrogênio dissolvido na matriz
T	Temperatura [$^{\circ}\text{C}$]
V	Voltagem [V]
L	Distância efetiva da amostra ao filme [$\text{mm } \text{\AA} / \text{\AA}$]

MINÚSCULAS

a	Parâmetro de rede [$\text{\AA}$]
a_o	Parâmetro de rede [$\text{\AA}$]
b	Parâmetro de rede [$\text{\AA}$]
c	Parâmetro de rede [$\text{\AA}$]
d	Distância interplanar [$\text{\AA}$]
pH	Logarítimo decimal do inverso da atividade dos íons hidrogênio numa solução
(hkl)	Índices de Miller

r Distância do feixe transmitido ao feixe difratado [mm]

LETRAS GREGAS

γ Austenita

γ_H Austenita com presença de hidrogênio (hidreto)

δ Ferrita delta

α Ferrita alfa

α' martensita

ε Martensita induzida por deformação

ε_H Martensita com presença de hidrogênio

η Fase de Laves

χ Fase qui

σ Fase sigma

ε Taxa de deformação [%]

λ Comprimento de onda [$\text{\AA}$]



Capítulo 1

<i>Introdução</i>	1
-------------------------	---

Capítulo 2

<i>Revisão Bibliográfica</i>	3
2.1. Biomateriais	3
2.2. Aços Inoxidáveis Austeníticos	5
2.2.1 Formação de Carbonetos e Fases Intermetálicas	9
2.2.1.1. Carbonetos	9
2.2.2.2. Fases Intermetálicas	11
2.3. Aços Inoxidáveis Austeníticos com Alto Teor de Nitrogênio Utilizados na Fabricação de Implantes Ortopédicos	13
2.3.1. Microestrutura	15
2.3.2. Propriedades Mecânicas	18
2.3.3. Influência do Ciclo Térmico e do Trabalho Mecânico nos Aços Inoxidáveis Austeníticos	21
2.4. Falhas em Implantes Ortopédicos	28

Capítulo 3

<i>Materiais e Métodos Experimentais</i>	31
3.1. Materiais	31
3.1.1. Processo de Obtenção do Aço ISSO 5832-9	32
3.1.2. Análise da Composição Química	33
3.1.3. Condições Estudadas	33
3.2. Metodologia	35



3.2.1. Ensaio de Impacto Charpy	36
3.2.2. Microscopia Ótica	39
3.2.3. Microscopia Eletrônica de Varredura.....	40
3.2.4. Ensaaios de Dureza.....	40
Capítulo 4	
<i>Resultados</i>	41
4.1. Ensaio de Tenacidade á Fratura.....	41
4.2. Ensaio de Dureza	52
4.3. Microscopia Ótica.....	53
4.4. Microscopia Eletrônica de Varredura.....	70
Capítulo 5	
<i>Conclusões</i>	78
5.1. Conclusões.....	78
Capítulo 6	
<i>Sugestões para Trabalhos Futuros</i>	80
<i>Referências Bibliográficas</i>	81
Anexo A	87

INTRODUÇÃO

1.1 INTRODUÇÃO

Os materiais utilizados em implantes, próteses ou dispositivos médicos são denominados biomateriais. Para que estes materiais possam ser empregados como tal, devem ter adequada composição, de tal forma que não apresentem nenhum tipo de toxicidade ao corpo, durante todo período em que se encontrar implantado.

Atualmente, para maior parte dos implantes ortopédicos, entre os diversos materiais que se mostram adequados à estas aplicações, os metais apresentam a melhor relação entre propriedades mecânicas, sendo por isso os preferidos para aplicações em implantes ortopédicos envolvendo carregamentos mecânicos.

O desenvolvimento de novas ligas foi impulsionado pela necessidade de materiais metálicos de elevada resistência mecânica, tenacidade e resistência à degradação por corrosão. Em 1926 aparecem, pela primeira vez, implantes de aço inoxidável austenítico. Em 1936 foram introduzidos para as mesmas finalidades as ligas a base de cromo-cobalto. Já o titânio e suas ligas começaram a ser utilizados na década de 60, sendo que sua utilização em larga escala começou a partir da década seguinte (Lopes, 1993).

Os primeiros aços inoxidáveis austeníticos eram bastante suscetíveis à chamada corrosão intergranular, causadas pela precipitação preferencial de carbonetos de cromo nos



contornos de grãos e conseqüente empobrecimento de cromo nas regiões adjacentes, provocando a sensitização do material. Inicialmente duas abordagens foram tentadas para resolver este problema: (1) adição de elementos tais como nióbio, tântalo, titânio ou vanádio, com maior afinidade pelo carbono que o cromo e (2) redução do teor de carbono (ÖRÑHAGEN et al., 1996).

Os aços desenvolvidos mais recentemente apresentam uma performance satisfatória no corpo humano, especialmente quando empregados como implantes temporários para fixação de fraturas. A questão que se apresenta para os pesquisadores é o desenvolvimento de novos materiais e processos de fabricação que permitam a produção de próteses permanentes com bom desempenho e custo mais acessível que as ligas de titânio e cobalto-cromo.

Os aços inoxidáveis austeníticos estabilizados de alto nitrogênio apresentam um aumento da resistência à corrosão e resistência mecânica em relação aos aços inoxidáveis anteriores e constituem-se atualmente, nos materiais de baixo custo mais promissores para a fabricação de implantes ortopédicos. A *International Organization for Standardization*, através da norma ISO 5832-9, de 1992, fixou limites de composição, bem como, características e métodos de ensaios dos aços inoxidáveis austeníticos para implantes, com alto teor de nitrogênio. Um aço desenvolvido segundo esta norma é o objeto de estudo deste trabalho.



REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo tem como objetivo principal, a abordagem teórica de aspectos relevantes aos materiais estudados, para que se tenha um melhor entendimento dos efeitos do nitrogênio nos aços inoxidáveis austeníticos. Adicionalmente, serão relatados aspectos associados aos métodos experimentais utilizados.

2.1 BIOMATERIAIS

Biomateriais são materiais utilizados na fabricação de aparelhos, dispositivos ou peças que interagem com sistemas vivos ou biológicos (Williams, 1983). Portanto, os biomateriais entram em contato com: ossos, camadas de pele, órgãos, sangue e outros fluidos do corpo, não sendo permissível a ocorrência de sua rejeição pelos tecidos vivos.

Chama-se *biofuncionalidade* o conjunto de propriedades dos materiais e do tecido hospedeiro, tecido que recebe o biomaterial. A capacidade do biomaterial cumprir sua função, sem que ocorra a sua rejeição por parte do tecido, é definida como *biocompatibilidade* (Williams, 1992).

São exemplos de propriedades biofuncionais que devem ser apresentadas por um biomaterial: distribuição de cargas, geração e aplicação de estímulos elétricos, preenchimento de cavidades, distribuição de tensões, entre outras. Além disso, os materiais para implantes ou próteses cirúrgicas devem ser passíveis de esterilização, de maneira que sejam diminuídos os riscos de infecção durante operações cirúrgicas ou de problemas de rejeição quando os mesmos já estão integrando partes do corpo (Silva Junior, 2000).

Metais podem ser encontrados em uma larga variedade de aplicações ortopédicas: dispositivos para fixação de fraturas, dispositivos para substituição de juntas totais ou parciais, instrumentos, fixadores externos, suportes e aparelhagem de tração. Eles são utilizados por terem boa resistência a corrosão. Pois o corpo humano representa um meio muito agressivo. Assim, poucas ligas metálicas encontram uma aplicação como biomaterial: aço inoxidável, ligas cromo-cobalto, ligas de titânio e em aplicações muito específicas e em menor número; ouro, tântalo e paládio também são usados (Planell & Gil, 1997).

A principal razão para este amplo uso dos metais esta relacionada a boas propriedades mecânicas e boa conformabilidade. Geralmente metais e ligas para aplicações estruturais exibem módulos de elasticidade relativamente altos (entre 70 e 230 GPa) e tensão de escoamento (entre 200 e 2000 MPa), os quais permitem uma rigidez segura da estrutura, enquanto sua ductilidade ou capacidade para deformação plástica permite o uso de muitos métodos de conformação.

O osso, cujo implante metálico substitui ou apoia, é um material composto complexo de propriedades muito anisotrópicas. A resistência à compressão do osso do fêmur é cerca de 14kgf/mm^2 , que é modesta em comparação com a maioria dos metais empregados. Este material tão especial tem características visco-elásticas, conseqüentemente, as propriedades mecânicas são fortemente relacionadas com a taxa de aplicação de carga. O osso é altamente sensível à velocidade de aplicação de carga podendo fraturar repentinamente. Por outro lado, possui a característica de ser auto-reparável (calcificação) e tem uma grande resistência a fadiga. As faixas de frequência da solicitação são variáveis, dependendo da atividade física do paciente. O osso está também sujeito a falha por fadiga. É sabido, contudo que as tensões necessárias para a fadiga não excedem a faixa pseudo-elástica em ensaios de tração convencional. As tensões nos ossos são complicadas pela atenuação dos músculos e forças dinâmicas (Pimenta, 1989).

Um aspecto importante a ser considerado no processo de seleção de biomateriais para propósitos estruturais, é que embora o tecido substituído tenha a capacidade para se auto-reparar, o biomaterial substituído não tem, e portanto poderá degradar no meio muito agressivo do corpo humano. Os principais processos de degradação que podem levar a uma eventual falha (avaria) dos biomateriais são fadiga, corrosão, desgaste e alguma combinação entre eles. Neste sentido, algumas famílias de metais e ligas exibem boas propriedades de fadiga, corrosão e desgaste, e tais propriedades podem ser melhoradas por meio de modificações superficiais apropriadas.

Nos últimos anos, surgiram uma infinidade de dispositivos que visam a substituição total ou parcial de partes ósseas do corpo humano, e conseqüentemente novos materiais foram criados



ou modificados para atender às necessidades especiais de cada caso (SLOTEN et al., 1998; MALZAC et al., 1992). Aços inoxidáveis tem sido usados por mais de meio século como materiais aplicados em implantes ortopédicos, para fixação de fraturas e restituição de juntas. Problemas de corrosão com alguns aços inoxidáveis encorajaram o desenvolvimento de ligas a base de cobalto e vários tipos de ligas de titânio.

Isto não quer dizer que o desempenho de implantes ortopédicos metálicos é satisfatório em termos de propriedades dos materiais, desde que falhas ainda ocorrem. Aspectos tais como desgaste, corrosão, liberação de íons para o meio e transmissão de tensões para tecidos circundantes ainda precisam ser melhoradas. Neste sentido, desenvolvimentos interessantes destes materiais ainda são esperados.

2.2 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

Adições de cromo aumentam a resistência à oxidação e à corrosão do aço. Aços com teores de cromo superiores a 12% têm grande resistência à corrosão e são comumente designados como aços inoxidáveis. Estes aços são de grande interesse para a engenharia, em função de sua resistência à oxidação e à corrosão, boas propriedades mecânicas a temperaturas elevadas e tenacidade (dos inoxidáveis austeníticos).

Entretanto, nenhum material é completamente inoxidável, no sentido da palavra, e muita atenção deve ser dada à correta seleção do material para aplicações em meios corrosivos.

A resistência à corrosão de ligas à base de Fe + Cr está associada ao fenômeno de passivação, isto é, a formação de uma camada de óxidos mistos (de ferro, cromo e outros elementos de liga) e a facilidade da dissolução desta camada no meio corrosivo. A formação ou não desta camada, sua impermeabilidade e sua taxa de dissolução no meio corrosivo, controlarão a resistência à corrosão (medida em perda de peso/área/unidade de tempo) do material, no meio corrosivo em questão.

As principais composições de aços inoxidáveis (por exemplo 12%Cr, 18%Cr+8%Ni, etc.) foram desenvolvidas acidentalmente, há cerca de 70 anos. A partir destas composições, foram



estudados os efeitos de diversos elementos de liga e residuais, como C, N, Mo, etc. Novas composições vêm sendo desenvolvidas desde então, aproveitando os resultados obtidos nestas pesquisas. Os efeitos dos diversos elementos de liga na estrutura dos aços inoxidáveis podem ser apreciados dos diagramas de equilíbrio de fases.

Aços Inoxidáveis austeníticos são ligas Fe + Cr + Ni predominantemente austeníticas, que não endurecem por tratamento térmico de têmpera. Incluem-se nesta família: (AISI) 301, 302, 304, 304L, 308, 310, 316 316L, 317, 321, 347. Entre os outros aços inoxidáveis austeníticos incluem-se aqueles em que, por questão de custo, parte do níquel é substituído por manganês ou nitrogênio (elementos estabilizadores da austenita).

A alta plasticidade e a capacidade de encruamento dos aços austeníticos permite que sejam trabalhados a frio até atingirem os valores excepcionais de limite de escoamento e ruptura, como mostra a Figura 2.1.

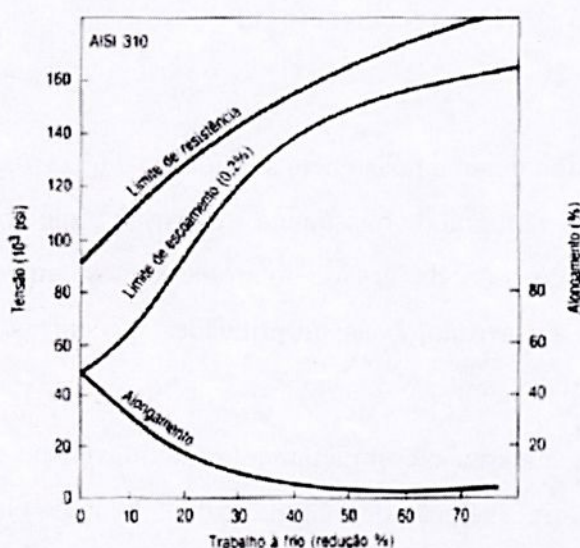


Figura 2.1. Propriedades do aço inoxidável AISI 310 (austenítico) encruado (SILVA e MEI, 1988)

É importante observar que, como esta resistência é obtida por encruamento a frio, operações que envolvam aquecimento (como soldagem, por exemplo) podem destruí-lo. Os aços inoxidáveis austeníticos estão entre os aços que apresentam melhores propriedades de resistência à temperatura elevada. Estas propriedades podem ser otimizadas explorando-se as possibilidades

de endurecimento por precipitação. Aços estabilizados ao Nb como o AISI 347, podem ser tratados para se obter o máximo de vantagem com a precipitação, na resistência à fluência.

Por outro lado, por terem estrutura CFC, apresentam excelentes valores de resistência ao impacto e não sofrem o fenômeno de transição dúctil-frágil sendo, portanto, os mais indicados para qualquer situação (SILVA e MEI,1988).

O descobrimento dos aços inoxidáveis austeníticos significou um grande avanço no desenvolvimento de materiais resistentes à corrosão e à oxidação. Atualmente, as normas de cada país apresentam dezenas de composições diferentes desenvolvidas para aplicações e exigências específicas, conforme ilustra a Figura 2.2 para os aços da norma americana AISI (PADILHA e GUEDES, 1994).

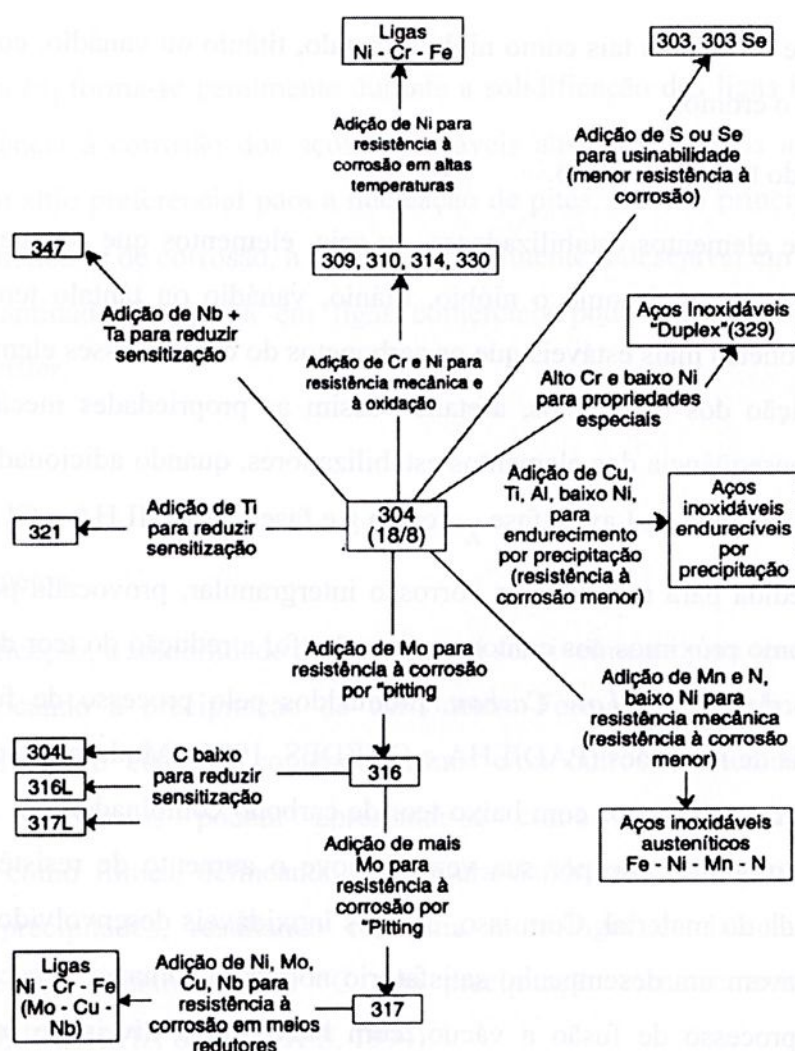


Figura 2.2. Modificações de composição a partir do aço inoxidável austenítico 304, visando propriedades especiais (PADILHA e GUEDES,1994).

2.2.1 Formação de carbonetos e fases intermetálicas

As fases formadas em aços inoxidáveis austeníticos durante exposição na faixa de 500 a 900°C podem ser classificadas em dois grandes grupos: carbonetos e fases intermetálicas.

Durante o envelhecimento dos aços inoxidáveis austeníticos em temperaturas superiores a 1100°C, pode ocorrer a formação de ferrita delta (δ). Abaixo de 900°C, esta ferrita se decompõe em austenita e fases intermetálicas, ainda que não se tenha um bom entendimento a respeito da natureza desta decomposição. Já foi mostrado experimentalmente que a presença prévia de ferrita delta (δ) acelera sensivelmente a formação de fase sigma (σ) (PADILHA & GUEDES, 1994).

A ferrita delta (δ) forma-se geralmente durante a solidificação das ligas binárias Fe-Cr. É prejudicial à resistência à corrosão dos aços inoxidáveis austeníticos, pois a interface ferrita delta/austenita é um sítio preferencial para a nucleação de pites. Devido principalmente às suas características magnéticas e de corrosão, a ferrita δ é geralmente indesejável em aços inoxidáveis austeníticos. A quantidade de ferrita em ligas comerciais pode ser estimada por meio de diagramas de Schaeffler.

2.2.1.1 Carbonetos

Após a solidificação, a solubilidade do carbono cai sensivelmente para temperaturas abaixo de 1100 °C, provocando a precipitação de carbonetos. Formam-se geralmente, carbonetos complexos de composição eutética, contendo cromo e/ou outros elementos formadores de carbonetos. Estes carbonetos podem apresentar-se como ilhas isoladas em regiões interdendríticas ou como filmes, delineando a estrutura dendrítica. Os carbonetos geralmente formam-se como precipitados, resultando em uma morfologia de lamelas alternadas de carbonetos e austenita. Abaixo de 500 °C esta precipitação torna-se extremamente lenta (MACHADO, 1999; PADILHA & GUEDES, 1994).

Reagindo com o cromo, o tipo de carboneto formado depende da relação entre o teor de cromo e carbono disponível no aço. Se a relação for elevada forma-se o carboneto $M_{23}C_6$. Se a



Os aços inoxidáveis austeníticos, são os únicos aços que atendem aos requisitos necessários para aplicações em implantes ortopédicos. São utilizados desde o início do século com propósito cirúrgico. Próximo das primeiras produções industriais, já se encontravam aplicações em cirurgias ortopédicas, com o AISI 302 em 1926. O tipo mais utilizado atualmente, AISI 316, começou a ser empregado comercialmente somente nos finais da II Guerra Mundial (Lopez, 1993).

Os primeiros aços inoxidáveis austeníticos eram relativamente ricos em carbono, portanto suscetíveis ao fenômeno da sensitização ou empobrecimento, principalmente em cromo, das regiões adjacentes aos contornos de grão, onde se precipitam carbonetos de cromo. Para minimizar o problema duas medidas foram adotadas:

- 1) adição de elementos tais como nióbio, tântalo, titânio ou vanádio, com maior afinidade pelo carbono que o cromo;
- 2) redução do teor do carbono.

A adição de elementos estabilizadores, ou seja, elementos que possuem maior afinidade pelo carbono que o cromo, como o nióbio, titânio, vanádio ou tântalo tem como objetivo a formação de carbonetos mais estáveis que os carbonetos do cromo. Esses elementos modificam a forma e distribuição dos carbonetos, afetando assim as propriedades mecânicas do material. Outra possível consequência dos elementos estabilizadores, quando adicionados em excesso, é a formação de fases como a de Laves, fase χ , ferrita δ e fase σ (PADILHA e GUEDES, 1994).

A outra medida para minimizar a corrosão intergranular, provocada pela precipitação de carbonetos de cromo próximos aos contornos de grão, foi a redução do teor de carbono, que deu origem aos aços do tipo L, *Low Carbon*, produzidos pelo processo de fusão a vácuo com baixíssimos níveis de inclusões (PADILHA e GUEDES, 1994). Modernas técnicas metalúrgicas propiciaram a produção de aços com baixo teor de carbono combinado com adições muito bem controladas de nitrogênio, que por sua vez promove o aumento de resistência mecânica e à corrosão localizada do material. Com isso, os aços inoxidáveis desenvolvidos durante a década passada apresentavam um desempenho satisfatório no corpo humano. É o caso do AISI 316L, produzido pelo processo de fusão a vácuo, com baixíssimos níveis de inclusões (STEIN e MENZEL, 1995).

relação for baixa, forma-se o carboneto M_7C_3 . A presença de molibdênio propicia a ocorrência de um outro carboneto do tipo M_6C . A nucleação destes precipitados ocorre principalmente nos contornos de grão da austenita e eleva a resistência à deformação em temperaturas elevadas, mas está associado à redução da ductilidade e tenacidade do material. Todos estes carbonetos apresentam em sua composição porcentagens de ferro (MACHADO, 1999; PADILHA & GUEDES, 1994).

Carbonetos MC

Os carbonetos do tipo MC ($M = \text{Zr, Ti, Nb e V}$) são os mais estáveis dentre os carbonetos presentes nos aços inoxidáveis austeníticos. Entretanto, apresentam uma estabilidade inferior à dos nitretos e sulfetos correspondentes. Nas temperaturas de solubilização de 1050 a 1250 °C, o carbono e os elementos estabilizadores encontram-se dissolvidos na matriz, precipitando-se durante o envelhecimento ou em serviço em temperaturas mais baixas. Estes carbonetos possuem estrutura CFC (PADILHA & GUEDES, 1994).

Carbonetos $M_{23}C_6$

A formação de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ ($M = \text{Cr, Fe, Mo}$) nos contornos de grão, reduz localmente a resistência à corrosão e favorece a corrosão intergranular. Este carboneto tem estrutura CFC e seu parâmetro de rede é $a = 10,57 - 10,68 \text{ \AA}$. Os carbonetos $M_{23}C_6$ são representados pela fórmula mais comum de Cr_{23}C_6 , no entanto, o cromo pode ser substituído por ferro, molibdênio ou níquel e o carbono pode ser substituído parcialmente por boro ou nitrogênio. Sua precipitação se dá com longos tempos de envelhecimento. Nos materiais solubilizados e envelhecidos, apresentam uma sequência de precipitação que se inicia (1) nos contornos de grão, (2) contornos incoerentes de macla, (3) contornos coerentes de macla, (4) interior dos grãos e finalmente nas (5) discordâncias. Nos materiais deformados a frio após a solubilização, a precipitação no interior dos grãos é favorecida durante o envelhecimento (MACHADO, 1999).

Carbonetos M_6C

O carboneto do tipo M_6C são encontrados com maior frequência em aços contendo tungstênio e molibdênio. Entretanto, foi encontrado também em aços estabilizados com nióbio, no aço AISI 317 e no aço AISI 316L, envelhecidos a 650 °C após 1500 horas. A estrutura deste carboneto é CFC, seu parâmetros de rede é $a = 10,57 - 10,68 \text{ \AA}$. Por apresentar grande similaridade de parâmetros de rede com os carbonetos $M_{23}C_6$, são de difícil identificação por difração de elétrons e por microscopia eletrônica de transmissão. Quando comparado ao tipo $M_{23}C_6$, sua capacidade de dissolver nitrogênio é superior, sendo assim, sua presença é favorecida nos aços inoxidáveis austeníticos com alto teor de nitrogênio (MACHADO, 1999).

Carbonetos M_7C_3

Estes carbonetos não são encontrados em aços inoxidáveis austeníticos com teores de carbono inferiores a 0,1% (MACHADO, 1999; PADILHA & GUEDES, 1994). E tem estrutura cristalina hexagonal.

2.2.2.2 Fases intermetálicas

Conforme foi dito anteriormente, uma possível consequência dos elementos estabilizadores, quando adicionados em excesso, é a formação de fases intermetálicas. As fases intermetálicas mais comuns nos aços inoxidáveis austeníticos são (1) fase sigma (σ), (2) fase chi (χ) e (3) fase de Laves (η). Geralmente, a presença destas fases é considerada negativa por estar associada à fragilização do material e empobrecimento da matriz de cromo, molibdênio, titânio, nióbio e vanádio (KOBAYASHI, 1995; PADILHA & GUEDES, 1994).

Fase sigma (σ)

Outra fase importante que pode estar presente nos aços austeníticos é a fase sigma (composto intermetálico de composição Fe-Cr ou Fe-Cr-Mo com estrutura tetragonal). A fase



sigma, por ser uma fase dura e frágil, de alta concentração de Cr e Mo, provoca perda de tenacidade e diminuição da resistência à corrosão (SILVA JR, 2000).. Ela de modo geral ocorre em temperaturas até 1000 °C, mas na literatura são encontrados dados de ligas com altos teores de Mn, onde ela pode ser estável até 1300 °C; vale lembrar que este fato ocorreu em ligas com teores de nitrogênio de moderado a alto. Nas ligas Fe-Cr, contendo de 20 a 70% de cromo, forma-se em temperaturas entre 600 e 820 °C (KOBAYASHI, 1995; PADILHA & GUEDES, 1994).

Por não dissolver elementos intersticiais, como carbono e nitrogênio, a precipitação da fase sigma (σ) se dá após o empobrecimento destes elementos na matriz. Comparada à ferrita, a fase sigma (σ) é rica em cromo e molibdênio, que são ferritizantes, e pobre em níquel, que é austenitizante. Com o aumento do teor de cromo e molibdênio, o tempo de incubação e o tempo necessário para completar a reação de precipitação diminuem, enquanto a quantidade máxima precipitada aumenta. Maiores teores de níquel aceleram a precipitação de fase sigma (σ), porém a quantidade máxima precipitada é diminuída (KOBAYASHI, 1995).

O tamanho de grão e a temperatura de solubilização são outros fatores que alteram a precipitação da fase sigma (σ). Quanto menor o tamanho de grão, maior a tendência à formação de fase sigma (σ). Dois efeitos são associados à temperatura de solubilização: (1) temperaturas mais elevadas provocam crescimento do tamanho de grão e conseqüente redução da tendência à formação de fase sigma (σ) e (2) em temperaturas muito elevadas pode ocorrer a formação de ferrita delta (δ), facilitando assim a posterior formação de fase sigma (σ) (MACHADO, 1999).

A precipitação inicia-se em locais de alta energia, como contornos de grãos. Com o tempo, as partículas crescem e tornam-se angulares, sendo, por fim, agrupadas em pontos triplos de grão. Sua cinética de precipitação é muito lenta. Nos aços inoxidáveis austeníticos a precipitação da fase sigma (σ) se dá em temperaturas inferiores a 900 °C e se estabiliza após longos tempos de envelhecimento, acima de 900 horas (PADILHA & GUEDES, 1994).

Fase qui (χ)

A fase qui (χ) tem estequiometria dada por $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$. Para que ocorra, o teor de molibdênio da liga deve ser superior a 3% em peso. Sua composição é muito próxima da fase sigma (σ), no entanto, difere-se desta por ser capaz de dissolver carbono, além de poder ser coerente com a matriz (PADILHA & GUEDES, 1994). O nitrogênio tem o efeito de atrasar a

formação da fase qui (χ) (MACHADO, 1999; ÖRNHAGEN et al., 1996). Entretanto, estudos realizados em aços inoxidáveis austeníticos com altos teores de nitrogênio, mostraram que o envelhecimento pode induzir a precipitação desta fase (ÖRNHAGEN et al., 1996).

Fase de Laves (η)

A fase de Laves (η) forma-se nos aços inoxidáveis austeníticos com teores de molibdênio superiores a 2%, após longos tratamentos térmicos de envelhecimento. Apresenta estrutura cristalina hexagonal com os seguintes parâmetros de rede: $a = 4,73 \text{ \AA}$ e $c = 7,72 - 7,85 \text{ \AA}$. As composições mais comuns nos aços inoxidáveis austeníticos são MgZn_2 , Fe_2Mo , Fe_2Ti e Fe_2Nb (MACHADO, 1999; PADILHA & GUEDES, 1994).

Entre as fases intermetálicas encontradas nos aços inoxidáveis austeníticos, a fase de Laves (η) é a única que pode proporcionar algum efeito benéfico ao material, causando endurecimento por precipitação, quando encontra-se coerente com a matriz. Entretanto, o endurecimento por precipitação pode causar queda da ductilidade e empobrecimento da matriz em molibdênio, titânio e nióbio (PADILHA & GUEDES, 1994).

2.3 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS COM ALTO TEOR DE NITROGÊNIO UTILIZADOS NA FABRICAÇÃO DE IMPLANTES ORTOPÉDICOS

Apesar de largamente utilizado, o aço inoxidável AISI 316L é suscetível à corrosão localizada quando em contato com fluido corpóreo, sendo portando indicado para aplicações temporárias (até 12 meses). Cook et al. (1987) encontraram indícios de corrosão localizada em interfaces de placas (89% das peças analisadas) e de parafusos (88% dos itens avaliados), em 250 dispositivos de aço inoxidável para fixação de fraturas em ossos, removidos entre 1977 e 1985.

A corrosão de implantes é um fenômeno interessante, pois afeta tanto a biocompatibilidade como a integridade estrutural das próteses (BORDJI et al., 1996). O fenômeno que envolve o termo biocompatibilidade está relacionado com a interação entre um implante e o meio fisiológico que o envolve. Esse meio caracteriza-se por ser extremamente hostil e ainda sensível,

não tolerando corpos estranhos irritantes. Como resultado dessa interação tem-se a degradação do material ou, no contexto de metais, a corrosão. O efeito adverso desses produtos pode levar à rejeição do implante. Sabe-se, por exemplo, que alguns efeitos tais como dor e irritação, derivados de implante de aço inoxidável, devem-se à liberação de íons de níquel (WILSON, 1997; AIDAR, 1996).

Um programa de análise de implantes recuperados, desenvolvido por um hospital de cirurgias especiais nos Estados Unidos existentes desde 1977, revelou pelo menos 31 casos de falha em um total de 800 próteses totais de quadril de aço inoxidável AISI 316L, ou seja, pelo menos 3,9% dos casos (GUIMARÃES, 2001). Em todas as falhas de implantes ortopédicos, o paciente afetado sofre com o trauma da cirurgia de reparação, além de fortes dores associadas ao processo de rejeição do implante. A remoção do implante falhado implicará não somente em um grande sofrimento, como também um alto custo para o paciente. Desta forma, é extremamente interessante manter mais baixa possível a incidência destas falhas.

Sabe-se também que a degradação dos materiais de implantes se deve geralmente à combinação dos efeitos eletroquímicos da corrosão e efeitos mecânicos. As próteses das extremidades inferiores do corpo humano, como por exemplo a prótese total de quadril, estão sujeitas a esforços mecânicos cíclicos da ordem de duas, três ou até mais vezes o peso do indivíduo. A resistência à fadiga do componente implantado é primordial quando se considera que uma prótese pode estar sujeita a até três milhões de ciclos por ano, dependendo de sua função. A combinação desses efeitos mecânicos e eletroquímicos da corrosão pode resultar em falha total da prótese.

A fadiga-corrosão em implantes ortopédicos vem sendo reportada por vários pesquisadores como sendo o principal mecanismo de falha de implantes ortopédicos e, embora não ocorram em números tão elevados, essas falhas ocorrem em números suficientes para causar preocupações. Diante destes fatos, tornou-se eminente a necessidade de se desenvolver novos materiais com boas propriedades mecânicas, conformabilidade e usinabilidade, mas com melhor resistência à corrosão localizada a um custo similar ao do aço inoxidável AISI 316L.

Com o propósito de desenvolver um material para substituir o AISI 316L, uma nova classe de aço inoxidável austenítico com alto teor de nitrogênio foi proposta. Essa nova classe de material, com teor de nitrogênio entre 0,25 – 0,50%, parece ser muito promissora devido à sua alta resistência à corrosão associada a boas propriedades mecânicas (Örnham, 1996).

A Tabela 2.1 apresenta a composição química e as propriedades mecânicas requeridas para os aços inoxidáveis ISO 5832-9 (1992) e ASTM F 138 (1986) - classe especial de aço AISI 316L para aplicações como biomaterial. A resistência à corrosão em solução fisiológica artificial do aço inoxidável ISO 5832-9, quando comparado ao ASTM F138, sugere que este material seja promissor para aplicações no interior do corpo humano (ISO 5832-9,1992 e ASTM F138 ,1986)

Tabela 2.1. Composição química dos aços ISO 5832-9 (1992) e ASTM F138 (1986) .

Composição química, % em peso em balanço com o ferro - segundo as respectivas normas											
aço	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	S	P	Cu	N
5832	0,08máx	0,75 máx	2-4,25	9-11	19,5-22	2-3	0,25-0,8	0,01 máx	0,025 máx	0,25 máx	0,25-0,5
F138	0,02máx.	0,75 máx.	2 máx.	13-15,5	17-19	2-3	0	0,01 máx	0,01 máx	0,5 máx	0,1 máx.

A *International Organization for Standardization (ISO)*, em 1992, por intermédio da norma ISO 5832-9, fixou limites de composição, bem como características e meios de ensaios dos aços inoxidáveis austeníticos para implantes, com alto teor do nitrogênio. Na Europa, em 1997, as próteses ortopédicas fabricadas com esse aço começaram a ser comercializadas. No Brasil, o aço começou a ser produzido recentemente pelas Indústrias Villares S/A.

2.3.1 Microestrutura

O sistema Fe-Cr-Ni constitui a base dos aços inoxidáveis com matriz predominantemente austenítica. Outras fases como ferrita δ , carbonetos, fases intermetálicas, nitretos, sulfetos, boretos e martensita induzida por deformação podem estar presentes na microestrutura dos aços inoxidáveis austeníticos. A quantidade, tamanho, distribuição e forma destas fases tem influencia marcante nas propriedades do material (PADILHA e GUEDES, 1994).

O nitrogênio é usado em substituição ao níquel em aços inoxidáveis austeníticos, uma vez que seu poder austenitizante chega a ser trinta vezes superior ao do níquel. Além disso, não há registros de problemas médicos decorrentes de seu uso em aços, fato que não ocorre com o níquel, que é responsável por problemas alérgicos de intensidade que variam de leve a grave, como relatam vários estudos recentes. Por isso, seu contato como corpo humano deve ser evitado (AIDAR et al., 1996).

A adição de nitrogênio altera a microestrutura dos aços inoxidáveis, que depende basicamente de fatores como: composição química e histórico térmico. Para estudar este processo pode-se utilizar os diagramas de Schaeffler e seus similares, como os diagramas modificados por Delong e Espy que tomaram como base o trabalho de Schaeffler. As modificações foram feitas para completar o efeito de alguns elementos que não faziam parte dos estudos realizados por Schaeffler, como por exemplo, o nitrogênio.

Os diagramas mencionados são baseados nos conceitos de cromo e níquel equivalentes (Eq. 1 e 2), os quais permitem estimar o poder formador de ferrita ou austenita de um elemento qualquer, ao se comparar com o cromo ou o níquel, respectivamente.

$$Cr_{eq} = \%Cr + F(\%Si) + G(\%Mo) + H(\%Al) + I(\%Nb) + J(\%Ti) + K(\%W) + L(\%V) \quad (1)$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + A(\%Mn) + B(\%C) + C(\%N) + D(\%Cu) + E(\%Co) \quad (2)$$

onde A, B, C,....L são constantes. (PADILHA e GUEDES, 1994).

Os valores de Cr e Ni equivalentes permitem ainda prever o modo de solidificação do aço inoxidável. Existem quatro modos que dependem da relação Cr_{eq}/Ni_{eq} .

I - Solidificação austenítica, onde a única fase sólida a se formar é a austenita;

II - Solidificação austenítica-ferrítica. A fase primária que solidifica é a austenita com o aspecto dendrítico ou celular seguindo-se a formação de ferrita na parede das células;

III - Solidificação ferrítica-austenítica. A ferrita solidifica como fase primária com aspecto dendrítico ou celular. Posteriormente, ocorre a nucleação da austenita nas paredes das células por meio de uma reação peritética ($L + \delta \rightarrow \gamma$) ou eutética ($L \rightarrow \delta + \gamma$);

IV - Solidificação ferrítica. A ferrita é a única fase a se formar durante a solidificação e a austenita nucleia somente no estado sólido nos contornos de grão ferríticos.

Para $Cr_{eq}/Ni_{eq} < 1,5$, tem-se o modo I e II. Para a relação $1,5 < Cr_{eq}/Ni_{eq} < 2$, tem-se o modo III e se o valor de $Cr_{eq}/Ni_{eq} > 2$, tem-se o modo IV. A Tabela 2.2 apresenta coeficientes propostos por vários autores para os diferentes elementos visando a modificação do diagrama de Schaffler.

Tabela 2.2. Valores das constantes das expressões de níquel equivalente (A a E) e cromo equivalente (F a L) apresentados por diferentes autores (PADILHA e GUEDES, 1994).

Autor	Ref.	Constantes												Condições
		A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	
Schäffler DeLong	18	0,5	30	30	—	—	1,5	1	—	—	—	—	—	Soldagem
DeLong Ostram Szumachowsky	8	0,5	30	—	—	—	1,5	1	—	—	—	—	—	—
Schäffler	19	0,5	30	—	—	—	1,5	1	—	0,5	—	—	—	Soldagem
Guiraldeng	50, 20	—	30	20	—	—	1,5	—	—	—	—	—	—	—
Schneider	21	0,5	30	25	3	1	2	1,5	5,5	1,75	1,5	0,75	5	—
Pryce Andrew	22	0,5	21	11,5	—	—	3	2	—	—	—	—	—	—
Jerkontoret	6 9	0,3	22	14,2	1	—	1,5	1,37	—	2	3	—	—	Análise Térmica
Hammar Svensson	7	0,31	22	14,2	—	—	—	1,37	—	—	—	—	—	Análise Térmica
Avery	24	—	17	11	—	—	1,6	—	—	2,8	—	—	—	Aço resistente calor fundido
Guiraldeng	25	—	30	20	—	—	1,5	2	3	—	4,0	—	—	Fundidos
Hull	23	0,11	24,5	18,4	0,44	0,41	0,48	1,21	2,8	0,14	2,20	0,72	2,27	Fundido resfriado rapidamente

O efeito austenitizante do nitrogênio parece aumentar com o decréscimo da temperatura durante o processo de solidificação (Suutala, 1983 citado por Machado 1999). Porém, a medida que o teor de nitrogênio é aumentado na liga seu efeito austenitizante não é proporcional à sua concentração (Espy, 1982).

Além de aumentar o campo de estabilidade da austenita, a adição de elevados teores de nitrogênio em aços inoxidáveis pode acabar causando a precipitação de nitretos, pois abaixo de 1100° C a solubilidade do nitrogênio é bastante limitada (Machado, 1999).

2.3.2 Propriedades Mecânicas

Aços austeníticos são muito usados em diversas áreas da engenharia moderna. As propriedades que os fazem atrativos são alta ductilidade e tenacidade, boa resistência à corrosão e não magnetização.

O nitrogênio, como já foi dito, apresenta um custo menor que o níquel e confere ao material melhores propriedades mecânicas e de resistência a corrosão, o que é importante em aços utilizados em implantes cirúrgicos, sejam eles, temporários para fixação de fraturas ou implantes permanentes para substituição de partes do esqueleto humano.

Da primeira categoria espera-se resistência mecânica suficiente para substituir temporariamente o papel desempenhado pelo osso em determinado segmento do aparelho locomotor, aliados a composições que não promovam reações indesejáveis no organismo. Como exemplo de implante temporário, pode-se citar as placas de fixação para ossos fraturados, pinos e parafusos.

À segunda categoria, no caso de substituição de articulações, imprime-se um desafio adicional: suportar contínuos movimentos e transmitir carga, que é o caso de próteses de joelho, quadril e cotovelo. Sendo assim, os materiais metálicos empregados na fabricação de implantes ortopédicos devem reunir alguns requisitos essenciais: biocompatibilidade, resistência à corrosão no ambiente hospedeiro, biofuncionalidade, propriedades mecânicas adequadas à sua funcionalidade e um preço compatível com a realidade brasileira (WILSON, 1997; STEIN e MENZEL, 1995).

O nitrogênio, como discutido anteriormente, é um elemento de liga estabilizador da austenita. A estrutura de fusão dos aços inoxidáveis austeníticos geralmente é constituída por austenita (estrutura cristalina CFC) ou por uma combinação de austenita e ferrita (CCC).

A partir da austenita podem se formar dois tipos de martensita: uma com estrutura TC, conhecida com α' e outra com estrutura HC, conhecida como ϵ . A presença de martensita nos aços inoxidáveis austeníticos pode comprometer sua ductilidade, sua tenacidade e a resistência à corrosão. Quando se usam elevados teores de nitrogênio, pode ser impedida a formação destes produtos martensíticos. O nitrogênio modifica a faixa de temperaturas na qual ocorre a transformação martensítica, pois abaixa as temperaturas M_s e M_f , de início e fim de transformação.

Com relação a dureza, o nitrogênio é o elemento efetivo para produzir endurecimento por solução sólida nos aços inoxidáveis austeníticos. O nitrogênio aumenta também o endurecimento por encruamento dos aços austeníticos, pelo fato de diminuir a energia de falha de empilhamento.



O menor valor na energia de falha de empilhamento leva a uma maior separação das discordâncias parciais, maior ordem das discordâncias planares e redução do deslizamento cruzado (*cross slip*), aumentando a capacidade de encruamento do material. A energia de falha de empilhamento ainda influencia fortemente a resistência à fluência, fragilização por hidrogênio e a resistência à corrosão sob tensão.

A resistência dos aços austeníticos, contudo, é em muitos casos extremamente insatisfatória e o valor usual do limite de escoamento (limite de escoamento 0,2%) por volta de 300 MPa não é suficiente para muitas aplicações.

A adição de aproximadamente 0,5% de nitrogênio em solução sólida torna possível aumentar o limite de escoamento do aço inoxidável austenítico recozido para cerca de 500 MPa. O objetivo de pesquisas internacionais é desenvolver aços inoxidáveis austeníticos com limites de escoamento a 0,2% por volta de 700 MPa.

Na investigação dos aços, o aumento na resistência causado pela dissolução do nitrogênio intersticialmente era relativamente independente do teor de Ni e Mn. Como o Ni, diferente Mn, tem solubilidade menor que o N e promove a formação de precipitados (Cr_2N), a parcial substituição do Mn por Ni pareceria oferecer vantagens não apenas em relação ao custo.

As propriedades mecânicas dos aços, entretanto, são estimadas não apenas em termos de resistência e alongamento. O que realmente conta é o produto do $K_{Ic} \times R_{p0.2}$. Aços ligados com nitrogênio, atualmente oferecem a melhor combinação de resistência e tenacidade (STEIN e MENZEL, 1995).

O ponto chave neste desenvolvimento é o fato de que o nitrogênio ligado é dissolvido intersticialmente e não precipitado na forma de nitretos. Com aumento no teor de nitrogênio, contudo, a tendência para aumentar a precipitação, por sua vez leva à limitação do teor de N. O limite de escoamento $R_{p0.2}$ maior que 1000 MPa somente pode ser obtido nos aços austeníticos para trabalho a frio tradicional. A Figura 2.3 mostra a influência do nitrogênio no aumento do limite de escoamento devido ao trabalho a frio. (PADILHA e GUEDES, 1994).

No trabalho a frio, os aços ligados ao N X8CrMn1818, têm aspecto adicionalmente importante, isto é estabilidade da austenita e daí a permeabilidade magnética. Pode-se observar que a austenita, até mesmo depois de trabalho a frio extremo, não se transforma em martensita. A permeabilidade magnética continua baixa. Em contraste a outros aços inoxidáveis austeníticos,



os aços ao N permanecem não magnéticos até mesmo em condições de alto limite de resistência à tração.

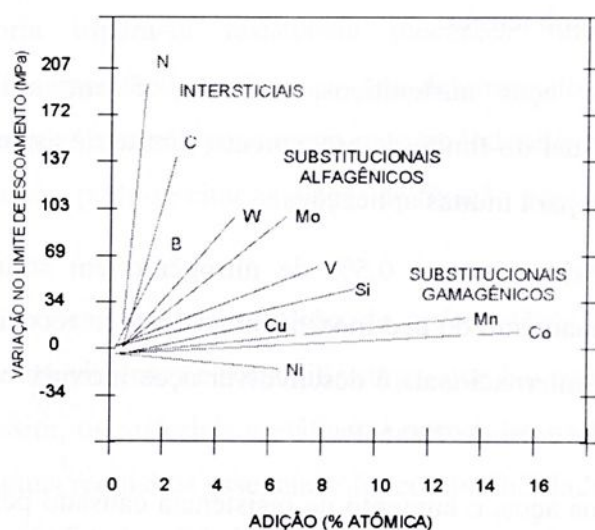


Figura. 2.3. Variação do limite de escoamento provocada pelos diversos elementos de liga em solução sólida na austenita. (PADILHA e GUEDES, 1994).

A resistência à fluência também é influenciada pelo teor de nitrogênio, como já foi dito. Existe um aumento de aproximadamente 50 °C na temperatura em que ocorre a ruptura do material por fluência quando o aço possui alto teor de nitrogênio. A explicação está na formação de arranjos de curto alcance entre o cromo e o nitrogênio, o que dificulta a movimentação das discordâncias. Por outro lado, vários trabalhos mostram que os aços nitrogenados apresentam excelentes propriedades de fadiga (resistência à fadiga, limite de fadiga, vida em fadiga e menor taxa de crescimento de trincas por fadiga).

A deformação dos aços austeníticos pode ser caracterizada por escorregamentos planares. O efeito benéfico do nitrogênio na fadiga destes aços é atribuído principalmente à formação de arranjos planares de discordâncias. Essa dificuldade, por sua vez, está associada a baixos valores de energia de falha de empilhamento.

A ductilidade da austenita aumenta como aumento da EDE (energia de falha de empilhamento), devido à ocorrência de escorregamentos com desvio, permitindo a formação de bandas de deslizamento mais largas. Esse efeito ajuda tanto a nucleação, como o crescimento das

trincas de fadiga. Baixas EDE permitem que as discordâncias se movimentem conservativamente na mesma famílias de planos, de modo que discordâncias com sinais opostos se aniquilam quando, durante o processo de fadiga, ocorre a inversão do ciclo de compressão para o de tração (SILVA JUNIOR, 2000).

2.3.3 Influência do Ciclo Térmico e do trabalho mecânico nos aços inoxidáveis austeníticos

Muitos pesquisadores têm estudado a influência de variações microestruturais, impostas pelos diferentes ciclos térmicos e trabalhos mecânicos, a qual os aços inoxidáveis austeníticos estão sujeitos no processo de fabricação, e também suas propriedades mecânicas e de resistência a corrosão resultantes. Abaixo estão relacionados alguns importantes trabalhos com este enfoque.

Estudos realizados por Holm (1987) com um aço do tipo X5CrMnN 1818, submetido à deformação plástica a frio e recozimento durante 24 horas em temperaturas de 600 a 1050 °C, mostraram uma queda acentuada no valor da tenacidade à fratura, quando o aço é recozido entre 600 e 700 °C. Esta fragilização foi atribuída à precipitação $M_{23}(CN)_6$ observada ao longo dos contornos de grão. Este fato comprova-se também pela fratura ser intergranular. No material tratado em temperaturas mais baixas, a fratura aconteceu através de coalescência de microvazios. As amostras recozidas por 24 horas em 700 °C apresentaram grandes áreas de precipitação descontínua nos contornos de grão da austenita. Estes precipitados conhecidos como perlita da austenítica ou falsa perlita de nitrogênio são principalmente do tipo $(Cr, Fe, Mn)_2 N$ e formam-se antes de acontecer a recristalização da matriz. Este fato foi comprovado pela presença de discordâncias na região à frente dos precipitados. A microestrutura do material tratado a 700 °C apresentou precipitação descontínua em parte dos grãos, enquanto os outros conservam a microestrutura típica da deformação a frio original. Isso pode ser catastrófico para a tenacidade à fratura, que chega a um valor mínimo. A superfície de fratura apresentou uma aparência lamelar que corresponde à natureza descontínua da precipitação. As amostras recozidas por 24 horas a 800 °C apresentaram valores maiores de tenacidade à fratura do que as amostras tratadas a 700 °C. Entretanto, as microestruturas mostram ainda a presença de precipitados, mas não somente nas áreas do contorno de grão. O modo de fratura reverte para a coalescência de microvazios.



No mesmo trabalho, depois de comprovado que os precipitados $M_{23}(CN)_6$, formados no recozimento a 600 °C, são prejudiciais à tenacidade à fratura, foi investigado o efeito do tempo de recozimento. Para isso, o autor realizou ensaios de tenacidade à fratura em amostras recozidas entre 300 e 600 °C por períodos de até 10.000 horas. Os resultados mostraram que até mesmo períodos curtos de recozimento a 600 °C são prejudiciais. Os valores também diminuem quando o aço é recozido a 400 e 500 °C por períodos superiores a 24 horas. O material tratado a 300 °C não apresentou nenhuma perda de tenacidade à fratura.

Simmons, J. W. e Atteridge, D. G. em um trabalho realizado em 1993 verificaram a precipitação nos contornos de grão de nitretos do tipo Cr_2N durante envelhecimento a 700 e 900 °C, mas a precipitação cinética foi mais rápida a 900 °C. A precipitação celular do Cr_2N ocorre coincidentemente com a precipitação no contorno de grão a 900 °C. Uma redução significativa na tenacidade ao impacto ocorre depois de somente 6 minutos de envelhecimento a 900 °C (os valores da energia absorvida Charpy caem de 144 a 33J). Um envelhecimento a 700 °C por 3 horas resulta em 100% de fratura intergranular de baixa energia (4J). As energias no impacto também foram baixas para envelhecimentos a 900 °C por 3 horas, mas a fratura foi intergranular e transgranular através de regiões de precipitação celular pela descoesão de interfaces austenita/nitretos.

Müllner et al. (1993) estudaram o efeito do nitrogênio (0,04% a 0,53%) nas discordâncias estruturais do aço inoxidável austenítico estirado a frio (0% a 56% de redução da seção transversal), caracterizando-o por folhas finas, MET. Independente da presença de N, foram verificados dois mecanismos básicos de controle da deformação plástica à baixa temperatura; deslizamento planar à baixa deformação ($\epsilon < 5\%$) e maclação mecânica à alta deformação ($\epsilon > 5\%$); em deformações intermediárias há colaboração dos dois mecanismos. O nitrogênio diminui a energia de falha na seqüência de empilhamento e aumenta a fricção interna: o deslizamento torna-se planar, as estruturas finas e as transições de um modo de deformação para o próximo são dadas à baixas deformações e altas tensões. Tais mudanças estruturais causam o endurecimento do aço. Um maior número de fontes de discordâncias foram ativadas, mais barreiras de discordâncias se formaram e a eficiência das barreiras foi realçada.

Örnham et al. (1996) caracterizaram um aço inoxidável austenítico rico em nitrogênio usado para dispositivos de osteosínteses. Os aços do tipo ISO 5832-9 na condição solubilizado apresentam uma grande quantidade de precipitados primários. Estudos feitos em amostras tratadas por 4 horas em 800 °C mostraram, além dos precipitados primários, a formação de

precipitados intergranulares. Uma observação geral da microestrutura mostra que estes precipitados apresentam uma forte tendência de se formar em pontos triplos de contornos de grãos. Análises semi-quantitativas, realizadas em MEV, mostraram que os precipitados intergranulares são ricos em molibdênio, enquanto os precipitados primários são ricos em nióbio.

No mesmo trabalho, a estrutura cristalográfica dos precipitados foi estudada por intermédio de microscopia eletrônica de transmissão. Os precipitados primários foram identificados como fase Z tetragonal, com parâmetros de rede $a = b = 0,3031 \text{ \AA}$ e $c = 0,7381 \text{ \AA}$. Estes valores são muito próximos dos valores característicos para a fase Z. A análise quantitativa mostrou a composição química típica da fase Z, ou seja, 61% de nióbio, 25% de cromo, 7% de ferro e 7% de molibdênio, o que confirma ser esta a fase primária presente no aço. Os precipitados intergranulares foram caracterizados como fase qui (χ). Existem indícios de fragilização, pela formação de fase qui (χ), em amostras envelhecidas por longos tempos em temperaturas na faixa de 700 a 900 °C. Entretanto, a ausência de fase qui (χ) em amostras solubilizadas e resfriadas em água, demonstra que o resfriamento rápido após o tratamento é suficiente para evitar a sua formação (ÖRNHAGEN et al., 1996).

Aidar et al. (1996) propuseram e estudaram dois aços inoxidáveis austeníticos com elevado teor de nitrogênio (0,38 e 0,42%N) para utilização em implantes cirúrgicos. Os autores focam neste trabalho a importância de se utilizar ligas isentas de Ni em sua composição química, e são denominadas amigáveis ao corpo (*body-friendly*), em aplicações médicas por não provocarem alergia por níquel. Nestas ligas, o Ni foi substituído por Mn. As ligas fundidas apresentaram pequenas porcentagens de ferrita delta após forjamento e solubilização; a microestrutura da liga com menor teor de N não mais apresentou ferrita delta, contendo somente grãos de austenita, sendo insenta de precipitação intergranular e sensitização. Por outro lado, nestas condições, a liga com maior teor de N resultou em grãos de austenita com pequena quantidade de precipitados finos nos contornos de grão. No entanto, a liga com 0,38%N apresentou uma resistência à corrosão semelhante à do aço inox 316L. Também, verificaram melhores propriedades mecânicas na liga com 0,42%N.

Tomota et al (1997) estudaram a fragilização à baixa temperatura para 3 aços inoxidáveis com alto teor de nitrogênio, 18Mn-18Cr-0,5N, 18Mn-18Cr-0,8N e 17Cr-13Ni-2Mo-0,5N (todos com porcentagem em massa). Estes aços apresentaram comportamento de transição dúctil-frágil. Eles apresentaram fratura por clivagem quando testados a 77K (-196 °C) no ensaio de impacto Charpy e a superfície de fratura mostrou facetas ao longo dos planos {111} identificando pites de

corrosão usando microscopia eletrônica de varredura. Traços de escorregamento foram observados com frequência na superfície plana das facetas e a fratura ocorre ao longo dos planos $\{111\}$ por *slipping-off*, isto é, separação ocorre no plano de escorregamento com maior densidade de discordância. A microscopia eletrônica de transmissão revelou que há muita formação de discordâncias planares e bandas de deslocamento exatamente abaixo da superfície de fratura. Nenhuma macla e nem martensita ϵ foram observadas. As características de fratura se dão principalmente por fratura frágil, ocorrendo ao longo dos planos de escorregamento ativo por *slipping-off*, não por clivagem associada à ocorrência de macclas mecânicas.

Ilola, Hänninen & Kauppi (1998) investigaram o efeito da laminação a frio e a quente em dois aços inoxidáveis austeníticos (Cr-Ni e Cr-Mn) de alto N, variando a porcentagem de nitrogênio de 0,14% a 1%. Promoveram o recozimento dos aços estudados com a finalidade de verificar a formação de Cr_2N durante esse tratamento térmico. Os ensaios de microscopia ótica e eletrônica de varredura por eles realizados, mostraram que nas amostras laminadas a quente e recozidas, as trincas de fratura tinham um aspecto de cunha ao longo dos contornos de grão da austenita e partículas de segunda fase. Suas análises de energia dispersiva de raio-X pontuais (EDX) indicaram a composição destas partículas de segunda fase: ferro, cromo, níquel e contendo óxidos nas trincas em cunha dos aços Cr-Ni. Nos aços Cr-Mn, as partículas de segunda fase também continham cobre e estanho (nos aços com 0,78 e 0,80%N), tendo sido encontrados estes elementos tanto nos contornos de grão quanto dentro de grãos. As análises de EDX não identificaram precipitados Cr_2N nos contornos de grão austeníticos. A fratura do aço com 1%N, laminado à frio a 7%, apresentou uma superfície de fratura com aspecto de pequenas covas dúcteis e fratura frágil transgranular, sendo desta forma considerada uma fratura por quase clivagem. Foram concluídos com este trabalho que a resistência dos aços estudados foram superiores após laminação a quente. A resistência à deformação durante a laminação a quente aumentou com o decréscimo da temperatura de laminação e com o aumento do teor de N. A quantidade de trincas em cunha, que ocorreram ao longo dos contornos de grão e partículas de segunda fase durante a laminação a quente, se deu principalmente devido às impurezas e não à porcentagem de N. Os aços laminados a frio tiveram suas deformações limitadas pelo fenômeno de “crocodilo” e a superfície de fratura nestes aços foi do tipo quase clivagem.

Ustinovshikov et al. (1999) estudaram a microestrutura e propriedades de aços inoxidáveis austeníticos com alto teor de nitrogênio (0,9 a 1,3%N) solubilizados a diferentes temperaturas (1150, 1200 e 1250 °C), resfriados em água. Utilizaram microscopia eletrônica de transmissão e

difração de raio-X para verificar as relações γ/α . Foram observadas presença de partícula de CrN não dissolvidas e placas de martensita α em amostras resfriadas a 1150 °C. A liga contendo 15%Cr e 1,0%N teve somente 30% de austenita em sua estrutura após têmpera a 1150 °C, mostrando, assim, que o aumento do teor de Cr inibe a capacidade do N formar a austenita. Todas as ligas resfriadas a 1200 °C resultaram em uma estrutura 100% austenítica, exceto na liga com 0,9%N (87%). A essa temperatura de resfriamento ocorreu grande redução de partícula de CrN e não foram observadas placas de martensita, porém nas ligas com 1,3%N foram verificados nitretos nos contornos de grão e a 0,9 e 1,0%N observou-se presença de inclusões de martensita. Amostras com 1,1%N temperadas a 1250 °C e envelhecidas à temperatura ambiente não apresentaram uma estrutura homogênea. Verificou-se uma melhor combinação de propriedades de resistência e ductilidade nas ligas contendo 1,2 a 1,3%N. As inclusões de martensita, que surgiram após o tratamento térmico, resultaram na queda das propriedades de resistência e ductilidade, em especial da ductilidade. A resistência à corrosão da estrutura austenítica de nitrogênio é igual à dos aços inoxidáveis do tipo 18-10.

Janovec et al. (1999) estudaram a precipitação intergranular proveniente de laminação no comportamento de fratura do aço inoxidável austenítico AISI316. A microestrutura do aço, após tratamento térmico de envelhecimento, consistiu de grãos austeníticos e pequenas partículas intergranulares de fase secundária (por volta de 40nm de diâmetro). As amostras envelhecidas a 923K por 1 hora, apresentaram pequenas partículas intergranulares, acima de 120nm de diâmetro, nos contornos de grão e são áreas intergranulares praticamente livres de precipitados. À temperaturas de envelhecimento mais elevadas, 973 a 1223K, as amostras apresentaram partículas relativamente grandes, por volta de 300nm de diâmetro, nos contornos de grão e partículas finas no interior dos grãos. O modo de fratura dominante encontrado foi a ductilidade transgranular. Mostraram existir uma boa correlação entre a aparência da fratura intergranular e a ocorrência de partículas finas nos contornos de grão. Quando os contornos de grão são enfraquecidos por partículas grandes, surgem domínios de trincas intergranulares na fratura de amostras submetidas ao ensaio de tração à temperatura ambiente.

Shankar et al. (1999) estudaram o efeito do envelhecimento térmico nas propriedades de tração à temperatura ambiente do aço inoxidável tipo AISI 316L. Um pequeno tempo de envelhecimento resultou no aumento da tensão de escoamento como consequência da segregação do nitrogênio para as discordâncias. A formação de grupos de Cr-N em amostras envelhecidas por 10 horas está associada a um decréscimo na tensão de escoamento e aumento na ductilidade,

como resultado relativo ao amolecimento da matriz. A precipitação de Cr_2N intergranular coerente resultou num aumento da tensão de escoamento no envelhecimento por 24 horas. O esvaziamento substancial de reforço por solução sólida principalmente devido à abundante precipitação da fase γ acima de 100 horas resultou num decréscimo considerável na tensão de escoamento. O esvaziamento do reforço por solução sólida aumentou a ductilidade no envelhecimento a 10 horas, enquanto a precipitação celular e intragranular de Cr_2N diminuiu a ductilidade.

A figura 2.4 mostra a cinética de precipitação contínua e descontínua em um aço 19%Cr-5%Ni-5%Mn-3%Mo-0,69%N.

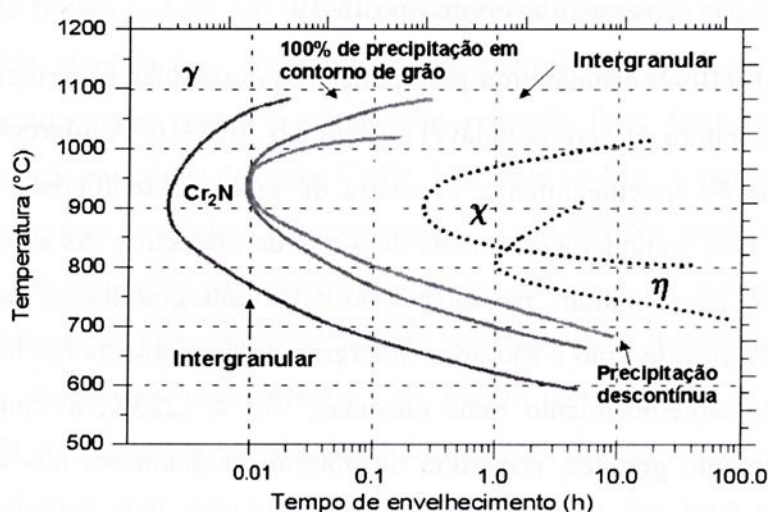


Figura 2.4. Cinética de precipitação contínua e descontínua em um aço 19%Cr-5%Ni-5%Mn-3%Mo-0,69%N (SIMMONS et al., 1996).

Silva Júnior (2000) em recente dissertação de mestrado, propôs um novo aço inoxidável austenítico com alto teor de nitrogênio para utilização em implantes cirúrgicos. Visando melhores propriedades mecânicas, resistência à corrosão, biocompatibilidade e redução de custos, o autor substituiu o níquel por nitrogênio (0,4%) e manganês (15%), sendo adicionado a uma das ligas 2,5% de manganês. Silva Júnior pôde verificar que as duas ligas estudadas

apresentaram melhores propriedades mecânicas que as recomendadas pela norma ISO 5832, para implantes cirúrgicos. Após solubilização a 1050 °C por 1 hora, a liga com Mo passou a ter 18% de ferrita em sua estrutura, enquanto a liga sem Mo apresentou uma estrutura 100% austenítica. Cabe ressaltar, que em seu trabalho Silva Júnior não caracterizou os precipitados que surgiram na microestrutura dos materiais estudados, não podendo assim verificar a influência dos mesmos sobre o desempenho dos aços em questão.

Giordani et al. (2000) realizaram um trabalho objetivando avaliar comparativamente as propriedades mecânicas básicas e propriedades de corrosão localizada dos aços inoxidáveis ASTM F 138 e ISO 5832-9. As propriedades mecânicas resistência à tração, alongamento total e tenacidade, apresentaram-se consideravelmente superiores para o aço ISO 5832-9 quando comparadas ao aço ASTM F 138. A resistência à corrosão localizada, avaliada pelo ensaio de polarização cíclica potenciodinâmica em meio fisiológico artificial naturalmente aerado, apresenta-se sensivelmente superior para o aço inoxidável ISO 5832-9 quando comparada ao aço inoxidável ASTM F 138. Vale ressaltar que foi realizada neste trabalho uma análise microestrutural, onde foi verificada a presença da fase Z no aço ISO 5832-9 que possui uma microestrutura composta basicamente de grãos austeníticos. Já o aço ASTM F 138 apresenta grãos alongados na direção de laminação, devido ao encruamento durante o processo de fabricação.

Oh et al. (2000) estudaram o comportamento da precipitação e da resistência à sensitização do aço inoxidável austenítico 316L(N) contendo diferentes concentrações de nitrogênio em uma condição de envelhecimento a 700 °C e trabalhado a frio em uma faixa de 0% (condição recozida) a 40% de redução em espessura. A precipitação dos carboneto $M_{23}C_6$ e dos compostos intermetálicos (fase χ , de Laves e σ), foram aceleradas pelo aumento dos níveis de deformação. O Nitrogênio em ligas deformadas retarda a precipitação inter e intragranular de carbonetos a baixos e altos níveis de deformação respectivamente, ao passo que este aumenta a quantidade relativa de fase χ . A avaliação quantitativa do grau de sensitização, utilizando testes com DL-EPR, indicam que níveis de deformação a frio até 20% acentuam o fenômeno de sensitização, ao passo que 40% suprime a sensitização para alguns tempos de envelhecimento. O aumento no teor de nitrogênio acelera a sensitização para níveis de deformação abaixo de 20%. Isto pode ser associado à distribuição homogênea de discordâncias e à menor tendência para recristalização exibida nestas ligas contendo maiores teores de nitrogênio.



Silva Neto et al. (2001) estudaram a cinética de precipitação dos aços inoxidáveis austeníticos com alto teor de nitrogênio, a partir do tratamento térmico de recozimento nas temperaturas de 600, 700, 800 e 900 °C (por 24 horas), seguido de resfriamento em água. Desta forma, buscou-se uma correlação entre o ciclo térmico de recozimento e a conseqüente precipitação nestes aços, tanto na matriz austenítica como nos contornos de grão. Por intermédio de microscopia ótica pôde-se avaliar as transformações de fases, presença de ferrita delta e quantidade de precipitados resultantes das diferentes temperaturas de recozimento. Pela análise por difração de raio-X, caracterizou-se carbonetos e fases intermetálicas. As principais conclusões obtidas foram: (1) A microestrutura do material no estado como recebido, solubilizado e laminado a quente, mostrou-se isenta de ferrita, no entanto a precipitação de nitretos se deve ao efeito da laminação. Em todas as temperaturas de recozimento ocorreu grande precipitação de nitreto de nióbio, de diferentes morfologias. A fase Z foi verificada nas amostras tratadas termicamente a 600 °C. Foi verificada a presença da fase χ nas temperaturas de 700 e 900 °C; (2) As temperaturas de 800 e 900 °C mostraram-se mais favoráveis à precipitação (fase χ , Cr₂N, NbN); (3) As temperaturas de recozimento causaram pequenas variações nas propriedades mecânicas. O material mostrou-se mais frágil após tratados a 900 °C; (4) Não foi verificada a presença de ferrita em nenhuma das condições de tratamento térmico realizadas.

2.4 FALHAS EM IMPLANTES ORTOPÉDICOS

As falhas de implantes ortopédicos ocorrem em uma porcentagem muito pequena dos casos. Porém, as conseqüências geralmente são desastrosas para o paciente. Portanto, deve-se tentar diminuir ao máximo a sua incidência. As cirurgias de revisão são mais difíceis, dispendiosas e apresentam uma porcentagem de insucessos sensivelmente maior que a primeira cirurgia. Um programa de acompanhamento de implantes, desenvolvido por um hospital de cirurgias especiais nos Estados Unidos, constatou pelo menos 31 casos de falha em um total de 800 próteses de quadril de aço inoxidável AISI 316L, ou seja, em 3,9% dos casos (GIORDANI et al., 2000; RIMNAC et al., 1991). Um estudo realizado por Cook em 1987, com 250 dispositivos de aço inoxidável para fixação de fraturas encontrou indícios de corrosão localizada

nas interfaces de 89% das placas e 88% dos parafusos utilizados (GIORDANI et al., 1999; COOK et al., 1987).

Exames fractográficos em implantes fraturados indicaram que componentes de aço inoxidável falham mais freqüentemente que componentes de ligas fundidas de Co-Cr-Mo ou titânio comercialmente puro. Uma possível explicação para isso é o fato de que as mudanças do pH nas regiões próximas ao implante afetam mais as propriedades de fadiga do aço inoxidável do que dos outros materiais (HUGLES et al., 1978).

As causas das falhas são objeto de controvérsias, uma vez que o sucesso da cirurgia depende, entre outros fatores, da adequação e qualidade do material, precisão do processo de fabricação, manuseio e técnicas cirúrgicas adequadas e a compreensão do paciente sobre as limitações do dispositivo implantado (WILSON et al., 1992). Do ponto de vista do material, as falhas podem ser classificadas em (1) mecânicas ou (2) corrosão. A figura 2.5 mostra esquematicamente, as principais falhas observadas em implantes (ZAVAGLIA, 1993).



Figura 2.5. Principais falhas observadas em implantes (ZAVAGLIA, 1993).

A falha mecânica é um problema antigo e muito grave que está longe de ser completamente resolvido, apesar dos significativos avanços alcançados. Ainda que,

evidentemente, qualquer tipo de falha mecânica seja indesejável, independentemente da sua origem, a fratura é o problema mais inquietante.

De maneira simplista, um componente fratura porque as tensões aplicadas excedem a resistência do material. A fratura é o resultado final do processo de deformação plástica, pode ser definida como uma separação completa, ou uma fragmentação de um sólido em duas ou mais partes, devido a aplicação de tensões. Existem dois tipos de variáveis que influenciam o comportamento mecânico de metais e ligas metálicas: (1) as variáveis metalúrgicas e (2) as variáveis externas ao material (GUIMARÃES, 1997).

a) Como *variáveis metalúrgicas* pode-se citar (1) o tamanho de grão e (2) a quantidade, forma, distribuição e natureza de partículas de segunda fase. Geralmente um mecanismo metalúrgico de endurecimento indicado para aumentar a resistência mecânica, poderá simultaneamente restringir a capacidade do material de deformar-se plasticamente, diminuindo a sua resistência à fratura. Além disso, durante o processo de fabricação ou no processamento do material, feitos em condições inadequadas, podem ocorrer a precipitação de fases secundárias e fragilização do material (FERREIRA, 1998; GUIMARÃES, 1997).

b) Como *variáveis externas* pode-se citar a (1) temperatura, (2) taxa de deformação, (3) estado de tensão e o (4) meio ambiente. A diminuição da temperatura ou o aumento da taxa de deformação tende a aumentar a resistência ao escoamento, provocando uma redução na tenacidade à fratura. Além disso, a possível presença de um concentrador de tensão cria regiões nas proximidades da ponta da trinca com estados triaxiais de tensões, o que restringe a deformação plástica, ou seja, tende a fragilizar o material. O estado de tensão exerce uma influência notável no comportamento mecânico e nos micromecanismos de deformação e fratura (FERREIRA, 1998; GUIMARÃES, 1997; HERTZBERG, 1996).

A tenacidade de um dado material é uma medida da energia antes e durante o processo de fratura. Assim a tenacidade indica a quantidade de trabalho que pode ser realizado sobre o material sem causar a sua fratura.

A tenacidade pode ser medida por diferentes ensaios, sob diferentes taxas de deformação. Dentre os ensaios tidos como convencionais, a tenacidade é mais comumente medida sob altas taxas de deformação como num ensaio de impacto.



MATERIAIS E MÉTODOS

EXPERIMENTAIS

Este capítulo tem como objetivo a descrição dos materiais, equipamentos e métodos experimentais utilizados durante o trabalho experimental. Foram realizadas análises da composição química, caracterização semi-quantitativa de precipitados e inclusões, ensaios de dureza Vickers, tenacidade à fratura (Charpy Instrumentado), microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura.

Cabe ressaltar, que este trabalho faz parte de um amplo projeto envolvendo dois grupos de trabalho, coordenados pelo professor Itamar Ferreira, do DEMA/FEM/UNICAMP e o professor Ruís Camargo Tokimatsu, do DEM/FEIS/UNESP. Alguns resultados obtidos pelos dois grupos serão compartilhados, com a finalidade de se realizar uma completa caracterização deste material.

3.1- MATERIAIS

O material utilizado como fonte de estudo deste trabalho foi o aço inoxidável austenítico ASTM F1586 (ISO 5832-9). Este aço foi produzidos pelas Industrias Villares S/A e fornecidos pela Baumer Ortopedia S/A – de Mogi Mirim(SP) - em forma de barras, laminadas à quente, de seção circular de 15,87 +/- 0,2mm de diâmetro, no estado solubilizado.



3.1.1 Processo de obtenção do aço ISO 5832-9

A Industria Villares S/A produziu, até o momento da entrega do material à Baumer, duas corridas deste aço, utilizando um forno de indução sob vácuo, num processo conhecido como V.I.M (*Vacuum Induction Melting*). O forno usado possui lote de produção normal de 2 toneladas. Das duas corridas produzidas a primeira delas foi descartada devido a presença de ferrita retida, utilizando-se então a segunda corrida.

A porcentagem de nitrogênio desejada neste material foi atingida pelo processo de refusão à vácuo sob escória elétrocondutora (ESR). Obtendo-se um lingote cilíndrico de 2 toneladas, com diâmetro de 15 polegadas e altura de 1,5 metros.

Segui-se então tratamento de solubilização do aço. A temperatura de solubilização foi determinada experimentalmente, onde testaram-se as temperaturas de 950, 1000, 1050, 1100 e 1150 °C durante 30 minutos, 1, 2 e 5 horas. Constituindo-se assim, num total de 20 condições. A temperatura utilizada para solubilização do aço foi de 1030 °C, durante 1 hora.

A faixa de temperatura de trabalho para plasticidade a quente foi determinada pelo ensaio de torção a quente (*Gleebo*). Assim, realizou-se forjamento mecânico em matriz aberta (*Blank*), na faixa de temperatura de 1210 a 980 °C. Posteriormente, o material foi laminado entre 1210 e 1150°C.

O lingote obtido inicialmente, foi primeiramente desbastado, e com a operação de forjamento obteve-se uma seção quadrada de 116 mm. Em seguida este aço foi laminado até o diâmetro de 16,87mm, 1mm maior que o diâmetro final desejado. O acabamento final foi obtido por intermédio de uma descascadeira, onde foram removidas as carepas e pequenas imperfeições superficiais, para a obtenção do diâmetro final de 15,87 +/- 0,2mm.

Após a obtenção final das barras fornecidas no estado solubilizado, realizou-se, na Villares, análise metalográfica; utilizando microscópico ótico para determinação de tamanho de grão e presença de ferrita. Foram realizados ainda, ensaios de dureza, tração, teste de corrosão ISO 3651/2, além de análise química utilizando Microscópio Eletrônico de Varredura. Verificando-se assim, as condições estabelecidas pela norma ISO 5832-9.



3.1.2 Análise da Composição Química

A Tabela 3.1 apresenta a composição química do aço inoxidável ISO 5832-9 (1992), no estado solubilizado, como fornecido pelo fabricante, realizada pelo Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM), UFSCar/UNESP.

Tabela 3.1 . Composição química do aço ISO 5832-9.

COMPOSIÇÃO QUÍMICA , % EM PESO EM BALANÇO COM O FERRO												
Aço ISO 5832-9	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	S	P	Cu	N	Fe
Norma (mínima)	-	-	2,0	9,0	19,5	2,0	0,25	-	-	-	0,25	restante
Norma (máxima)	0,08	0,75	4,25	11,0	22,0	3,0	0,80	0,01	0,025	0,25	0,5	restante
CCDM	0,0316	0,03	3,83	11,6	22,6	2,41	0,42	0,0026	0,023	0,05	0,291	restante

Assim verifica-se que o aço utilizado neste trabalho, está com sua composição química em porcentagem de peso dentro dos limites estabelecidos pela norma.

3.1.3 Condições Estudadas

Para o aço inoxidável ISO 5832-9, além da condição *como recebido*, foram estudadas mais 2 condições como deformada 20% e recozidas em temperaturas de 1000 e 1200 °C e 12 condições como deformada 20% e recozidas em temperaturas entre 600 e 900 °C , totalizando 15 condições, como ilustra a Figura 3.1. As temperaturas e tempos de tratamento foram definidos com base na literatura.

Para o estudo dos efeitos da deformação plástica a frio, as barras cilíndricas do material na condição *como recebido*, foram serradas em pedaços de aproximadamente 1000 mm, marcadas a tinta em trechos de aproximadamente 300 mm, para controle do grau de deformação em diferentes pontos da barra e deformadas por tração em temperatura ambiente, com 20% de alongamento, em uma máquina de tração Heckert com capacidade de 400 kN.

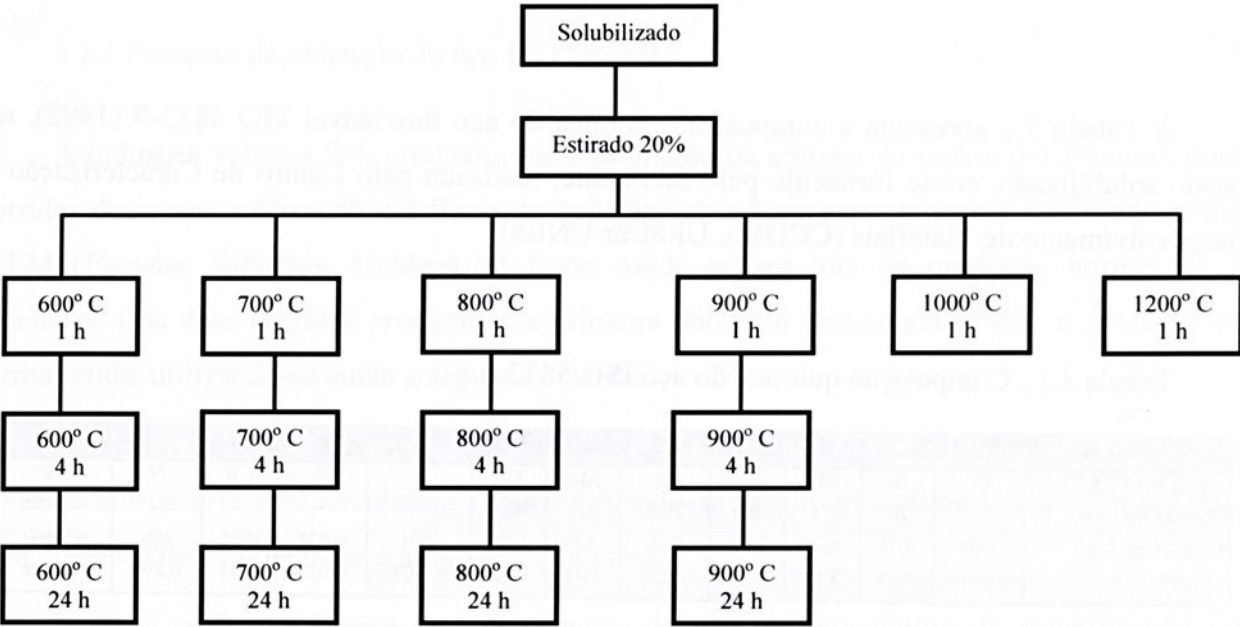


Figura 3.1. Representação esquemática das condições em estudo do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9.

O controle do grau de deformação foi feito através de um sistema de relógios comparadores fixados na própria barra do material e da observação do deslocamento das garras da máquina em relação às suas colunas. Após a deformação as barras foram medidas ao longo de todo o seu comprimento com um paquímetro Mitutoyo com precisão de 0,05 mm. O processo de deformação realizado apresentou resultados satisfatórios em relação ao grau e homogeneidade da deformação, todavia, as extremidades e eventualmente outros trechos que apresentaram desvios detectados durante a medição foram descartados.

A deformação por tração foi escolhida por ser nesta condição, ou seja 20%, uma deformação uniforme, com boa homogeneidade, e representativa na simulação dos efeitos da deformação plástica efetivamente realizada na produção dos implantes.

Os corpos de prova foram retirados no sentido longitudinal das barras cilíndricas do materiais deformados ou não, e usinados com refrigeração abundante em fresadoras e/ou plainas garantindo boa uniformidade dimensional das amostras. Todas as medidas de tenacidade foram realizadas em corpos de prova *Charpy V*.

Para o estudo dos efeitos do recozimento em altas temperaturas, os corpos de prova, confeccionados com material previamente deformado por tração, em temperatura ambiente, com 20% de alongamento, através do procedimento descrito anteriormente, foram submetidos a aquecimento em um forno mufla EDG, microprocessado, durante 60 minutos, nas temperaturas de 1000 e 1200, °C, seguido de resfriamento em água à temperatura ambiente, totalizando 2 condições. A deformação prévia de 20% foi utilizada para favorecer a recristalização do material durante o recozimento.

Para o estudo da fragilização e/ou sensitização induzida por tratamento térmico, os corpos de prova Charpy V, também confeccionados com o material previamente deformados em 20% de alongamento foram submetidos à aquecimento em um forno mufla EDG, microprocessado, nas temperaturas de 600, 700, 800 e 900 °C, durante 60 minutos, 4 horas e 24 horas, seguido de resfriamento em água em temperatura ambiente, totalizando 12 condições.

3.2- METODOLOGIA

Os ensaios mecânicos foram realizados no Laboratório de Caracterização Mecânica do DEM/FEIS/UNESP, em uma máquina de ensaio Charpy instrumentada, e em uma máquina Charpy Instrumentada da marca INSTRON WOLPERT P30, no departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de São Carlos, campus da Universidade de São Paulo, USP. Todas as medidas de tenacidade foram feitas em corpos de prova de 10x10x55mm entalhados, com raio de ponta de 0,25mm.

A máquina de ensaio Charpy instrumentada que foi utilizada é munida de um transdutor de força e de um sistema de aquisição de sinais. Nesta máquina foram medidos simultaneamente dois parâmetros de tenacidade: a energia absorvida Charpy e a tenacidade a fratura.

Para o aço ISO 5832-9 estudou-se a influência das microestruturas resultantes do tratamento de solubilização e forjamento (simulação do processo) na tenacidade, medida na presença de um entalhe arredondado de raio de ponta de 0,25mm, obtido por usinagem em fresadora. O propósito é avaliar se é realmente necessário a realização do tratamento de solubilização após a operação de forjamento.



As análises micrográficas foram realizadas em duas diferentes instituições:

- Microscopia ótica: será realizada no Laboratório de Microscopia do DEM/FEIS/UNESP, utilizando um microscópio ótico da marca Carl Zeiss, modelo Neophot 21; no Laboratório de Caracterização de Materiais da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP, utilizando um microscópio óptico Neophot 32.
- Microscopia eletrônica de varredura: executada no Laboratório de Caracterização de Materiais da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP, num Microscópio Eletrônico de Varredura marca Jeol, modelo JXA-840A

3.2.1 Ensaio de Impacto Charpy

Como se sabe, as próteses das extremidades inferiores do corpo humano, como por exemplo a prótese total de quadril, podem experimentar impactos mecânicos da ordem de duas, três ou até mais vezes o peso do indivíduo. Deste modo, é importante que material utilizado na fabricação da prótese tenha uma adequada resistência ao impacto.

Os ensaios de impacto, são assim denominados por serem ensaios dinâmicos, onde altas taxas de deformação estão envolvidas. A resposta a esse tipo de solicitação é expressa através de uma função transiente no tempo. Os ensaios Charpy e Izod são refinamentos de ensaios que foram desenvolvidos no início do século XX (DIETER, 1988). Nesses ensaios, que atualmente são considerados clássicos, corpos de prova entalhados são ensaiados a uma temperatura conhecida em uma máquina pendular. Os resultados são apresentados em termos de energia absorvida pelo corpo de prova durante o impacto em função da temperatura. Apesar de muitos ensaios diferentes terem sido desenvolvidos para o estudo de fraturas, os resultados obtidos através do ensaio Charpy representam um indicador importante na seleção de materiais.

A principal medida é a energia absorvida para fraturar o corpo de prova numa dada temperatura. Entretanto, é importante compreender que a energia absorvida no ensaio Charpy é apenas um parâmetro qualitativo, sem utilização direta nos cálculos de projetos em engenharia. Neste ensaio não há medidas em termos do nível de tensão, o que dificulta correlacionar a energia absorvida com o desempenho em serviço.



A filosofia do projeto, baseada no ensaio Charpy, se restringe a selecionar um material que possua suficiente tenacidade ao entalhe quando sujeito a condições severas de serviço, de modo que a capacidade do componente estrutural em suportar o carregamento possa ser calculada pelos critérios convencionais da resistência dos materiais, sem considerar, de forma quantitativa, as propriedades de fratura do material ou os efeitos de concentração de tensões provocadas pelas trincas. Assim, a estratégia de projeto para controle da fratura, segundo essa filosofia, visa simplesmente que o componente operará no patamar superior, isto é, acima da temperatura de transição dúctil-frágil. O objetivo é evitar a fratura de caráter frágil. No entanto, esse procedimento não impede a ocorrência da fratura, pois mesmo no patamar superior da curva de transição a tenacidade dos materiais é finita.

Desde a década de 60, muitos pesquisadores vêm estudando métodos para determinar um parâmetro denominado tenacidade à fratura dinâmica, a partir de ensaios de impacto. Nestes casos, normalmente, obtém-se curvas do tipo força x tempo a partir de ensaios dinâmicos instrumentados, tais como Charpy, queda de peso, e tração dinâmica. Entre estes, uma modificação do ensaio Charpy clássico vem recebendo grande atenção e surgiu como uma alternativa promissora, mesmo apresentando inúmeras complicações relacionadas à instrumentação.

Geralmente, a instrumentação consiste em transformar o martelo do pêndulo Charpy em uma célula de carga por intermédio de extensômetros. Isso possibilita obter mais informações acerca do ensaio. Essencialmente, o ensaio consiste em registrar o sinal do martelo pendular em um osciloscópio digital com memória, em forma de força x deflexão, comumente determinado em ensaios de flexão monotônica. Na análise da curva obtida no ensaio Charpy instrumentado é preciso considerar algumas particularidades devido às altas taxas de deformação inerentes aos ensaios de impacto. Assim, além da energia, o ensaio fornece a variação da carga aplicada durante o impacto com o tempo.

O resultado de um impacto é um pulso de curta duração. Este pulso pode ser, para efeito de análise do sinal, considerado como uma entrada do tipo degrau, de amplitude igual à força de impacto e tempo de duração igual ao tempo da propagação da trinca até a ruptura completa do corpo de prova. A carga que atua sobre o corpo de prova durante o impacto pode ser avaliada através de medidas de deformação ou força, registrados em um osciloscópio ou qualquer outro instrumento de resposta rápida. O deslocamento do corpo de prova durante o impacto pode ser medido diretamente, mas normalmente um diagrama força vs tempo é plenamente satisfatório e, se



for necessário, é possível obter-se um diagrama força vs deflexão a partir de um diagrama força vs tempo (RODRIGUES, 2001).

O sistema de medida, basicamente, compreendeu-se no transdutor de força, no condicionador de sinais, no osciloscópio digital e no microcomputador. A Figura 3.2 ilustra de maneira esquemática a seqüência das ligações. Uma fotografia do aparato experimental fornece um panorama da montagem, como pode ser visto na Figura 3.3.

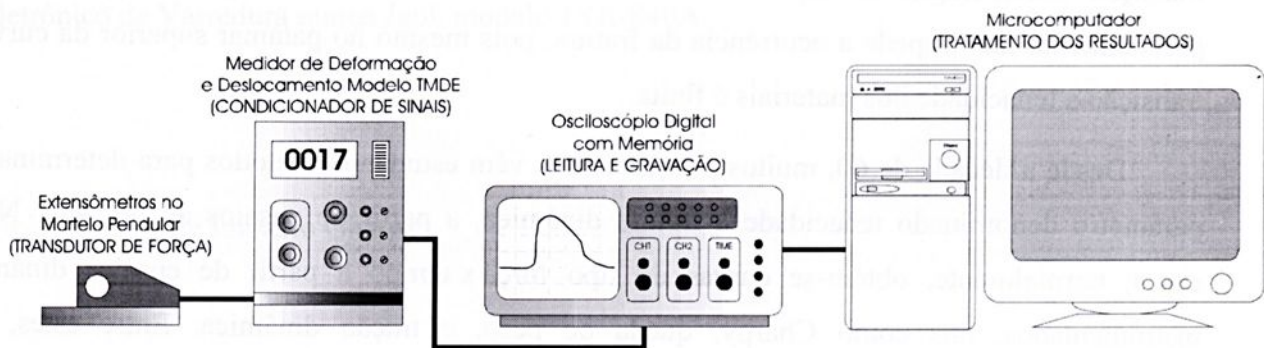


Figura 3.2. Desenho esquemático do sistema de medida utilizado na etapa 1 do trabalho.

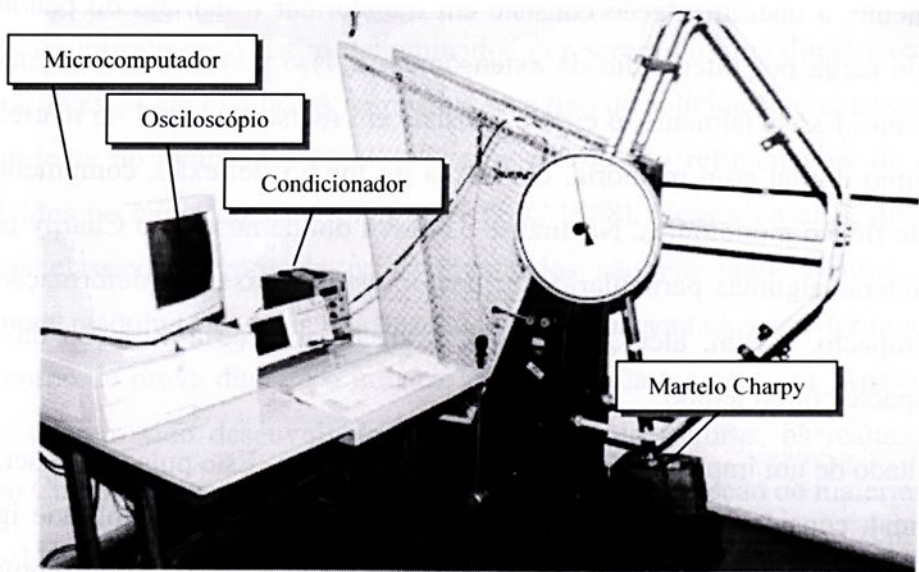


Figura 3.3. Montagem experimental empregada na etapa 1 do trabalho.

Extensômetros elétricos de resistência, colados no martelo, são responsáveis pela transformação do sinal, que é transmitido ao próximo elemento do sistema de medida, o

condicionador e amplificador de sinais. Maiores detalhes do processo de instrumentação serão apresentados adiante.

O sistema de condicionamento e aquisição do sinal corresponde ao conjunto dos aparelhos eletrônicos responsáveis pela excitação, leitura, amplificação e digitalização do sinal da célula de carga. Dessa forma, os componentes deste conjunto são o condicionador da célula de carga e o osciloscópio digital.

O condicionador da célula de carga é composto por uma fonte estabilizadora para o fornecimento da tensão de entrada ao circuito de extensômetros, um amplificador para o tratamento do sinal de saída do circuito e um indicador para leitura do valor da tensão de saída. Em síntese, este equipamento faz a excitação e leitura do sinal de tensão proveniente da célula de carga, o amplifica e o deixa disponível para o sistema de aquisição.

O osciloscópio digital responde pela digitalização em alta velocidade do sinal voltagem vs tempo e o armazena em uma memória do tipo RAM. O microcomputador procede a leitura e o tratamento numérico do sinal, por meio das curvas força vs tempo.

Dos equipamentos citados, o amplificador e o osciloscópio são os que promovem o condicionamento e a leitura do sinal, montados em série. A fonte fornece energia ao sistema e é utilizada apenas para alimentação do circuito. O osciloscópio é um equipamento de alto desempenho especialmente voltado para medidas de sinais dinâmicos. O equipamento crítico da cadeia é o amplificador, que é um condicionador de sinais cuja resposta é dependente da frequência do sinal de entrada e da sua própria resposta.

3.2.2 MICROSCOPIA ÓTICA

A microscopia ótica do aço inoxidável ISO 5832-9 foram realizada para todas as condições em estudo, ou seja, na condição como recebido e para nas 2 condições recozidas em temperaturas entre 1000 e 1200 °C e 12 condições recozidas em temperaturas entre 600 e 900°C, totalizando 15 condições. Foram utilizado um banco metalográfico Neophot 21 e um banco metalográfico Neophot 32. Foram realizadas análises do tamanho de grão, pelo método da



interceptação linear, segundo a norma ASTM E112-9. As amostras foram todos submetidos ao ataque eletrolítico com ácido nítrico (HNO_3) a 60%.

3.2.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Foram realizadas, análises fractográficas das superfícies de fratura dos corpos de prova que foram submetidos aos ensaios de tenacidade à fratura em um Microscópio Eletrônico de Varredura Jeol JXA-840A

3.2.4 ENSAIOS DE DUREZA

Foram realizadas 5 medidas de dureza na seção longitudinal dos corpos de prova Charpy, após serem rompidos, em seguida foram lixados, para melhorar o acabamento superficial.

As medidas de dureza Vickers foram efetuadas aplicando-se uma carga de 30kgf nos corpos de prova, por aproximadamente 20 segundos, utilizando um durômetro HPO 250.

A expressão de recorrência para o cálculo da dureza é dada por:

$$HV = \frac{1,8544 \cdot Q}{L^2}$$



RESULTADOS

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados de microscopia ótica, dureza Vickers, tenacidade à fratura e microscopia eletrônica de varredura.

4.1 - ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA

A Tabela 4.1 mostram os resultados dos ensaios de tenacidade à fratura clássica do aço inoxidável ISO 5832-9, na condição *como recebido*, deformado a frio em 20% e submetidos a tratamento térmico de envelhecimento por 1 hora e posteriormente resfriados em água a 1000 e 1200°C, a partir das amostras deformadas em 20%, realizados no laboratório de ensaios mecânicos da FEIS / UNESP.

Os resultados mostram valores decrescentes da tenacidade à fratura para as 2 primeiras condições, decorrentes da maior restrição à deformação plástica característica do encruamento. Para os dois outros casos temos um aumento acentuado dos valores da tenacidade à fratura, em relação à sua condição inicial. Este efeito ocorre devido ao envelhecimento que altera os efeitos do encruamento e diminui as restrições à deformação plástica. A tendência de aumento dos valores de energia absorvida com o aumento da temperatura de envelhecimento, pode ser atribuído ao crescimento do tamanho de grão.

Tabela 4.1. Resultados dos ensaios de tenacidade à fratura do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, na condição *como recebido*, deformado a frio em 20% e submetido a tratamento de envelhecimento após deformação plástica .

CONDIÇÃO	ENERGIA CLASSICA (J)	DESVIO PADRÃO
Solubilizados	209	1
Estirado a frio em 20%	83	5
1000° C – 1 hora	222,0	4
1200° C – 1 hora	298	1

A tabela 4.2 mostra, os resultados dos ensaios de tenacidade à fratura do aço inoxidável ISO 5832-9, submetido ao tratamento de envelhecimento por 60 minutos, 4 horas e 24 horas, em temperaturas de 600 a 900 °C, seguido de resfriamento em água, a partir de amostras deformadas em 20%, realizados nos laboratórios da USP/São Carlos.

Os resultados não mostram variações significativas dos valores da tenacidade à fratura para o material tratado em 600 e 700 °C e redução acentuada dos valores para o material tratado em 800 e 900 °C, em relação à sua condição inicial. O que se viu foi uma diminuição da tenacidade à fratura com relação ao tempo de tratamento.

As amostras tratadas em 600 e 700 °C não apresentaram variações significativas dos valores da tenacidade à fratura, provavelmente, por serem estas temperatura desfavoráveis à formação de fases intermetálicas como a fase qui (χ) e fase de Laves (η).

O material tratado em 800 °C apresentou maior diminuição dos valores da tenacidade à fratura com o aumento do tempo de tratamento. A análise da microestrutura do material por microscopia eletrônica de transmissão, realizadas por ÖRNHAGEN et al. (1996) em amostras tratadas por 4 horas na mesma temperatura, confirmam a ocorrência de fase qui (χ). De acordo com o diagrama da Figura 2.4, que não representa exatamente o material em estudo, mas é uma ótima referência para o presente caso, esta temperatura seria propícia para a formação de fase de Laves (η). Entretanto, não foram detectados nenhum indício desta fase. Segundo PADILHA &

GUEDES (1994) a fase de Laves (η) provoca aumento da resistência mecânica e diminuição da tenacidade à fratura.

Tabela 4.2. Resultados dos ensaios de tenacidade à fratura do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9, recozido em temperaturas de 600 a 900 °C, por 60 minutos, seguido de resfriamento em água, a partir de amostras deformadas em 20%.

CONDIÇÃO	ENERGIA CLASSICA (J)	DESVIO PADRÃO
Solubilizados	200	39
600° C – 1 hora	116,4	0,8
600° C – 4 horas	109	10
600° C – 24 horas	99	2
700° C – 1 hora	119	8
700° C – 4 horas	89	2
700° C – 24 horas	45	3
800° C – 1 hora	98	4
800° C – 4 horas	65	2
800° C – 24 horas	25	1
900° C – 1 hora	130	4
900° C – 4 horas	151	11
900° C – 24 horas	67	6

Desse modo, existem indícios de que a fragilização observada nas amostras tratadas em 800 e 900 °C foi provocada pela fase qui (χ). A diferença na distribuição e morfologia para as duas condições poderia ser explicada pela diferença na temperatura de precipitação. De acordo com PADILHA & GUEDES a fase qui (χ) pode ser coerente com a matriz. A nucleação homogênea é esperada quando um precipitado é coerente com a matriz. Além disso, em

temperaturas mais baixas a precipitação seria mais fina e dispersa. Estas observações não são conclusivas, mas somam-se às observações metalográficas e relatos na literatura.

Esses resultados são compatíveis com os resultados observados por ÖRNHAGEN et al. (1996), que verificou a temperatura de pico da precipitação da fase χ em 800°C, utilizando o ensaio Charpy.

A comparação dos valores da tenacidade à fratura com os valores do limite de escoamento possibilita uma visão mais completa dos efeitos dos tratamentos térmicos e deformação plástica a frio sobre a resistência mecânica do material. Guimarães, 2001 observou que o material na condição *como recebido* apresenta um bom equilíbrio entre os valores da tenacidade à fratura e do limite de escoamento. Esta característica é acompanhada pelo material tratado em 600 °C durante 24 horas, a partir de amostras na condição *como recebido*. O material tratado em 700 °C nas mesmas condições, manteve o valor da tenacidade à fratura da sua condição inicial, mas apresentou queda do limite de escoamento. O material tratado em 800 °C nas mesmas condições, apresentou redução acentuada da tenacidade à fratura e pequena redução do limite de escoamento. O material tratado a 900 °C nas mesmas condições, apresentou diminuição sensível tanto do limite de escoamento, quanto dos valores da tenacidade à fratura .

O material deformado a frio apresentou um aumento muito grande do limite de escoamento em detrimento dos valores da tenacidade à fratura , enquanto que o material recozido em temperaturas entre 1100 e 1200 °C apresentou grande diminuição do limite de escoamento e aumento dos valores da tenacidade à fratura , para temperaturas acima de 1200 °C.

Abaixo são apresentados os gráficos obtidos nos ensaios de tenacidade à fratura realizados em uma máquina de ensaio Charpy instrumentado da marca INSTRON WOLPERT P30, localizada no Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de São Carlos, campus da Universidade de São Paulo - USP. O martelo pendular dessa máquina possui uma ponte simétrica de extensômetros elétricos de resistência, devidamente protegidos, posicionados em lados opostos do cutelo. A aquisição dos dados e o tratamento dos resultados são efetuados pelo programa *Labview* da *National Instruments*. O sistema de medida opera a um *rise time* de 350ns, amplificação de até 100 vezes e tensão de excitação do circuito em ponte variando entre 2,5 e 10V. Possui filtros para minimizar ruídos com ampla faixa de frequências de corte.



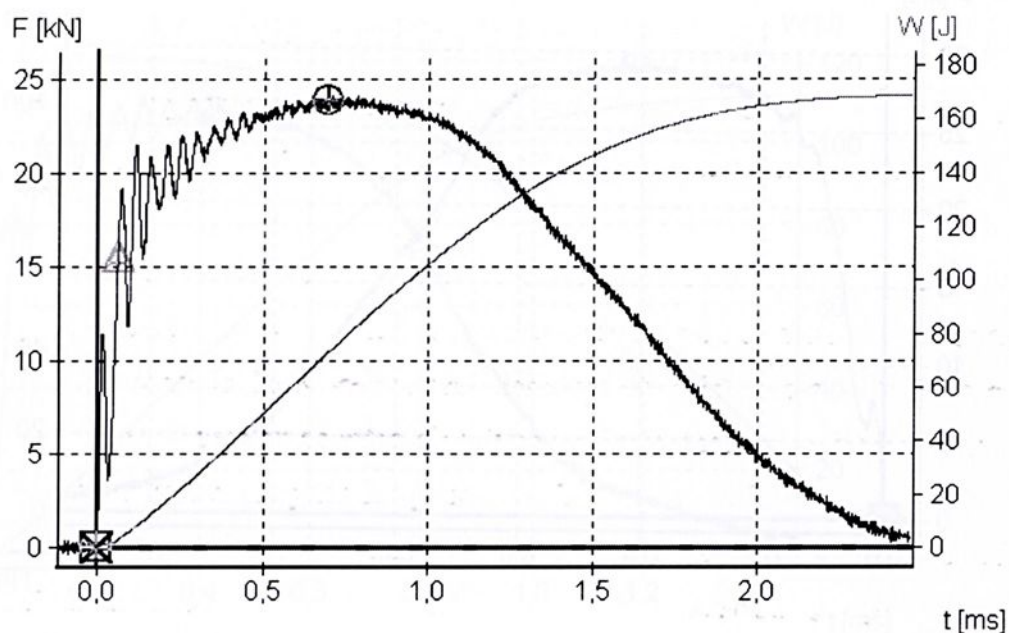


Figura 4.1. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo para o aço ISO 5832-9 na condição como recebido do fabricante(solubilizado).

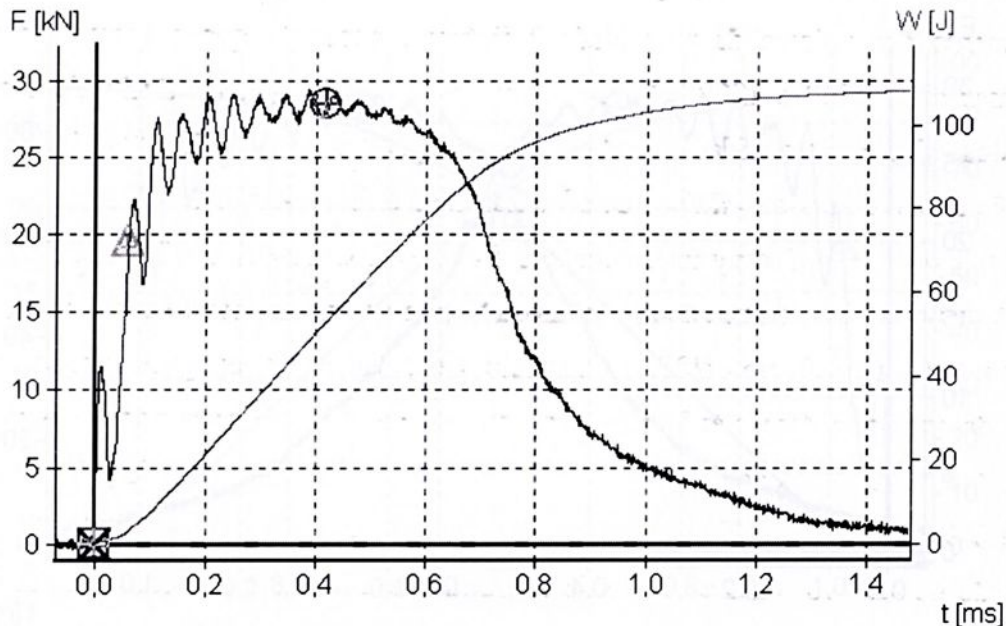


Figura 4.2. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 1 hora a 600 °C após deformação em 20%.

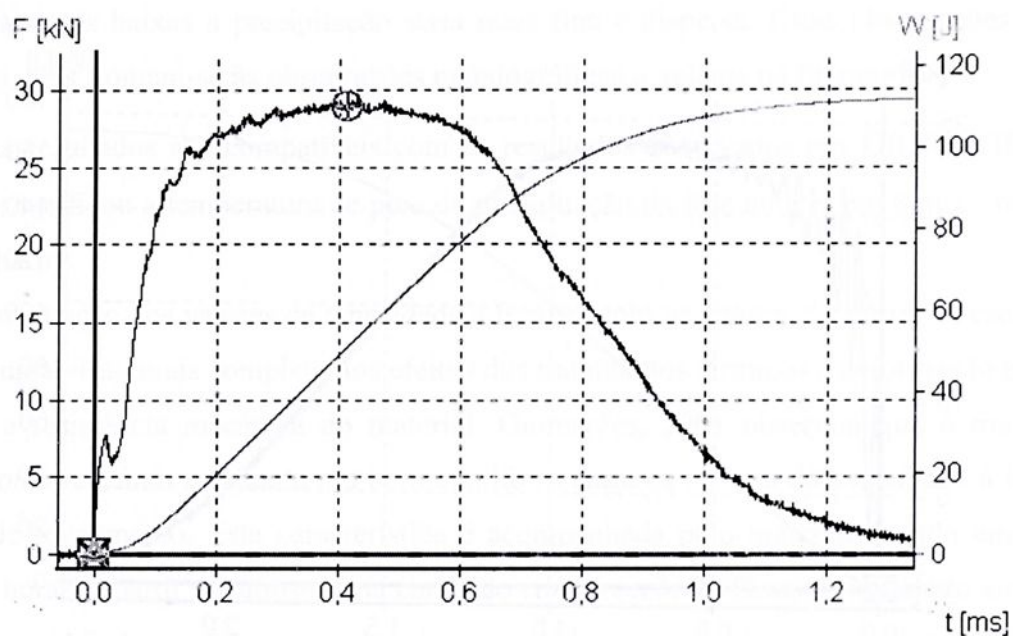


Figura 4.3. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 4 horas a 600 °C após deformação em 20%.

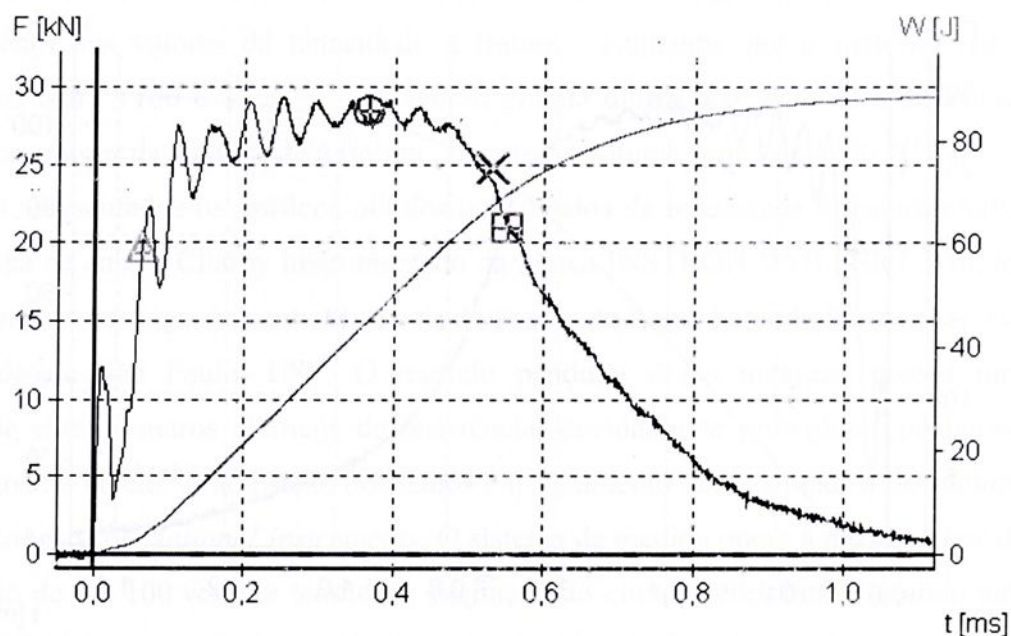


Figura 4.4. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 24 horas a 600 °C após deformação em 20%.

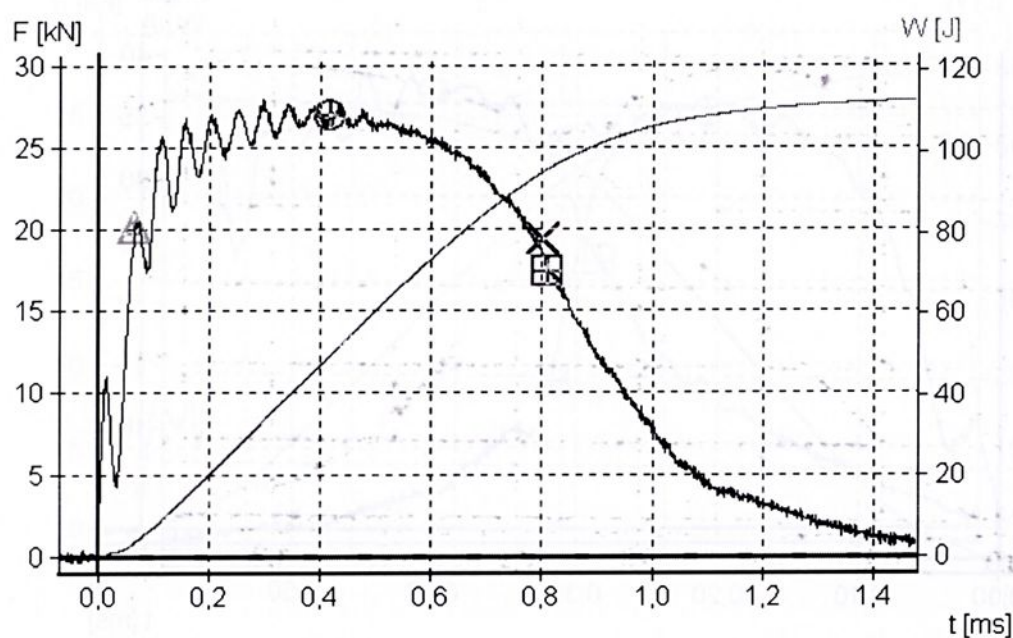


Figura 4.5. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 1 hora a 700 °C após deformação em 20%.

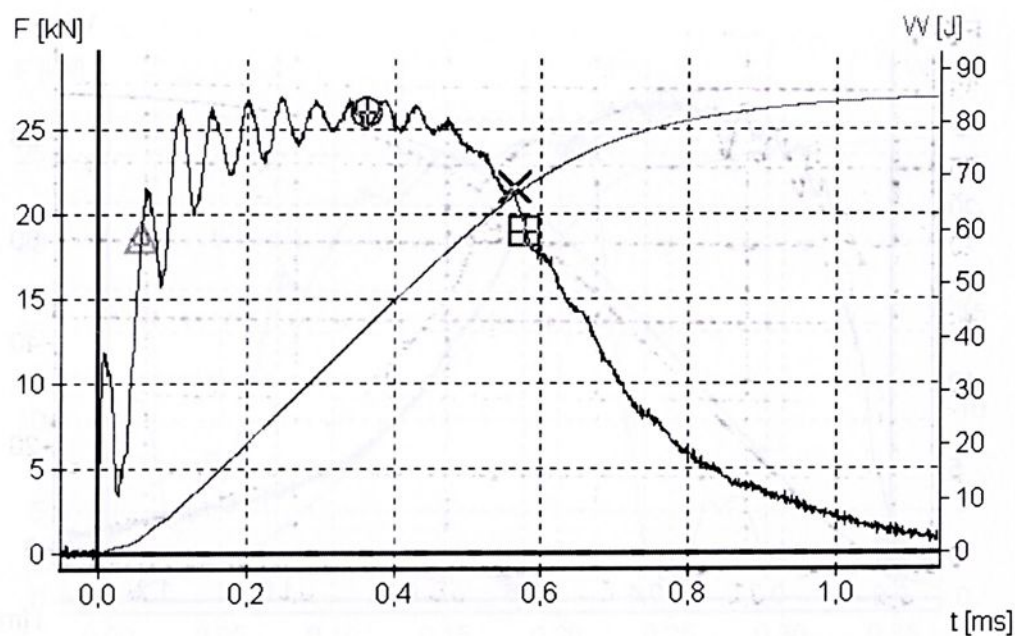


Figura 4.6. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 4 horas a 700 °C após deformação em 20%.

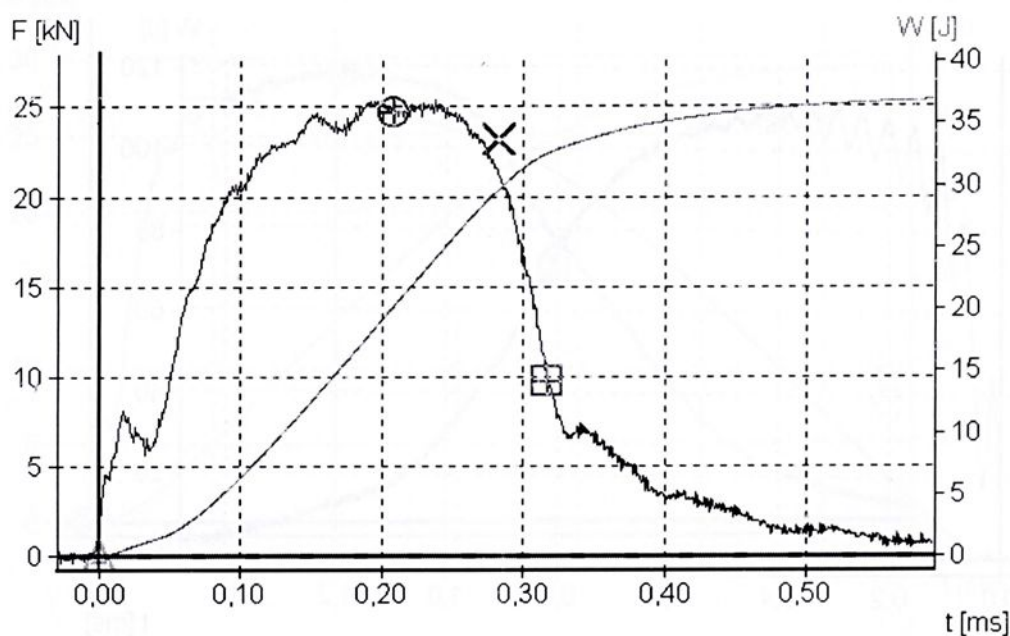


Figura 4.7. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 24 horas a 700 °C após deformação em 20%.

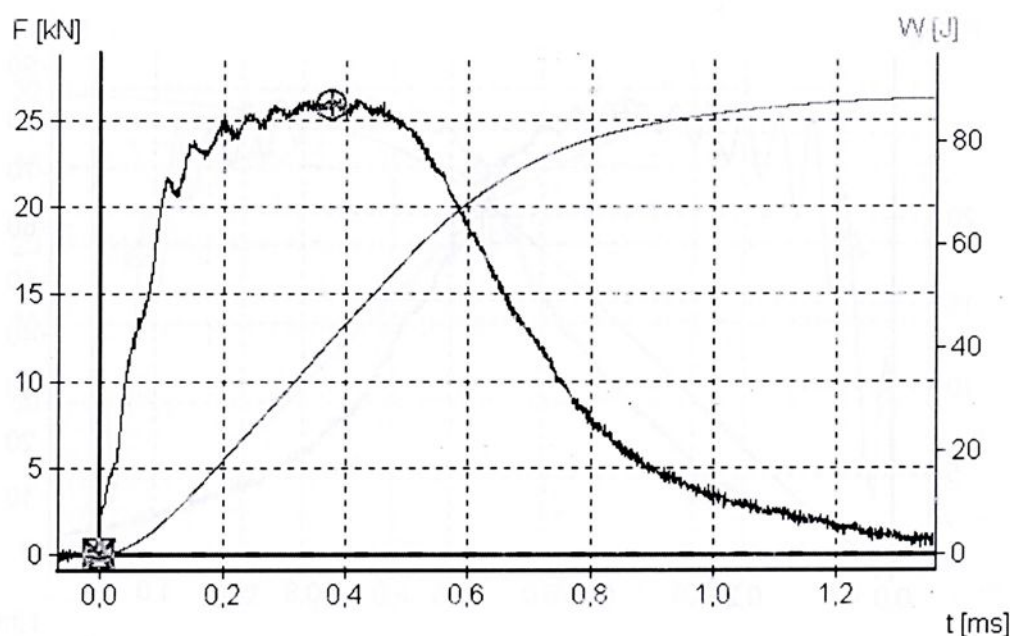


Figura 4.8. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 1 hora a 800 °C após deformação em 20%.

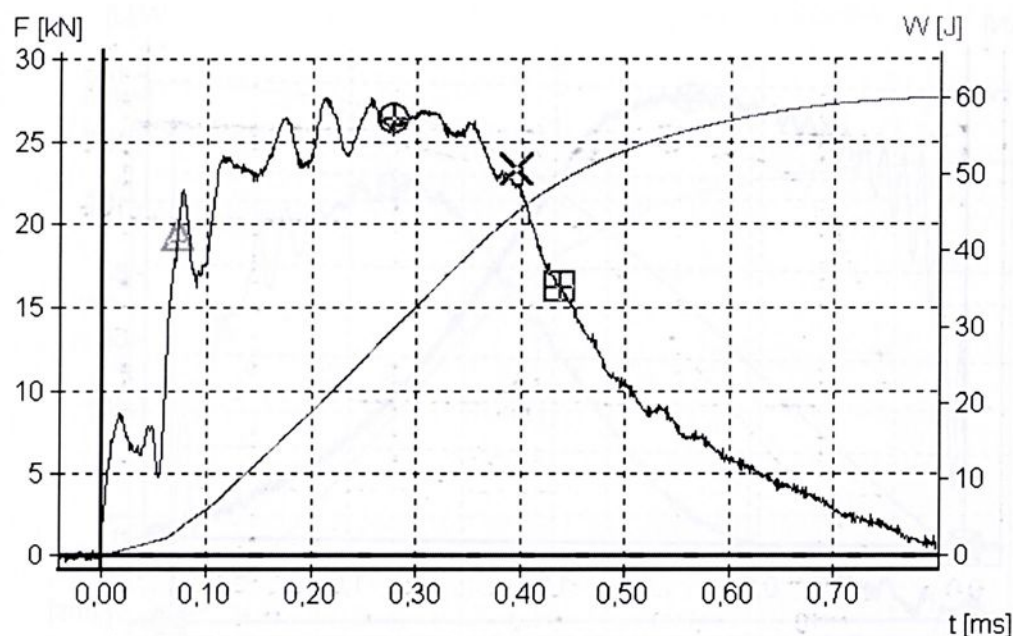


Figura 4.9. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 4 horas a 800 °C após deformação em 20%.

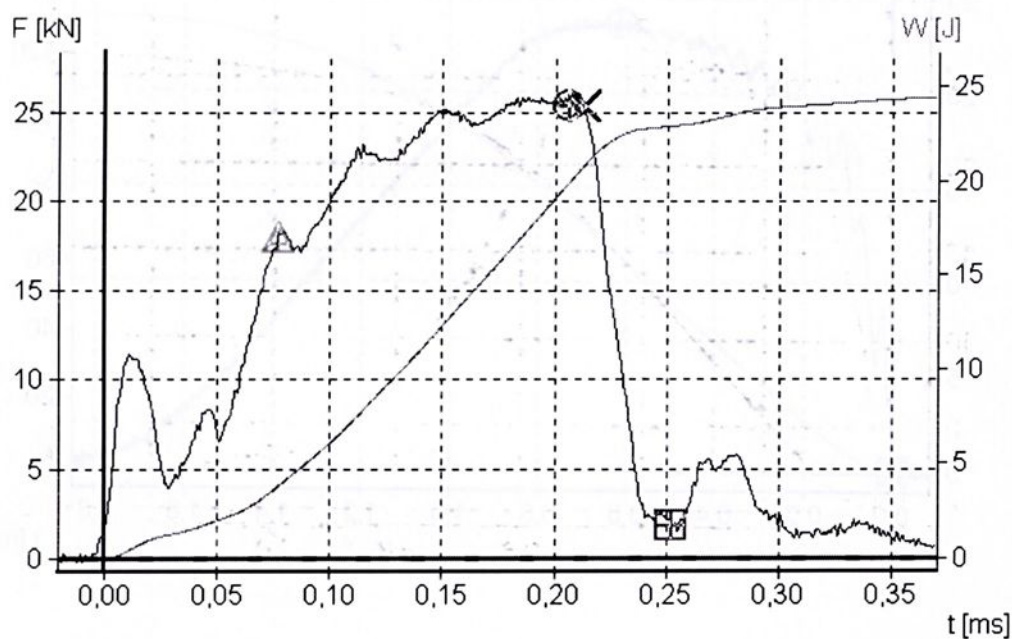


Figura 4.10. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 24 horas a 800 °C após deformação em 20%.

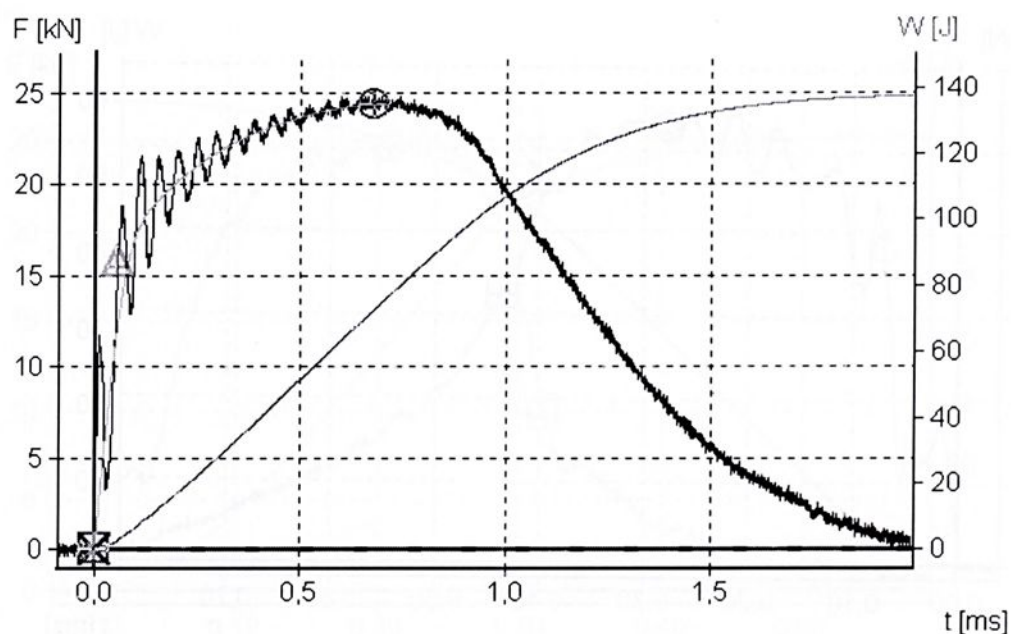


Figura 4.11. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 1 hora a 900 °C após deformação em 20%.

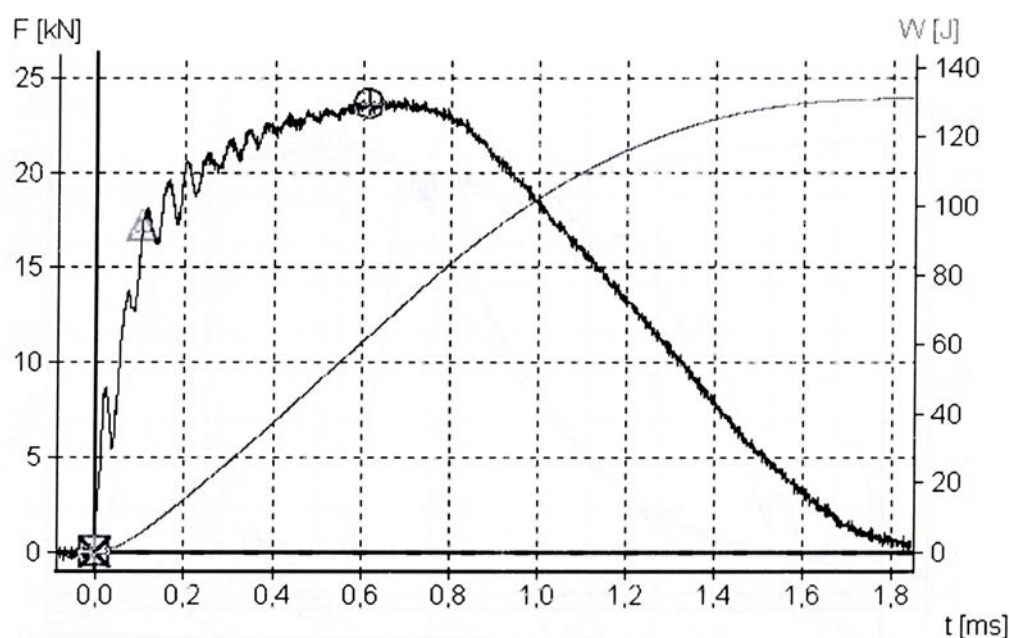


Figura 4.12. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 4 horas a 900 °C após deformação em 20%.

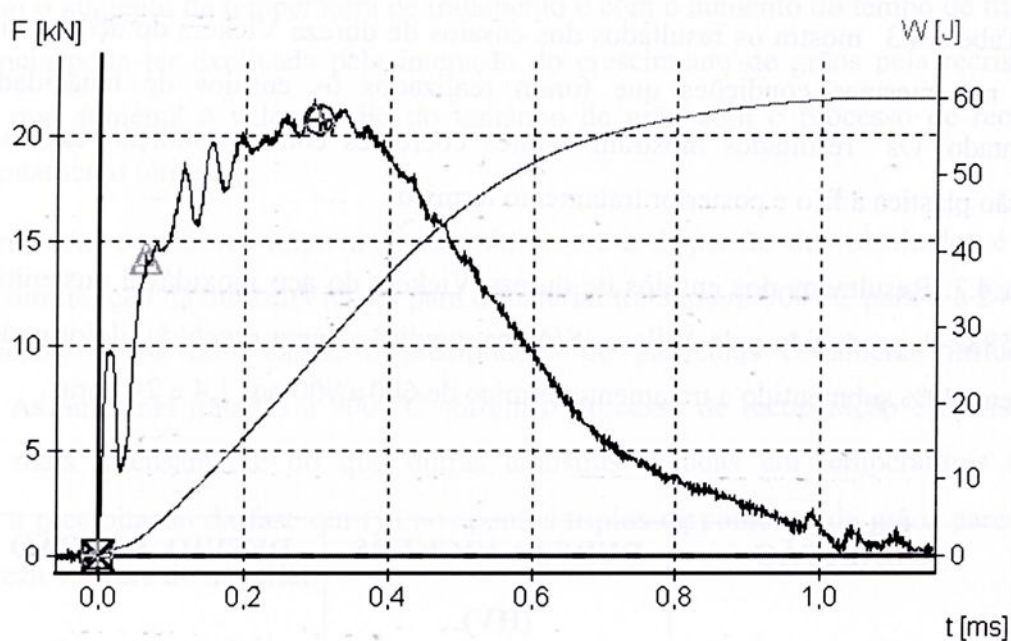


Figura 4.13. Curva resultante do ensaio Charpy V, Força x Tempo, para o aço ISO 5832-9 aquecido por 24 horas a 900 °C após deformação em 20%.

4.2 - ENSAIO DE DUREZA

A Tabela 4.3 mostra os resultados dos ensaios de dureza Vickers do aço inoxidável ISO 5832-9 nas mesmas condições que foram realizados os ensaios de tenacidade Charpy instrumentado. Os resultados mostram valores coerentes com a condição encruada após a deformação plástica a frio e posterior tratamento termico.

Tabela 4.3. Resultados dos ensaios de dureza Vickers do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9, produzido pela Villares S/A, na condição *como recebido*, deformado a frio em 20% submentido a tratamento termico de 600 a 900 por 1,4 e 24 horas.

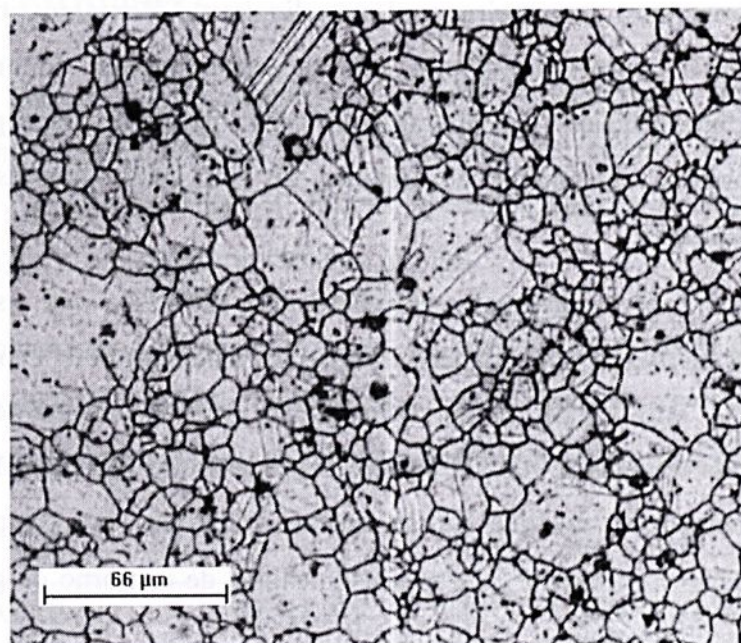
CONDIÇÃO	DUREZA VICKERS (HV)	DESVIO PADRÃO
Solubilizados	274	6
Estirado a frio	350	4
600° C – 1 hora	366	14
600° C – 4 horas	382	10
600° C – 24 horas	368	12
700° C – 1 hora	340	3
700° C – 4 horas	346	11
700° C – 24 horas	339	5
800° C – 1 hora	335	5
800° C – 4 horas	347	12
800° C – 24 horas	343	4
900° C – 1 hora	250	12
900° C – 4 horas	247	9
900° C – 24 horas	274	6

Os resultados mostraram de maneira geral, uma ligeira tendência de diminuição da dureza Vickers com o aumento da temperatura de tratamento e com o aumento do tempo de tratamento. Esta tendência pode ter explicada pela interação do crescimento de grãos pela recristalização secundária que aumenta o valor médio do tamanho de grão com o processo de recuperação durante o tratamento térmico.

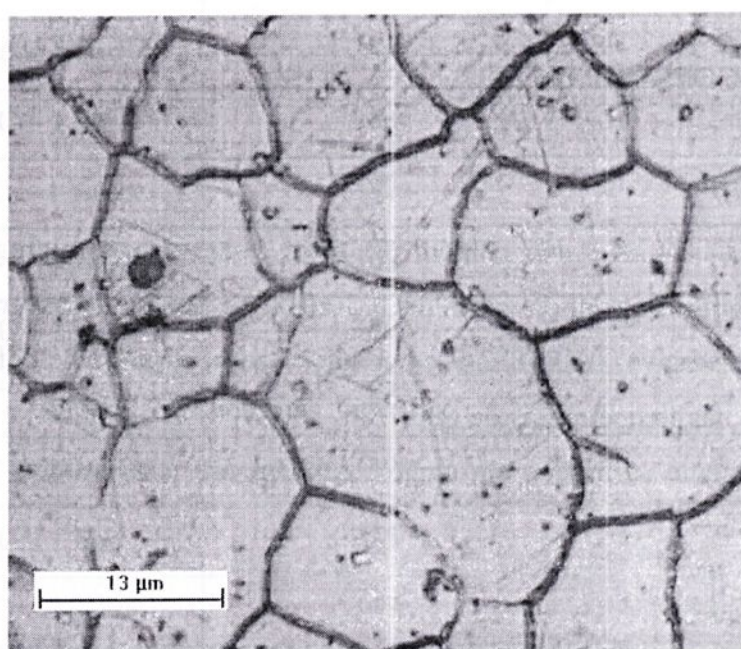
Mesmo com os valores relativamente próximos e a dispersão dos resultados é possível constatar a diminuição da dureza Vickers para o material tratado em 900 °C para 4 e 24 horas de envelhecimento. Nos dois casos, a precipitação de partículas certamente influencia os resultados. As amostras tratadas a 900 °C sofrem o processo de recuperação e recristalização secundária mais intensamente do que outras amostras tratadas em temperaturas menores. Entretanto, a precipitação da fase χ nos pontos triplos de contorno de grãos parece pouco afetar a dureza Vickers do material.

4.3 - MICROSCOPIA OPTICA

As Figuras 4.14 a 4.28 , que contém 30 fotos, mostram as micrografias obtidas por microscopia ótica, ataque eletrolítico com HNO_3 a 60%, no sentido transversal e à direção de laminação , do aço inoxidável ISO 5832-9 na condição como recebido e deformado em 20% e tratado termicamente nas temperaturas de 600, 700, 800, 900 °C variando-se o tempo em 1, 4 e 24 horas e posteriormente resfriados em água e também nas temperaturas de 1000 e 1200°C durante 1 hora.

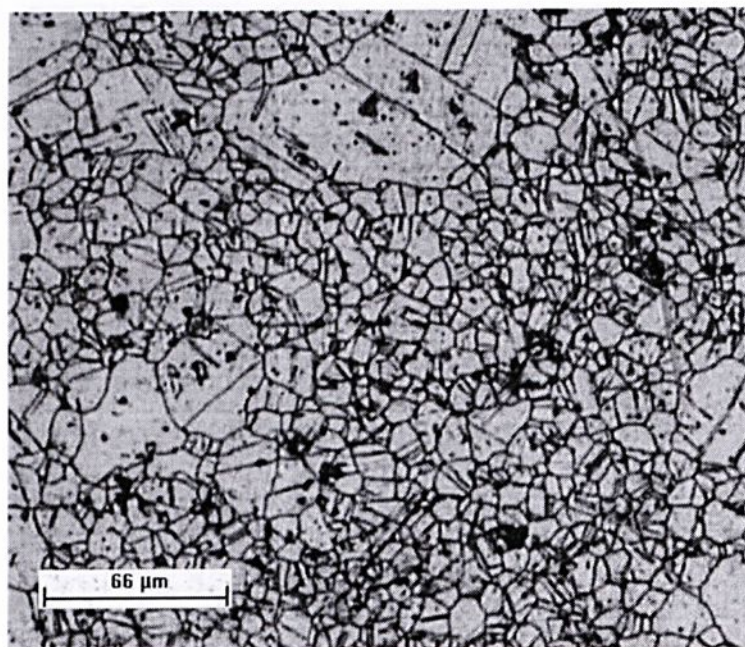


(a)

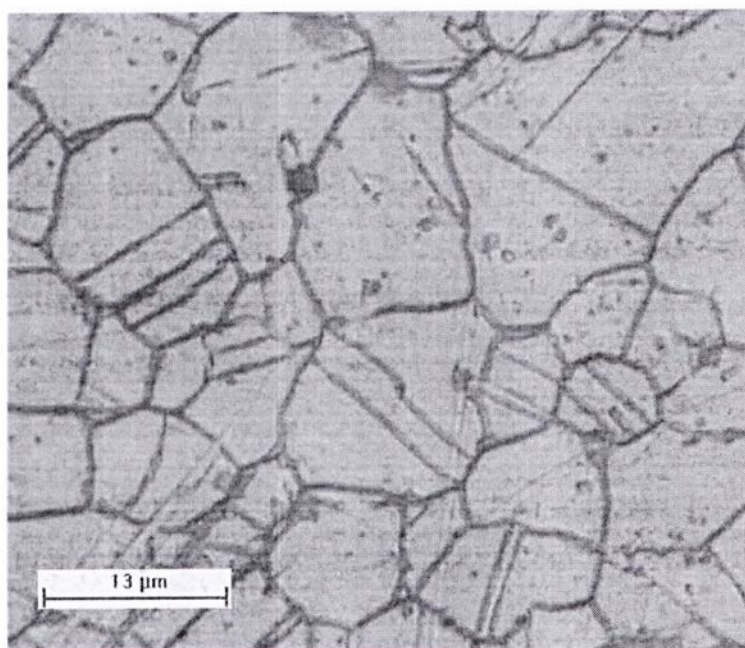


(b)

Figura 4.14. Microscopia ótica em diferentes ampliações, no sentido transversal à direção de laminação, do aço inoxidável ISO 5832-9, na condição como recebido. Ataque eletrolítico HNO_3 .

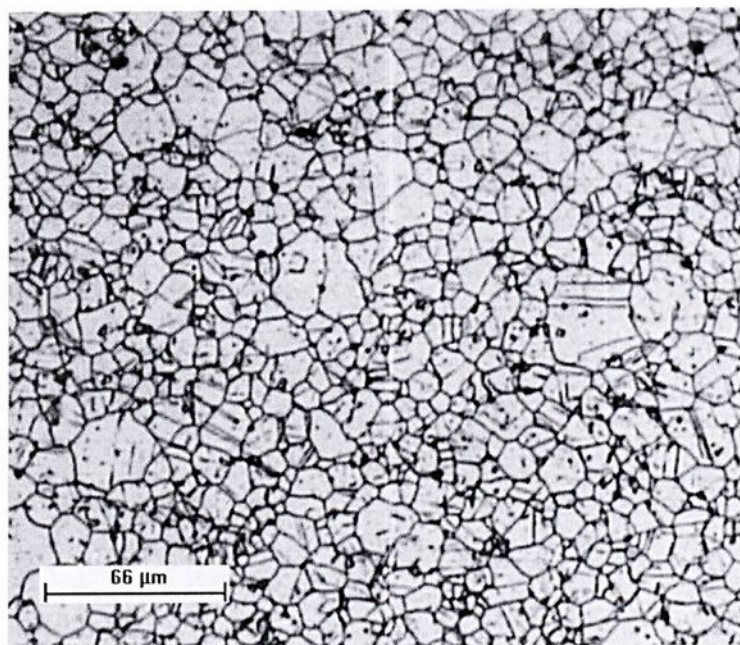


(a)

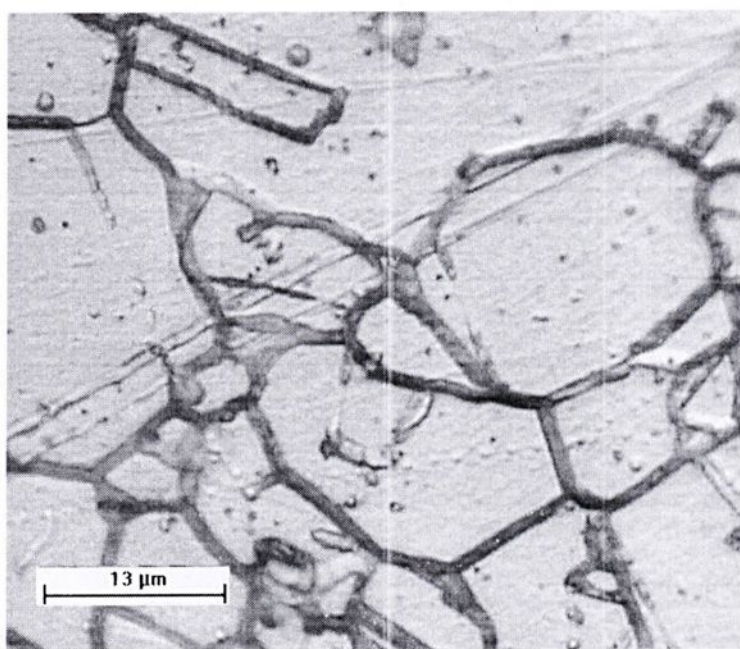


(b)

Figura 4.15. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 600 °C por 1 hora .

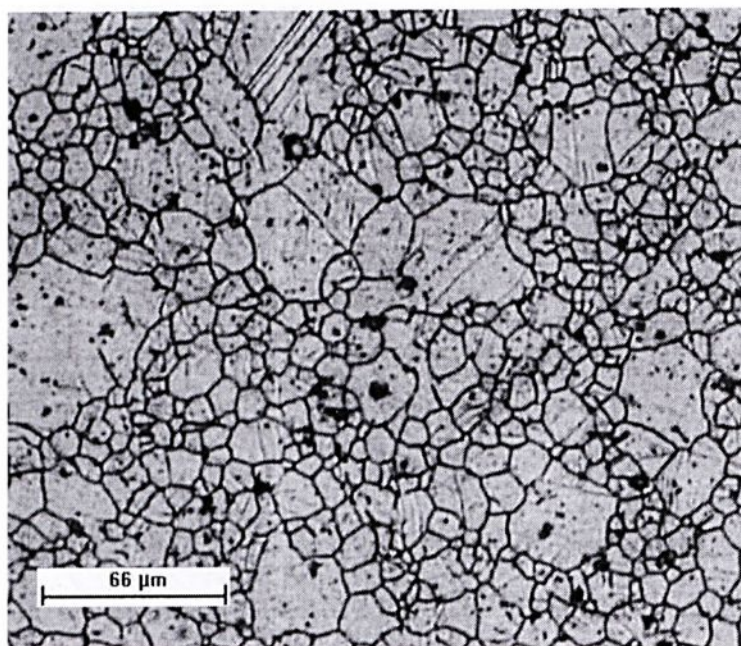


(a)

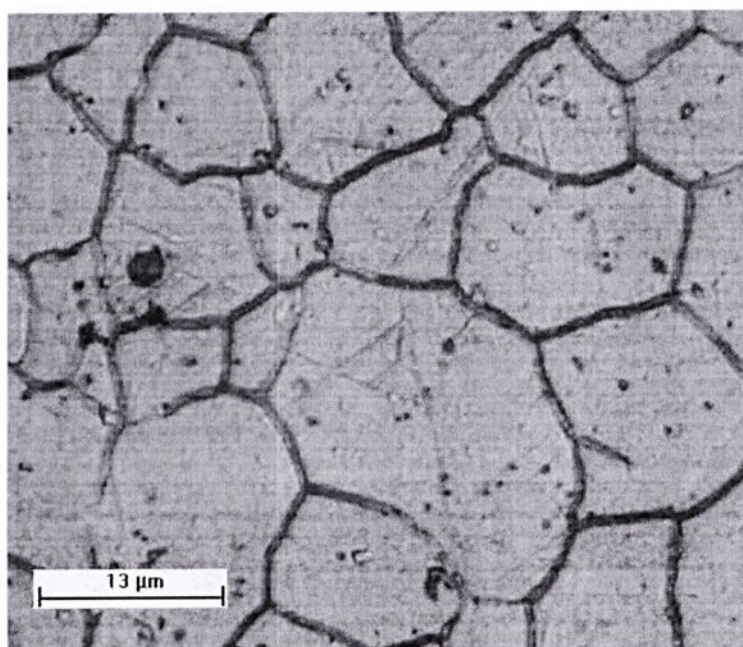


(b)

Figura 4.16. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 600 °C por 4 horas .

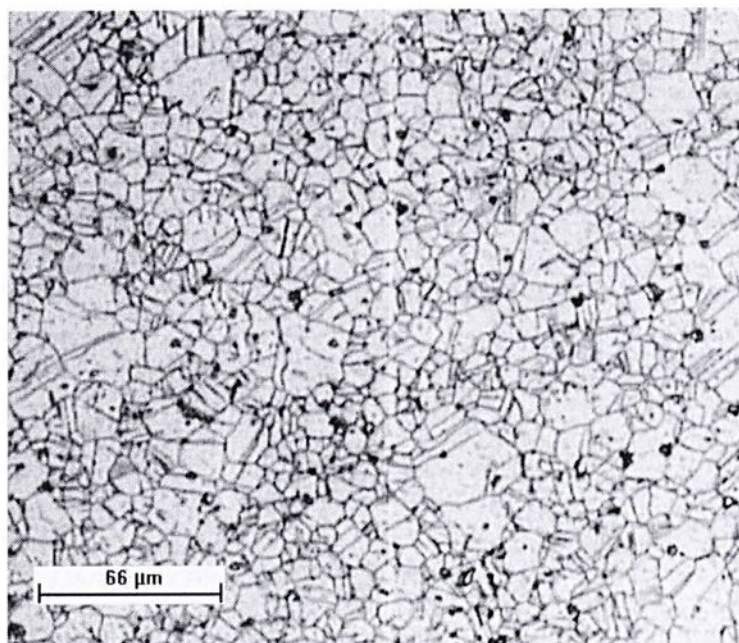


(a)

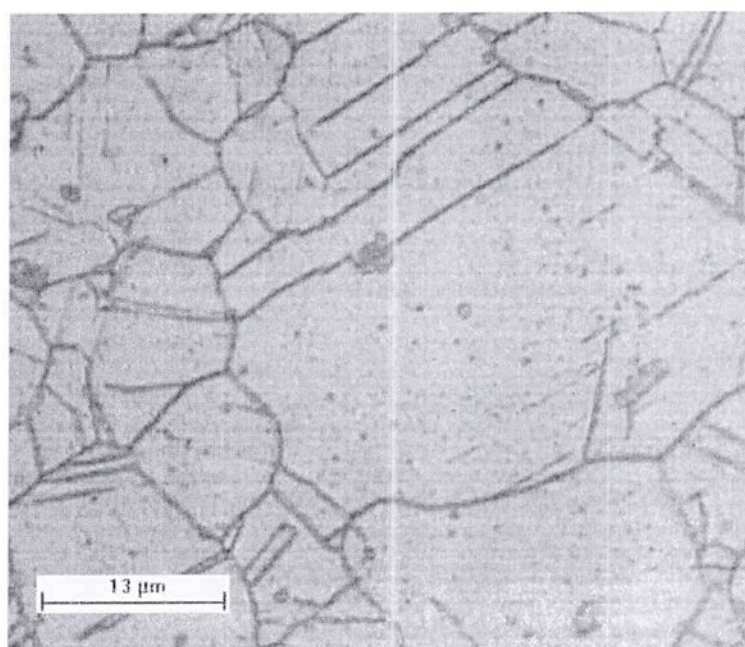


(b)

Figura 4.17. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 600 °C por 24 horas .

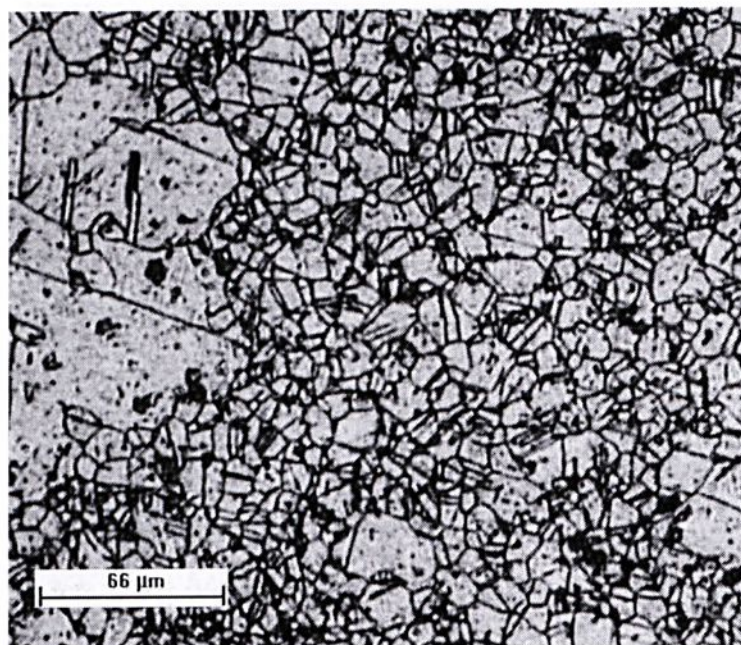


(a)

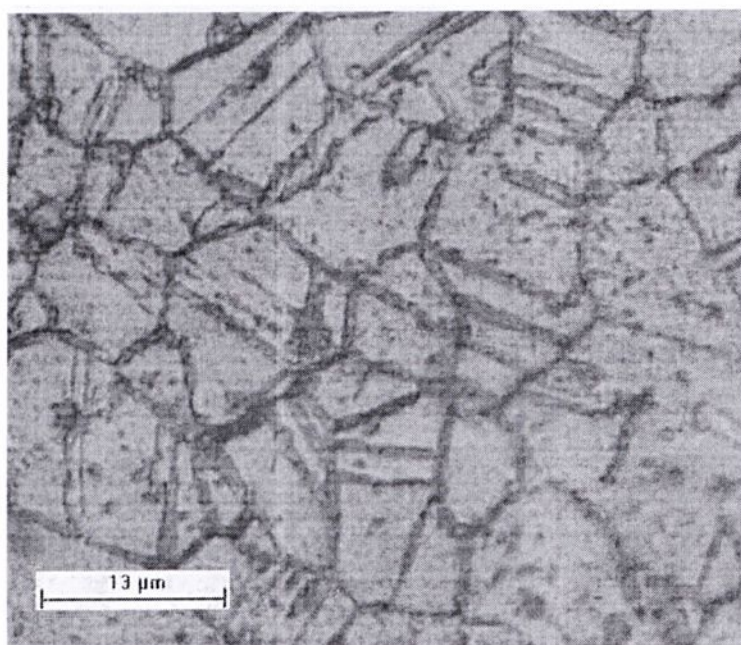


(b)

Figura 4.18. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 700 °C por 1 hora .

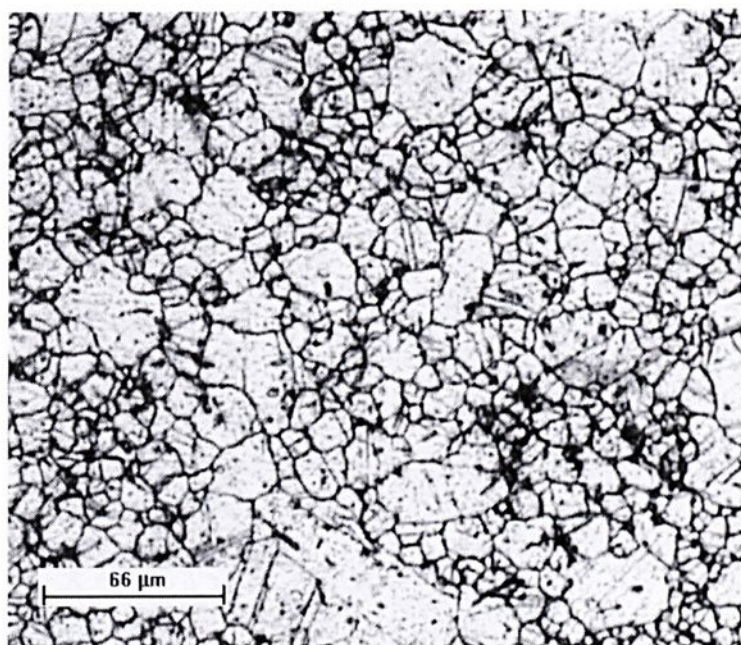


(a)

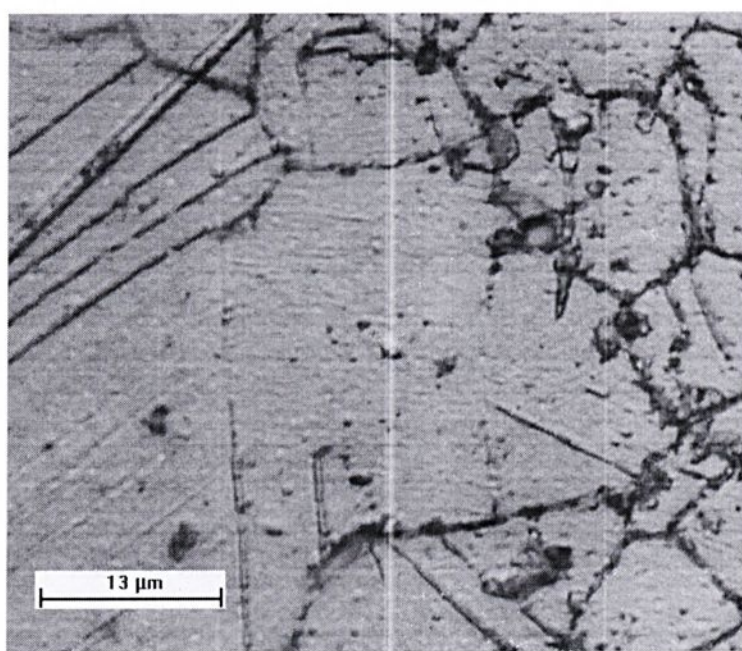


(b)

Figura 4.19. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 700 °C por 4 horas .

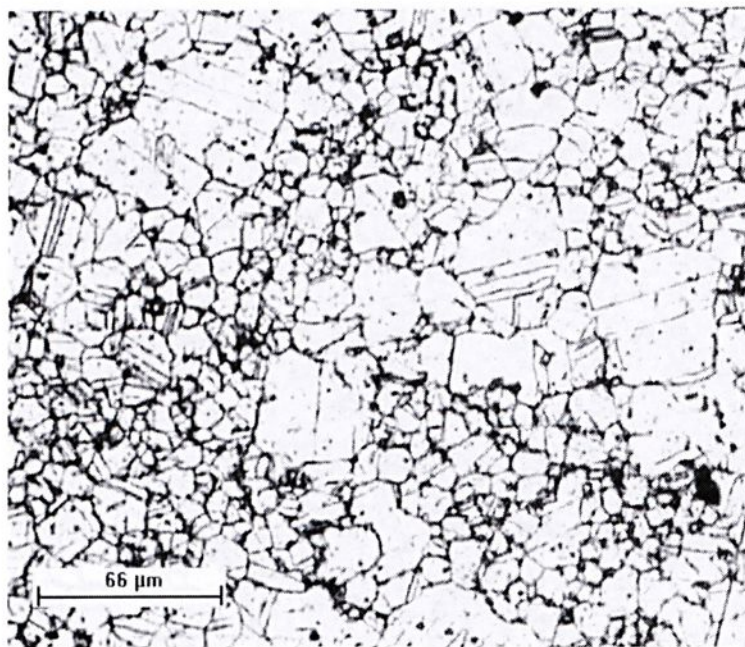


(a)

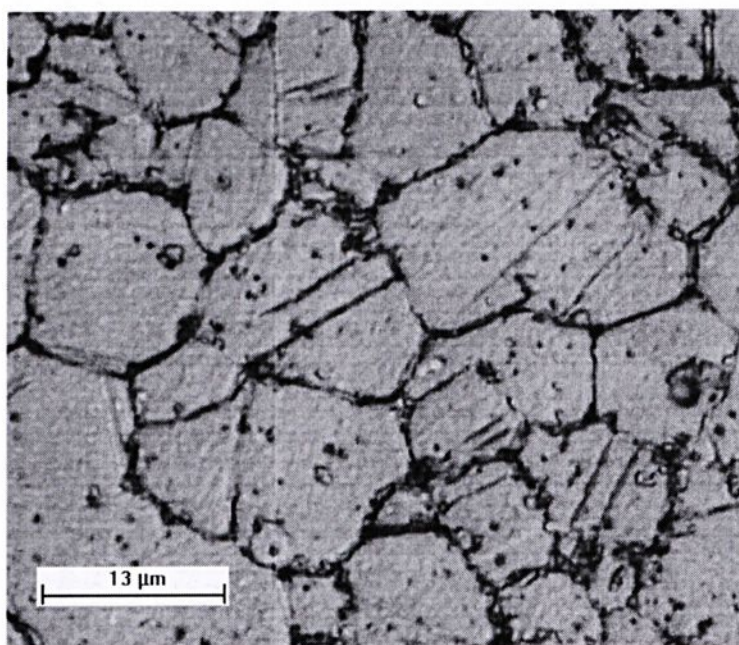


(b)

Figura 4.20. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 700 °C por 24 horas .

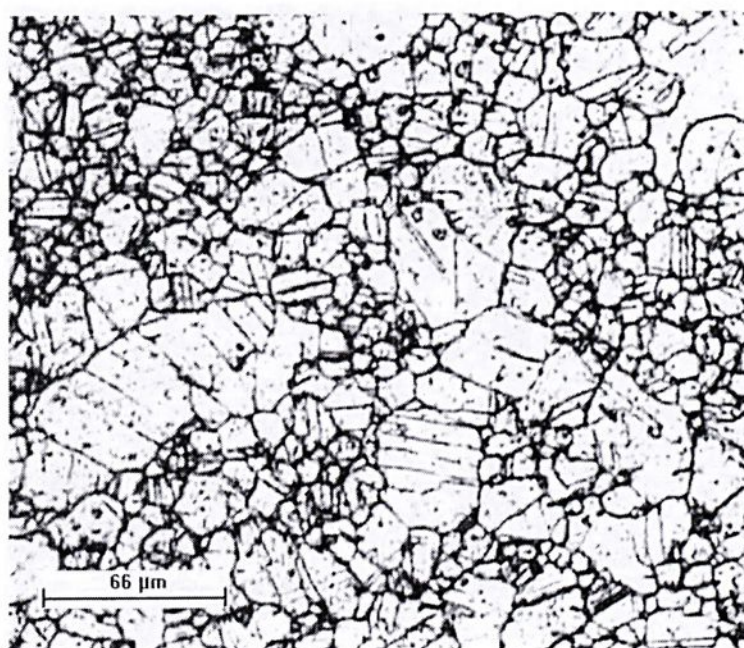


(a)

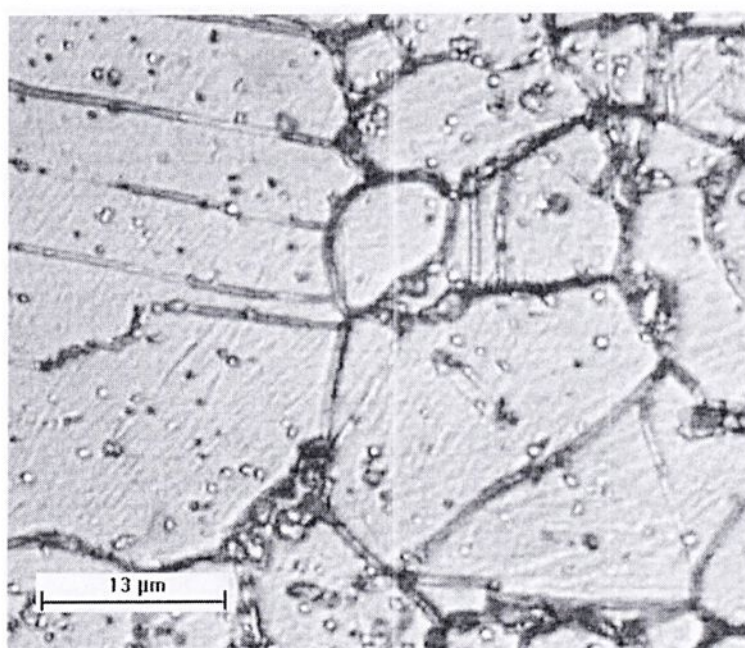


(b)

Figura 4.21. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 800 °C por 1 hora .

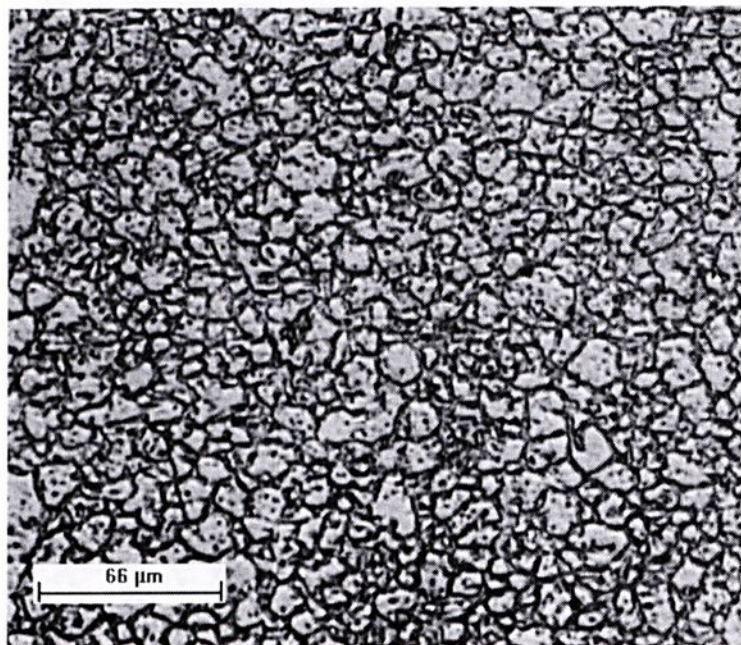


(a)

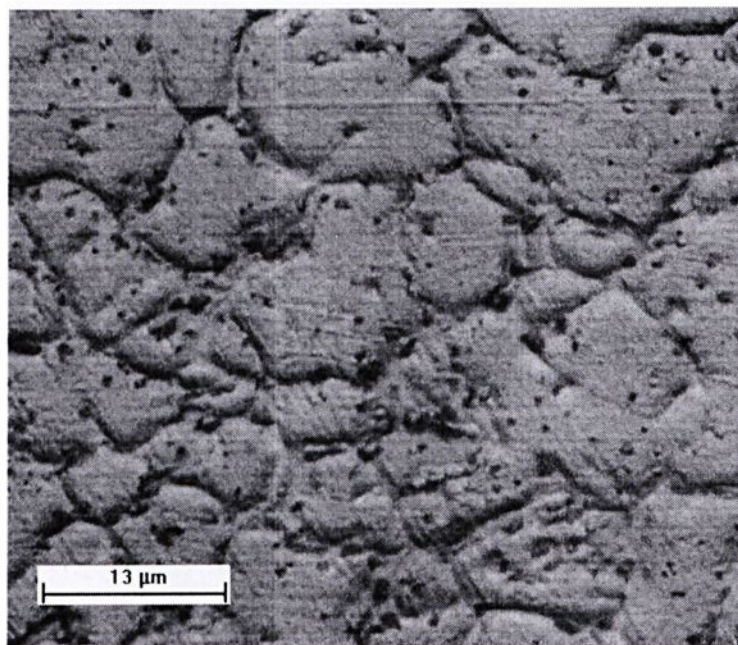


(b)

Figura 4.22. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 800 °C por 4 horas .

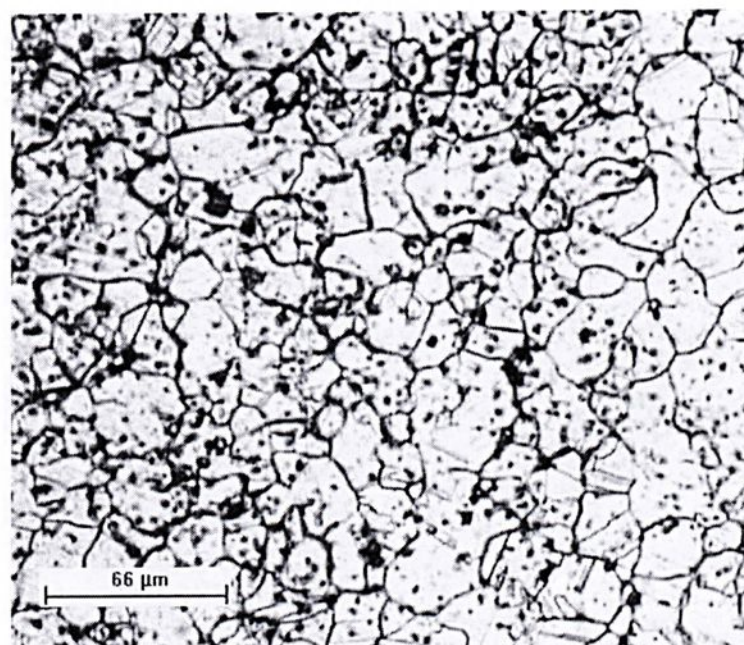


(a)

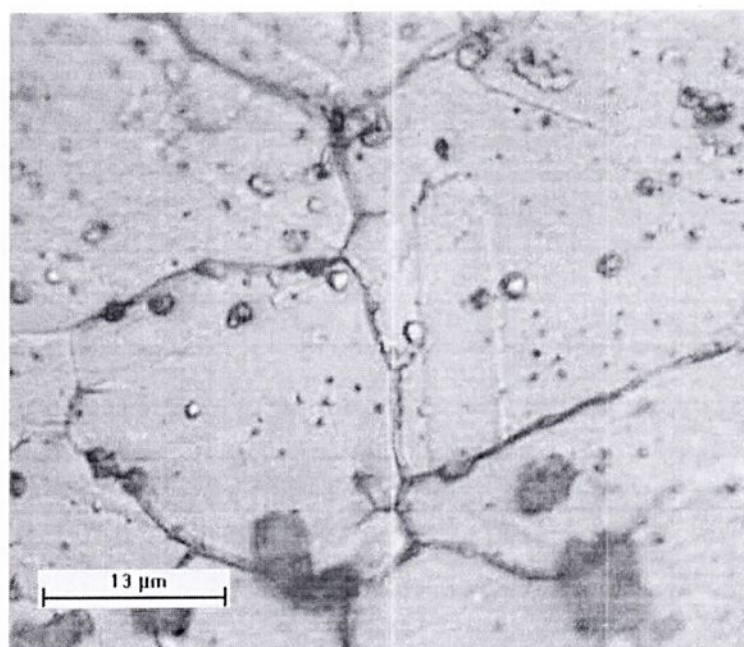


(b)

Figura 4.23. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 800 °C por 24 horas .

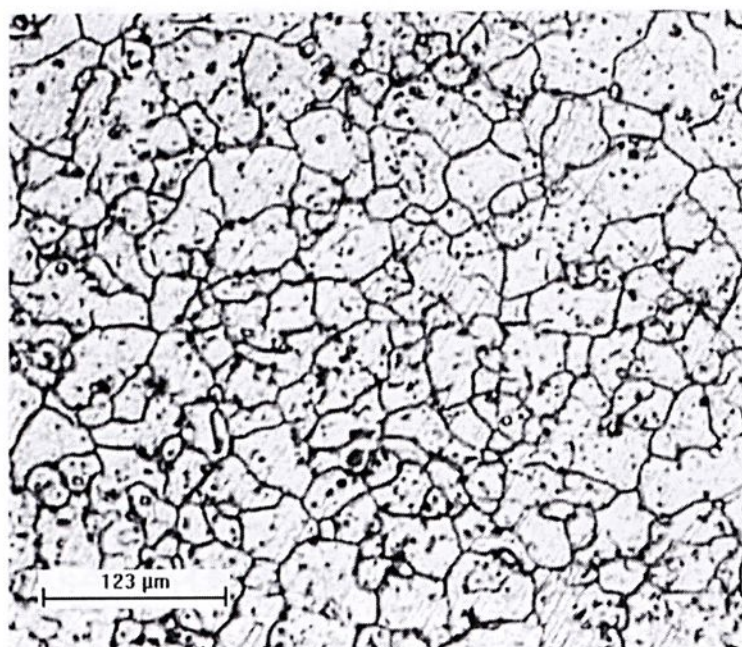


(a)

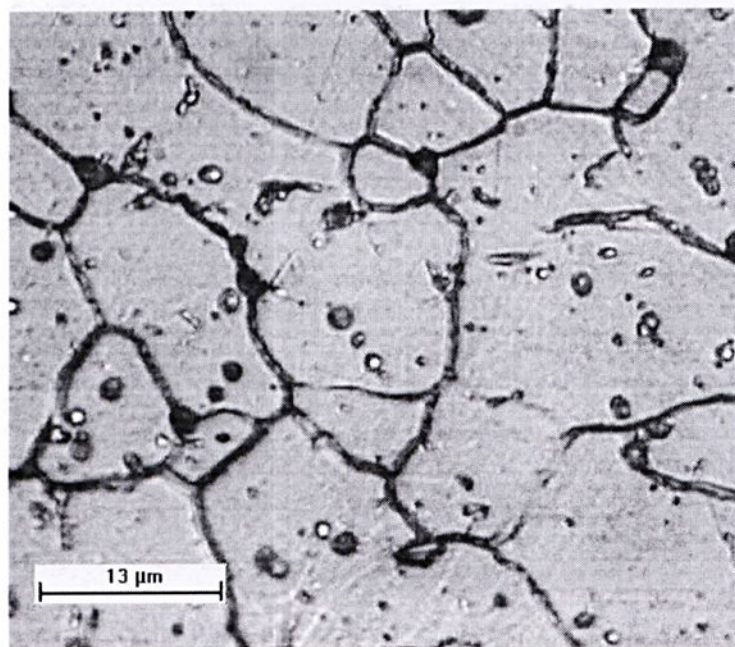


(b)

Figura 4.24. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 900 °C por 1 hora .

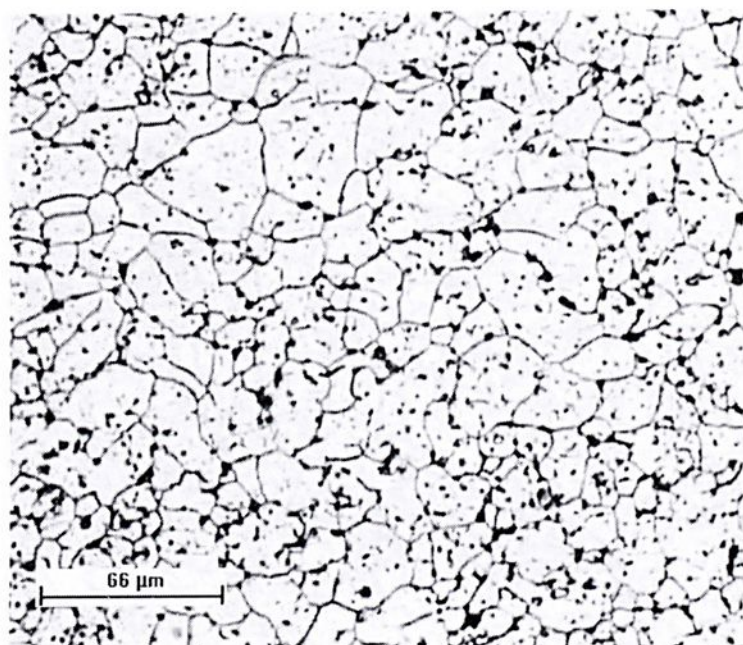


(a)

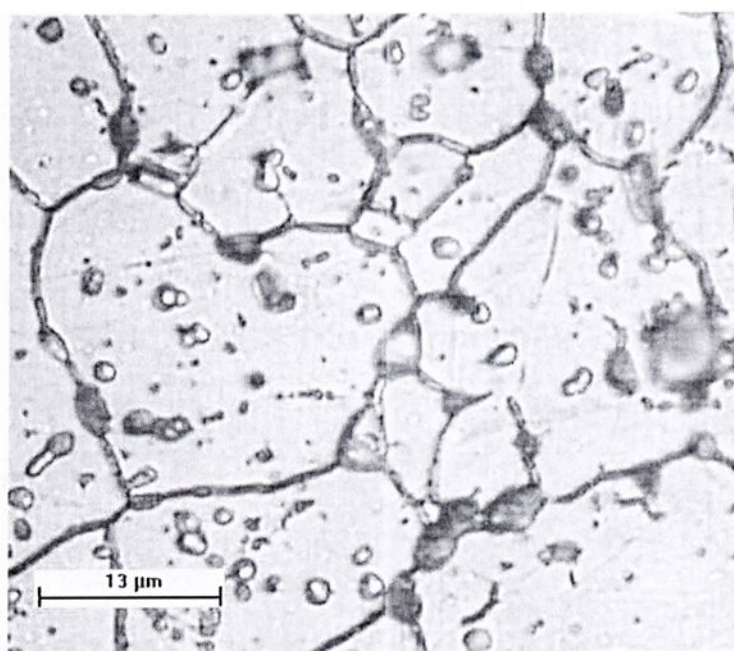


(b)

Figura 4.25. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 900 °C por 4 horas .

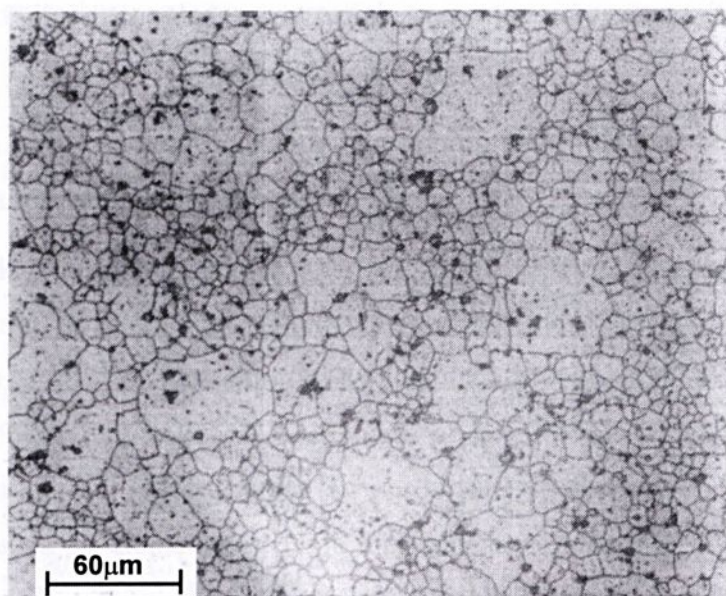


(a)

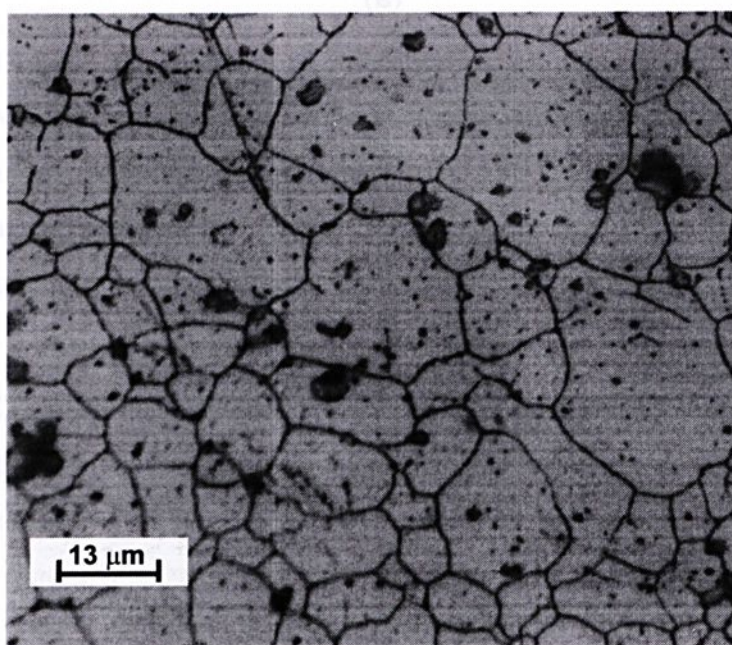


(b)

Figura 4.26. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 900 °C por 24 horas.



(a)

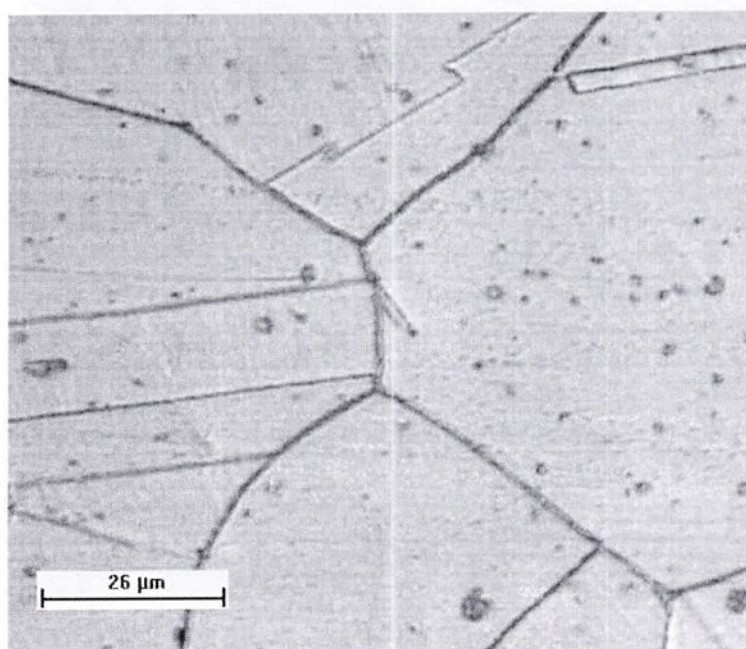


(b)

Figura 4.27. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 1000 °C por 1 hora.



(a)



(b)

Figura 4.28. Microscopia ótica do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 em diferentes ampliações, produzido pela Villares S/A, na condição deformado a frio em 20% submetido a tratamento térmico de envelhecimento a 1200 °C por 1 hora.

Em todas as condições estudadas o material apresentou grãos austeníticos isentos de ferrita delta (δ).

O material na condição como recebido apresenta grãos equiaxiais com grande quantidade de partículas e pouca recristalização secundária.

As amostras do material tratado a 600, 700, 800 e 900 °C, a partir da condição *como recebido*, apresentaram características semelhantes ao seu estado inicial. Entretanto, o material tratado em 700, 800, e 900 °C apresentou mais claramente recristalização secundária. Segundo PADILHA et al.(1999) a recristalização secundária ocorre devido às restrições ao crescimento normal de grãos provocadas por partículas ou poros fixando os contornos de grão ou efeitos causados por impurezas ou elementos de liga em solução sólida. Este efeito pode estar sendo causado pela ação do nióbio em solução ou pela presença da fase Z. É possível observar que as regiões que apresentam maior concentração de partículas da fase Z, geralmente mostram menor tamanho de grão.

As fotos de 4.14 a 4.28 mostram as micrografias, obtidas por microscopia ótica, ataque eletrolítico com HNO_3 , no sentido transversal à direção de laminação, do aço inoxidável ISO 5832-9 submetido ao tratamento de envelhecimento em 1000, 1200 °C, respectivamente, por 60 minutos, seguido de resfriamento em água, a partir de amostras deformadas 20%. O material apresenta grãos equiaxiais, com granulação grosseira. Ficou nítida a existência de maclas de envelhecimento.

Segundo DIETER (1988), as maclas de envelhecimento são um claro indício que o material sofreu deformação plástica a frio, antes do envelhecimento, pois crescem a partir das maclas nucleadas durante a deformação plástica, em determinados planos e direções cristalinas. A importância das maclas na deformação plástica não se restringe ao processo de maclação propriamente dito, mas ao fato da maclação prover novos sistemas de deslizamento com orientações favoráveis à deformação plástica subsequente. Entretanto, estas alterações são importantes para metais que possuem reticulado cristalino como o HC, com poucos sistemas de deslizamento. No caso dos metais com reticulado CFC este efeito é pequeno. Por outro lado, os contornos de maclas poderiam prover pontos preferenciais para a nucleação de precipitados.

As micrografias mostraram grande quantidade de precipitados com diferentes formas e tamanhos. Entretanto, predominam partículas grandes caracterizadas por ÖRNHAGEN et al.



(1996) como fase Z. As amostras do material tratado a 800 °C, a partir de amostras na condição *como recebido*, além das partículas de fase Z encontradas em todas as condições em estudo, mostraram uma distribuição de partículas menores formando linhas que podem estar delineando os contornos de grão. Análises em microscopia eletrônica de transmissão realizada por ÖRNHAGEN et al., identificaram fase qui (χ) em amostras do aço ISO 5832-9 tratado em 800°C por 4 horas. Entretanto, as partículas pequenas podem também ser constituída de fase de Laves (η) ou carbonitreto de cromo e nióbio. De acordo com o diagrama de equilíbrio da figura 2.4 esta temperatura seria propicia para a precipitação de fase de Laves (η) e Cr_2N .

A fase Z e a fase qui (χ) são de fácil identificação e foram relatadas na literatura para condições de tratamento bastante próximas às adotadas neste trabalho. Entretanto, a caracterização dos demais precipitados, que possivelmente ocorrem nas amostras tratadas em 700, 800 e 900 °C esbarram em dificuldades experimentais. A caracterização destas partículas foi objeto de trabalho de pesquisa realizado em colaboração com o presente trabalho por SILVA NETO (2001), utilizando microscopia eletrônica de transmissão. Os resultados são qualitativos, pois se restringem a pequenas amostras do material, portanto não seria adequado avaliar a influência destas partículas sobre as propriedades do material apenas com base nesta caracterização.

4.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As Figuras 4.29 a 4.42, que contem 13 fotos, mostram as fractografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura, na superfície de fratura de corpos de prova Charpy obtidos do aço inoxidável ISO 5832-9 na condição *como recebido* e após deformação a frio em 20% , seguida tratamento térmico de envelhecimento nas temperaturas de 600, 700, 800, 900°C por 1, 4 e 24 horas e posteriormente resfriados em água.

A Figura 4.29 mostra a fractografia obtida por MEV, dos corpos de prova de ensaio Charpy do aço inoxidável ISO 5832-9, na condição *como recebido*.

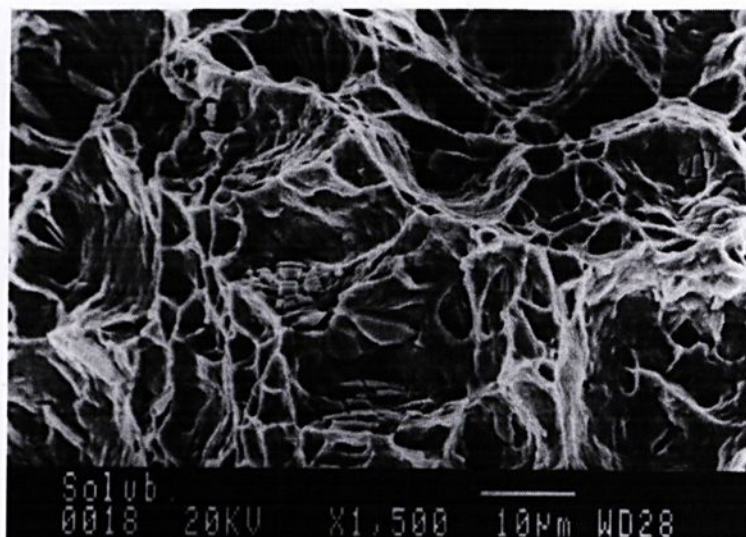


Figura 4.29. Fractografia obtida em MEV de corpo de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, solubilizada a 1030°C, por 1 hora e resfriada em água ou na condição como recebido.

As Figuras 4.30 a 4.33 mostram as fractografias obtidas por MEV dos corpos de provas fraturados pelo ensaio Charpy, do aço inoxidável ISO 5832-9, na condição envelhecida a 600, 700, 800 e 900°C durante 1 hora.

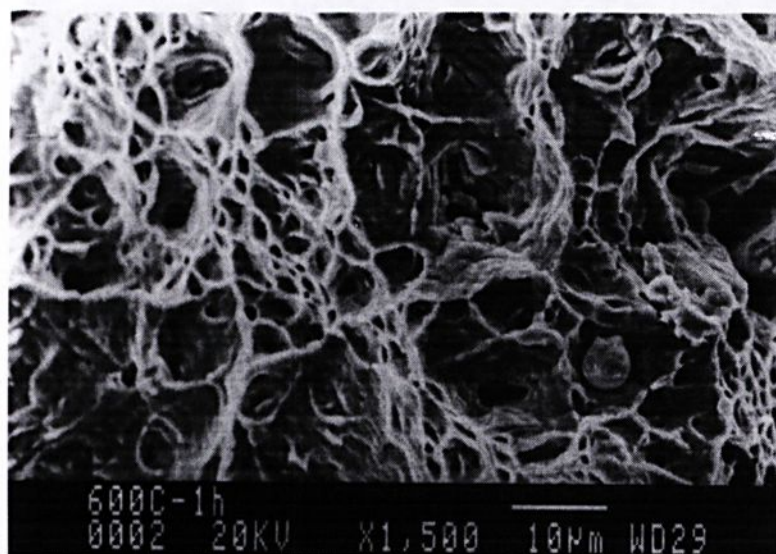


Figura 4.30. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 600°C, durante 1 hora.

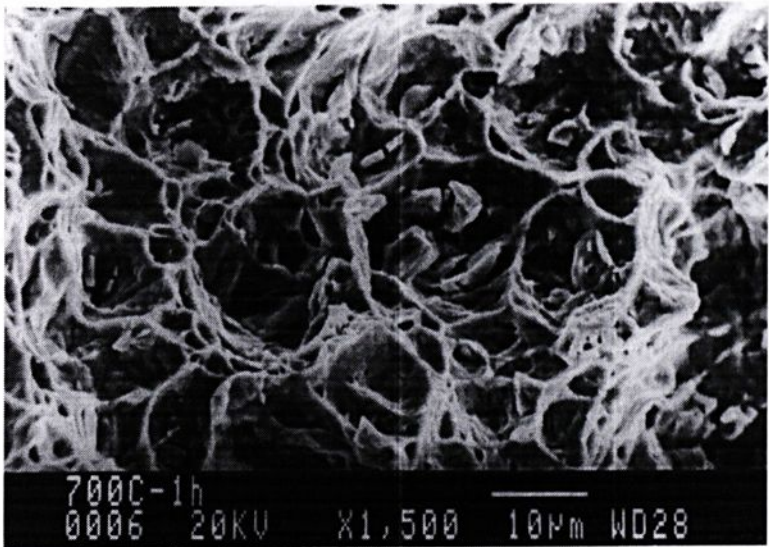


Figura 4.31. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 700°C, durante 1 hora.

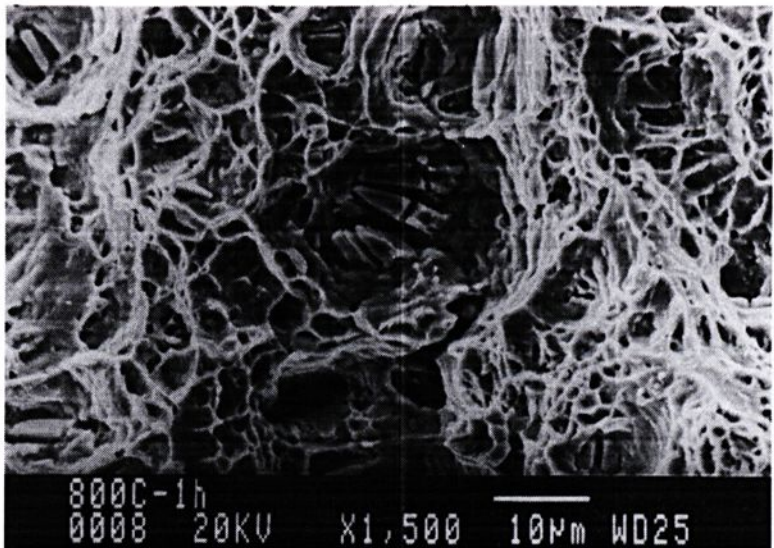


Figura 4.32. Fractografia obtida em de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 800°C, durante 1 hora.

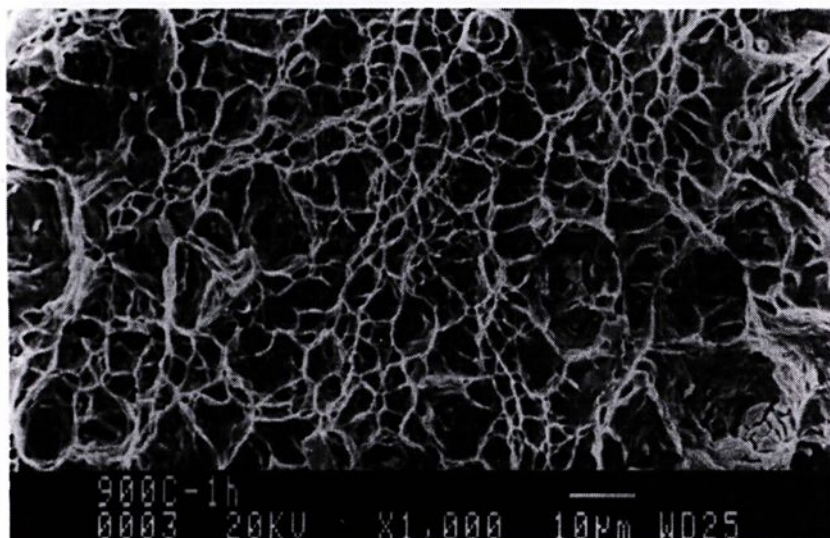


Figura 4.33. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 900°C, durante 1 hora.

As Figuras 4.34 a 4.37 mostram as fractografias obtidas por MEV dos corpos de provas fraturados pelo ensaio Charpy, do aço inoxidável ISO 5832-9, na condição envelhecida a 600, 700, 800 e 900°C durante 4 horas.

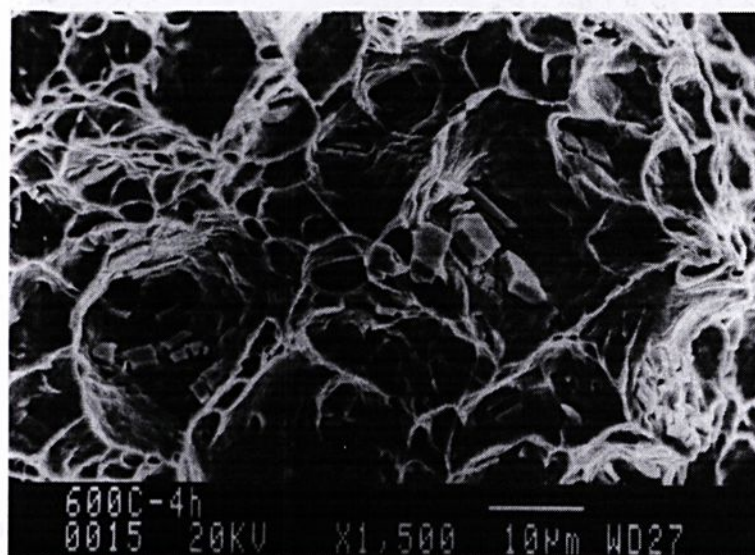


Figura 4.34. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 600°C, durante 4 horas.

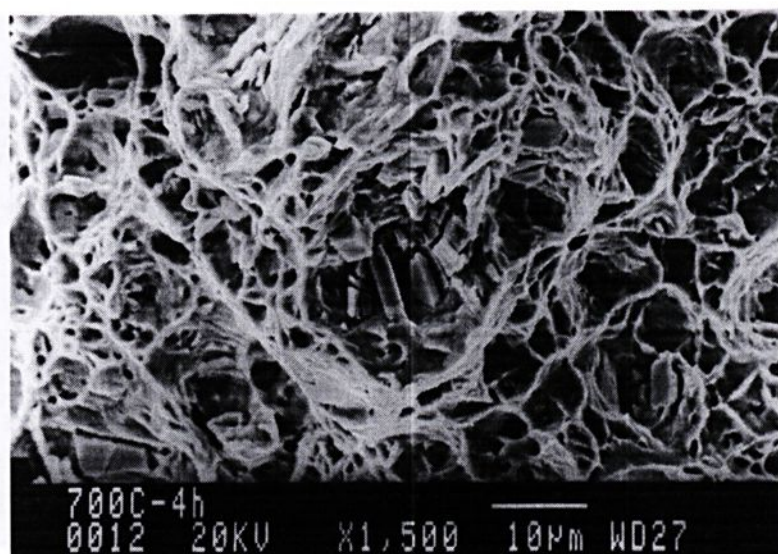


Figura 4.35. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 700°C, durante 4 horas.

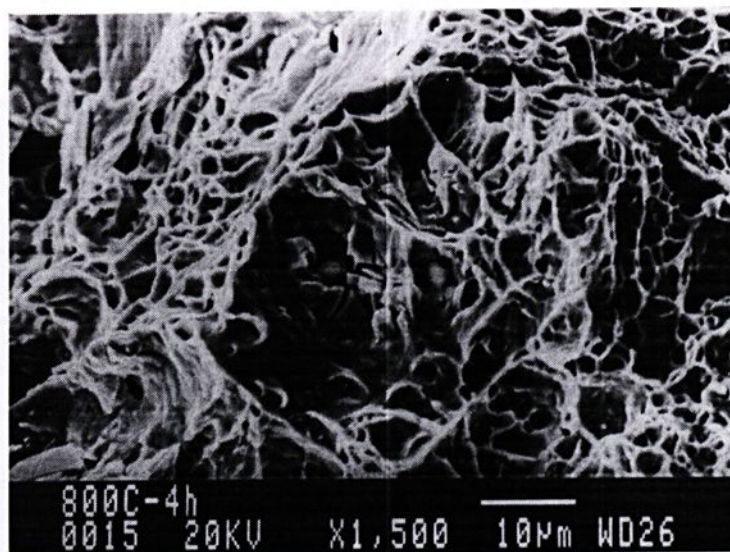


Figura 4.36. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 800°C, durante 4 horas.

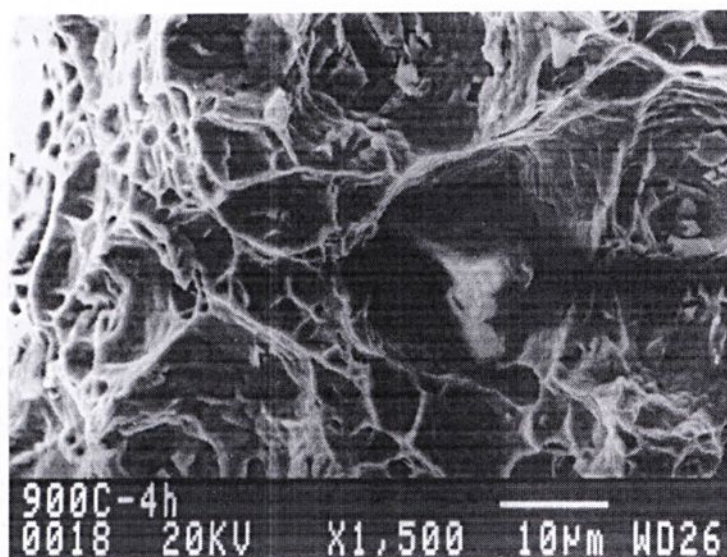


Figura 4.37. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 900°C, durante 4 horas.

As Figuras 4.38 a 4.41 mostram as fractografias obtidas por MEV dos corpos de provas fraturados pelo ensaio Charpy, do aço inoxidável ISO 5832-9, na condição envelhecida a 600, 700, 800 e 900°C durante 24 horas.

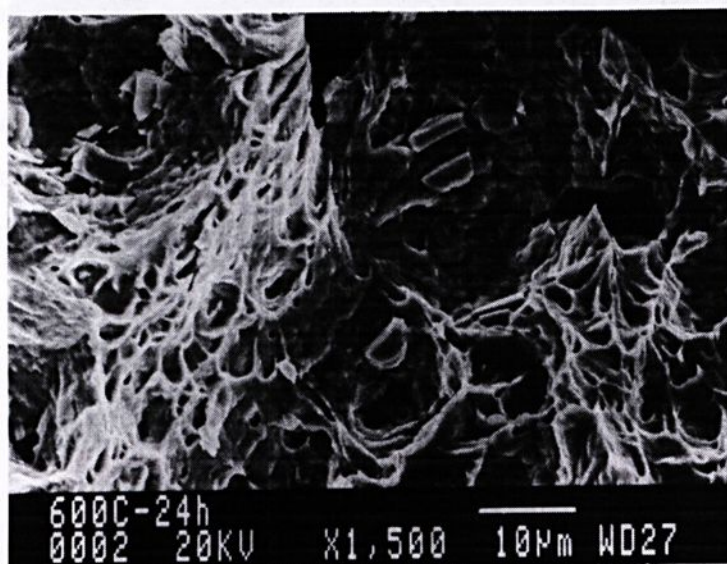


Figura 4.38. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 600°C, durante 24 horas.

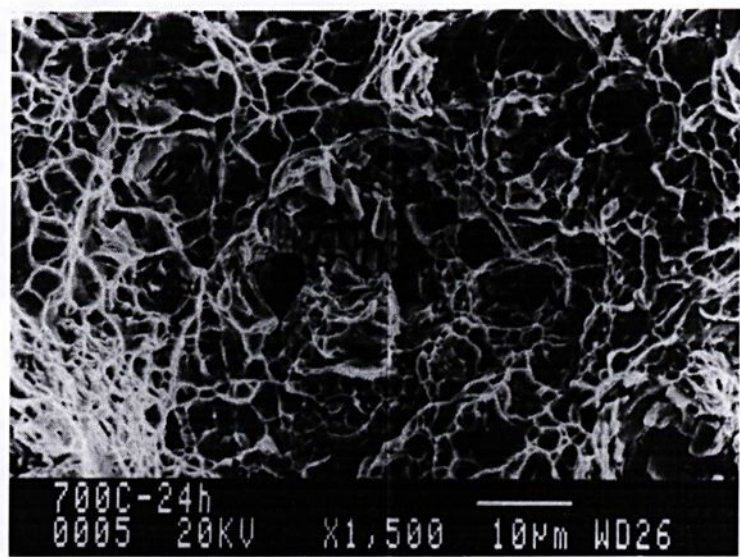


Figura 4.39. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 700°C, durante 24 horas.

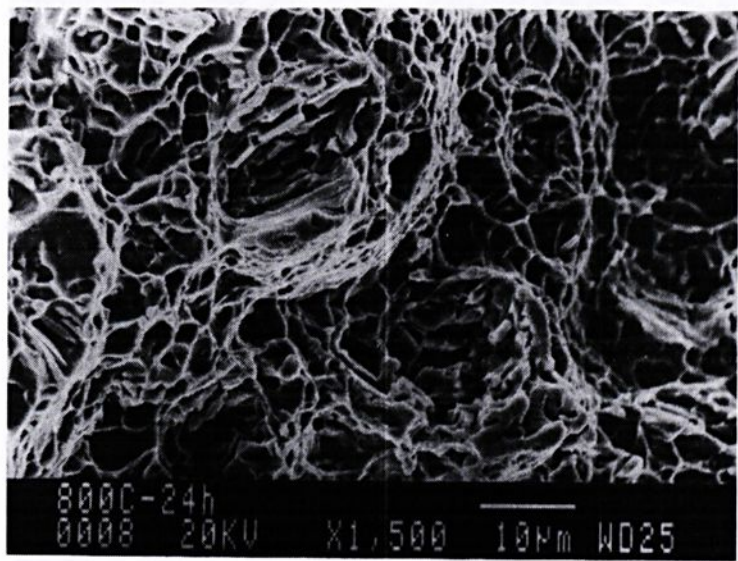


Figura 4.40. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 800°C, durante 24 horas.

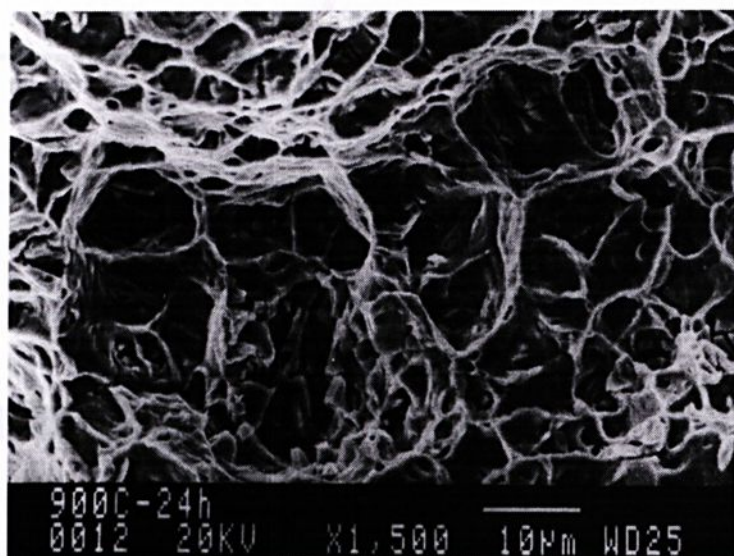


Figura 4.41. Fractografia obtida em MEV de corpos de prova ensaiados por tenacidade à fratura dinâmica - Ensaio Charpy Instrumentado. Aço inoxidável ISO 5832-9, envelhecidas a 900°C, durante 24 horas.

As fractografias apresentam fratura alveolar com vazios nucleados em precipitados ou inclusões intermetálicas. Notam-se alvéolos com diferentes tamanhos, o que indica a existência de partículas com tamanhos diferentes. As partículas arredondadas tendem a sofrer decoesão com a matriz, mantendo-se inteiras, enquanto que as partículas retangulares apresentam-se fragmentadas. O tamanho dos alvéolos é geralmente grande para amostras que apresentaram altos valores de tenacidade à fratura dinâmica. O material tratado em 800 °C por 24 horas, a partir de amostras na condição como recebido, apresentou uma distribuição mais homogênea de alvéolos menores do que as demais condições analisadas, o que sugere uma distribuição mais fina de partículas.

CONCLUSÕES

Neste capítulo são apresentadas as conclusões tiradas dos resultados experimentais, com base na revisão bibliográfica .

5.1- CONCLUSÕES

Para o aço inoxidável ISO 5832-9, nas condições analisadas neste trabalho, pode-se concluir o seguinte:

1. O material na condição *como recebido* apresentou maior tenacidade que as outras tratadas termicamente por envelhecimento nas temperaturas de 600, 700, 800 e 900 °C em tempos de 1, 4 e 24 horas, entretanto nas temperaturas maiores, ou seja 1000 e 1200°C durante 1 hora a tenacidade foi maior com o aumento da temperatura.
2. As propriedades mecânicas podem ser influenciadas pela deformação plástica a frio e tratamentos térmicos. De maneira geral, as alterações microestruturais estudadas provocaram a redução da tenacidade em relação ao material na condição *como recebido*.
3. As amostras tratadas em temperaturas entre 600 e 900 °C mostraram poucas variações nos ensaios de dureza Vickers. Os ensaios de tenacidade à fratura confirmaram as expectativas em relação à detecção de variações microestruturais nesta faixa de temperaturas. A fragilização detectada nas amostras tratadas em 800 e 900 °C são compatíveis com as precipitação de fase qui (χ) na região dos contornos de grãos .
4. O material deformado a frio em 20% apresentou dureza Vickers, maior que a condição *como recebido* e menor tenacidade inviabilizando a utilização do material nestas condições.



5. Nas condições adotadas neste trabalho, a temperatura de pico da precipitação da fase χ foi de 800 °C, esta faixa de temperatura deve ser evitada mesmo para tempos de exposição muito curtos.
6. Os resultados dos ensaios mecânicos das amostras tratadas em temperaturas entre 1000 e 1200 °C, por 60 minutos, mostram um aumento da tenacidade, e ocorre um crescimento excessivo no tamanho de grão a partir da temperatura de 1200°C.
7. Deste modo, pode-se dizer que foi possível estabelecer uma relação entre a microestrutura e as propriedades mecânicas do material. Os resultados apresentados estão coerentes com as condições estudadas quando comparadas com a literatura utilizada na revisão bibliográfica. Pode-se concluir que a faixa ideal para a solubilização deste material está na faixa de 1000 a 1100°C, para impedir o crescimento excessivo de grão e trabalhar em temperaturas acima daquela em que ocorre a precipitação de carbonitreto e fases intermetálicas. Entretanto, se fosse para escolher uma temperatura de trabalho entre 600 a 900°C, a mais indicada seria na temperatura de 900°C e num tempo de envelhecimento entre 1 e 4 horas, pois apresentam melhores valores de tenacidade e resistência mecânica.



SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Neste capítulo são apresentadas algumas sugestões para trabalhos futuros.

6.1- SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Estudar os parâmetros da conformação plástica a quente do aço inoxidável ISO 5832-9 para a produção de próteses ortopédicas.
2. Estudar a corrosão do aço ISO 5832-9, deformado a frio e posteriormente tratado termicamente.
3. Estudar a resistência ao desgaste do aço inoxidável ISO 5832-9.
4. Caracterizar fases intermetálicas encontradas.



Referências Bibliográficas

- AIDAR, C.H. et al., 1996, Aço inoxidável austenítico com elevado teor de nitrogênio para utilização em implantes cirúrgicos, Anais do 51º Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Porto Alegre - Brasil.
- ASTM STANDARD. F 138-86, Standard specification to stainless steel bar and wire for surgical implants (Special Quality). 1996.
- BORDJI, K. et al. Evaluation of the effect of three surface treatments on the biocompatibility of 316L stainless steel using human differentiated cells. *Biomaterials*, v.17, n.5, p.491-500, 1996.
- COOK, S. D., et al. The in vivo performance of 250 internal fixation devices: a follow-up study. *Biomaterials*, v.8, p.177-184, 1987.
- DIETER, G. E. *Mechanical Metallurgy*. SI Metric Edition. London: McGraw-Hill Book Company, 751p. 1988.
- GIORDANI, E.J., GUIMARÃES, V.A. e FERREIRA, I. Propriedades mecânicas e de corrosão de dois aços inoxidáveis austeníticos utilizados na fabricação de implantes ortopédicos. Trabalho apresentado no CONEM 2000, Natal, RN, 2000.
- GUIMARÃES, V.A. Influência da microestrutura sobre as propriedades mecânicas e resistência à corrosão de um aço inoxidável ISO 5832-9 - utilizado na fabricação de implantes ortopédicos. Campinas, Tese de doutorado, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2001.
- HOLM, H.C. et. al. Influence of annealing temperature on the microstructure and mechanical properties of a high nitrogen containing austenitic stainless steel. *Scripta Metallurgica*, v. 21, p. 513-518, 1987.
- ILOLA, R., HÄNNINEN, H., KAUPPI, T. Hot and cold rolling of high nitrogen Cr-Ni and Cr-Mn austenitic stainless steels. *Journal of Materials Engineering and Performance*, v.7(5), p.661-666, 1998.
- INTERNATIONAL STANDARD ISO 5832-9. Implants for surgery – Metallic materials. Part 9. Wrought high nitrogen stainless steel, 1992.
- JANOVEC, J. et al. Role of intergranular precipitation in the fracture behaviour of AISI316 austenitic stainless steel. *Canadian Metallurgical Quarterly*, v.38, n.1, p.53-59, 1999.

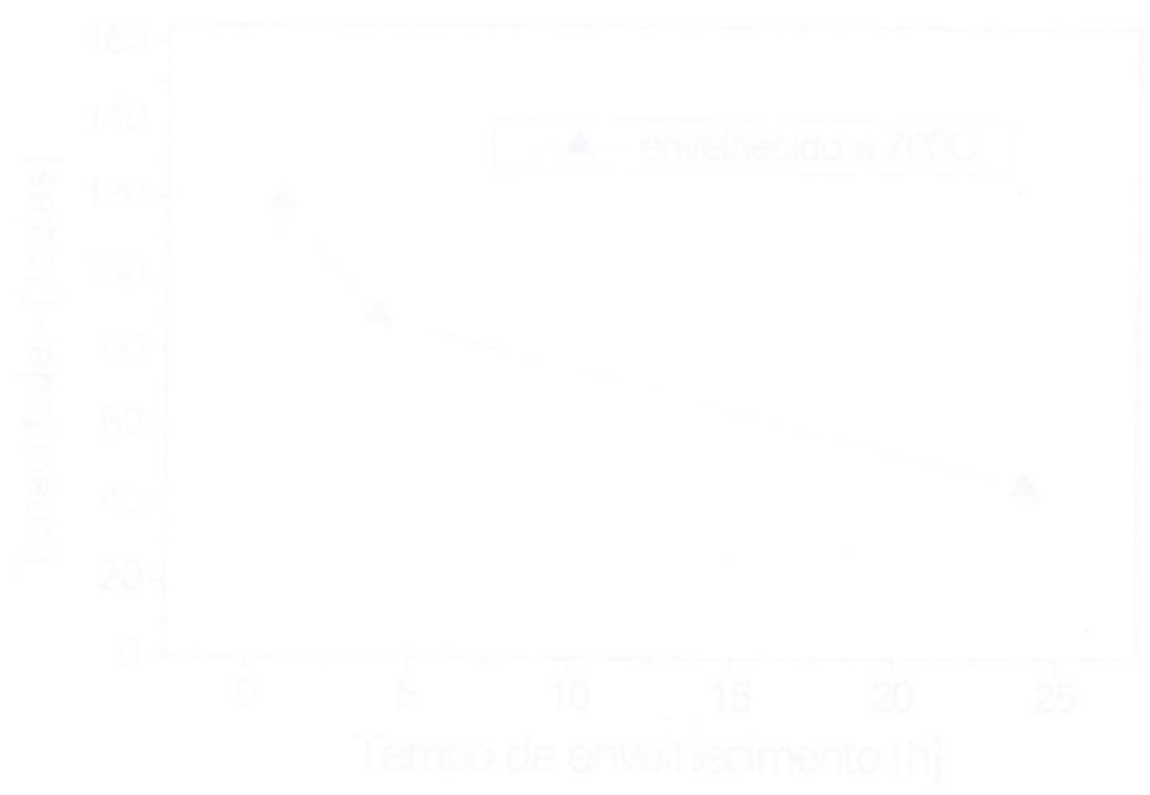


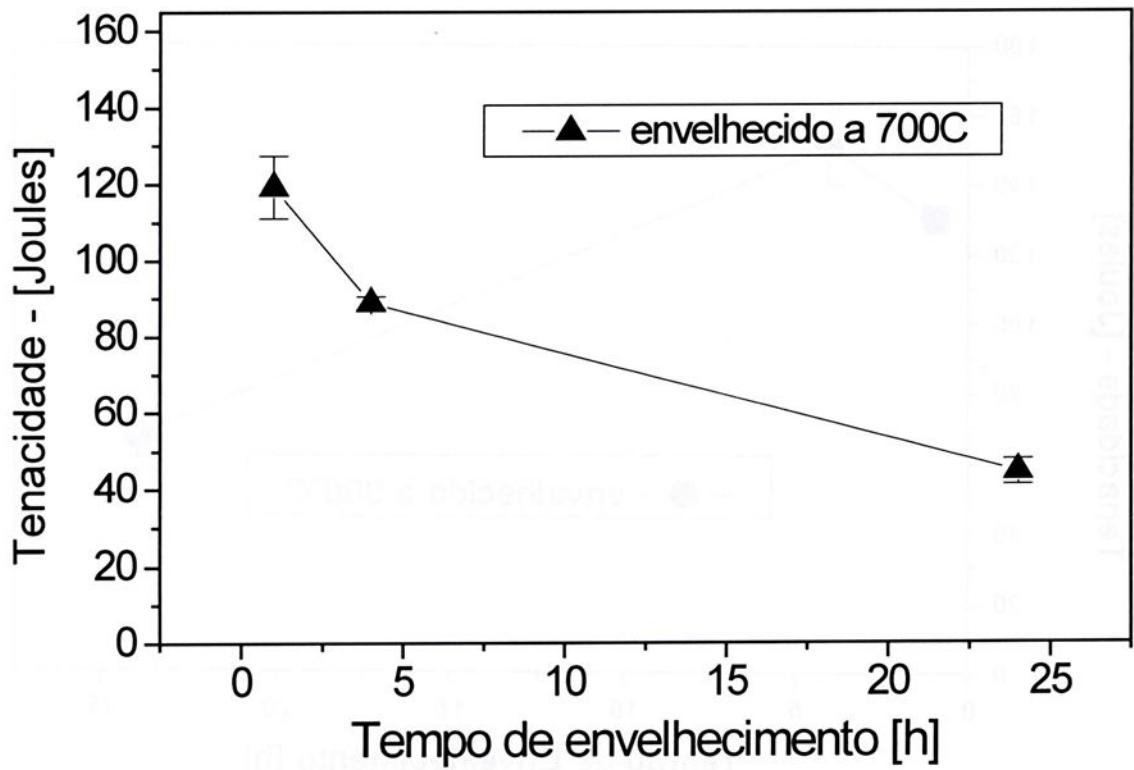
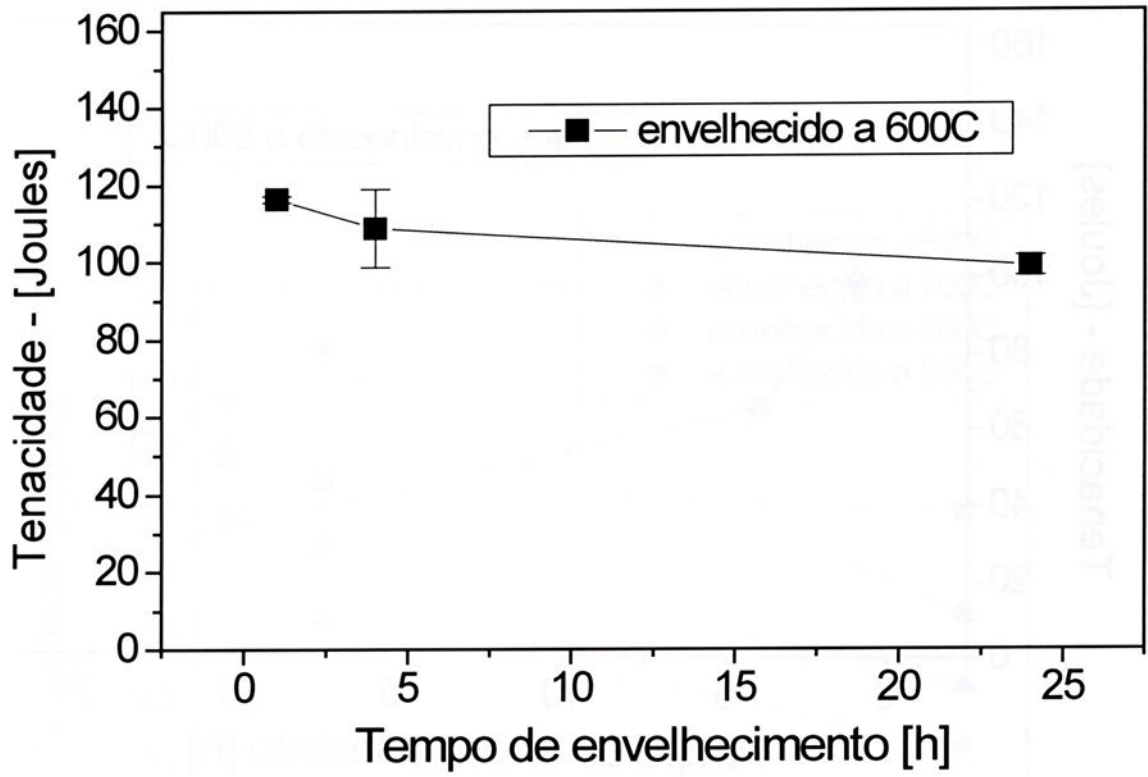
- KOBAYASHI, D. Y. Efeito do nióbio na resistência à corrosão de aços inoxidáveis austeníticos. São Paulo: Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. Dissertação (Mestrado), 188p., 1985.
- KOBAYASHI, D. Y.. Efeito da fase sigma na resistência à corrosão por pite de aços inoxidáveis dúplex. São Paulo: Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. Tese (Doutorado), 189p., 1995.
- LI, X. et al. Evolution of the microstructure of austenitic stainless steel nitrogen implanted at elevated temperatures. *Surface and Coatings Technology*, v.71, p. 175-181, 1995.
- MACHADO, I. F., Transformações de fase no estado sólido em alguns aços inoxidáveis e ferríticos-austeníticos (dúplex) contendo altos teores de nitrogênio. São Paulo: Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. Tese (Doutorado), 176 p., 1999.
- MÜLLNER, P. et al. On the effect of nitrogen on the dislocation structure of austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering*, v.A164, p.164-169, 1993
- OH, Y. J. e HONG, J. H., Nitrogen effect on precipitation and sensitization in cold-worked Type 316L(N) stainless steels, *Journal of Nuclear Materials*, v. 278, p. 242-250, 2000.
- ÖRNHAGEN, C. et al., 1996, Characterization of a nitrogen-rich austenitic stainless steel used for osteosynthesis devices. *Journal of Biomedical Materials Research*, v.31, p.97-103.
- PADILHA, A. F. & GUEDES, L. C. Aços inoxidáveis austeníticos – Microestrutura e propriedades. Editora Hemus, p. 11-164, 1994.
- RODRIGUES, A R., Charpy Instrumentado – Determinação da tenacidade à fratura aparente de materiais metálicos, Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista. Dissertação (Mestrado), 2001
- SHANKAR, P. et al. Effect of thermal aging on the room temperature tensile properties of AISI type 316LN stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, v.264, p.29-34, 1999.
- SILVA JUNIOR, W. C., Estudo de um aço inoxidável austenítico de alto teor de nitrogênio para utilização em implantes cirúrgicos, Dissertação apresentada à Escola Politécnica da USP para obtenção do título de mestre em engenharia, p. 4-21, 2000.
- SILVA NETO, O. V. et al., Influência do ciclo térmico de recozimento na microestrutura de um aço inoxidável austenítico com alto teor de nitrogênio utilizado na fabricação de implantes ortopédicos, Trabalho aprovado no COBEM 2001, Uberlândia, MG, 2001.
- SILVA, A. L. da C. & MEI, P.; Aços e Ligas Especiais.2ª ed. ; Sumaré, SP : Eletrometal S.A. Metais Especiais,1988.

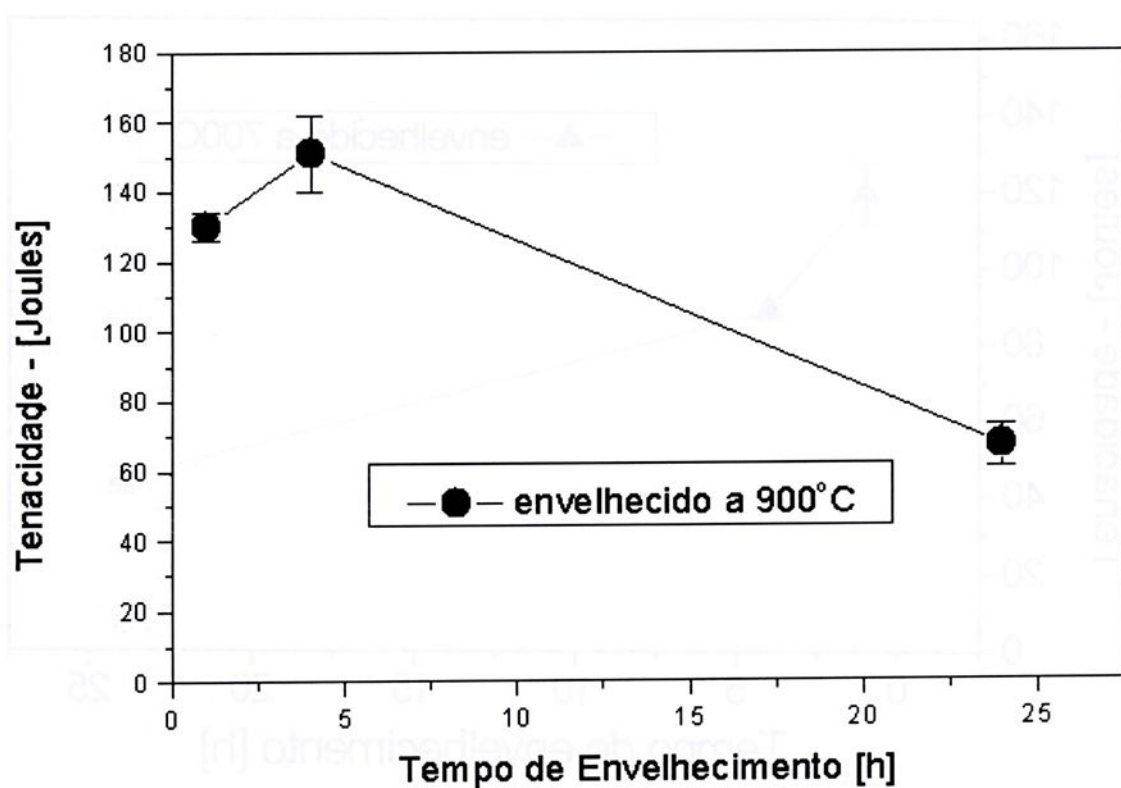
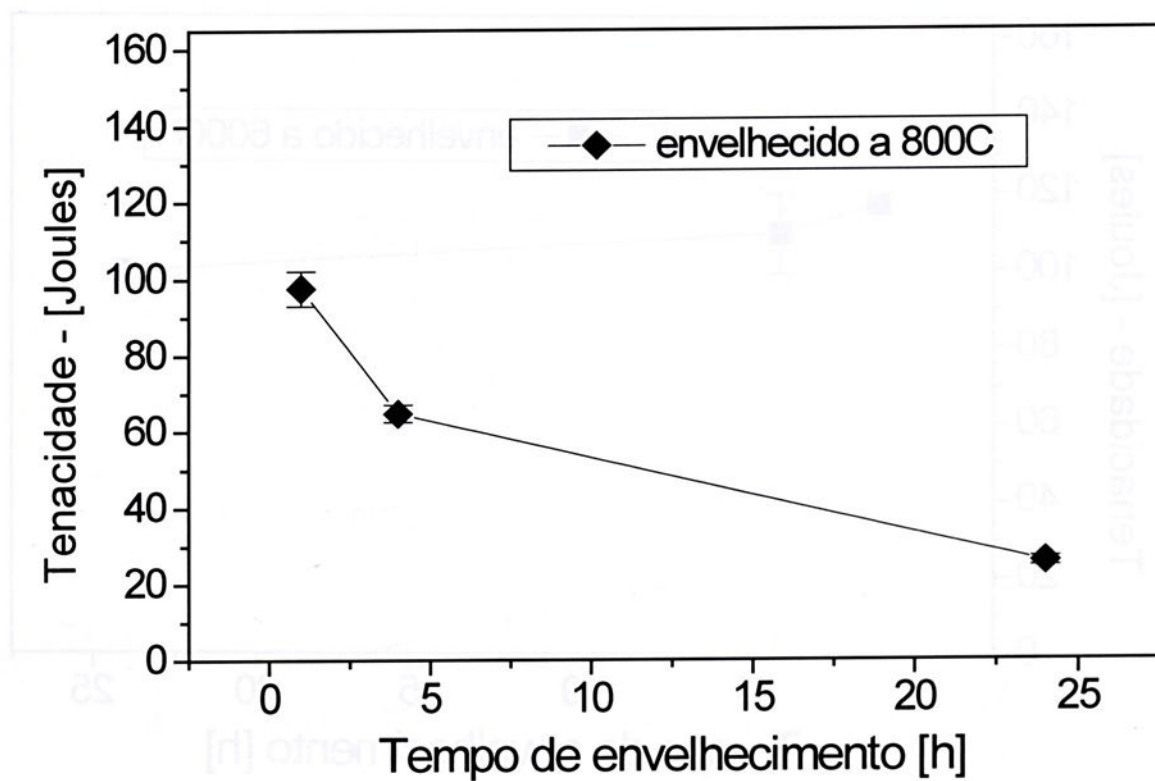


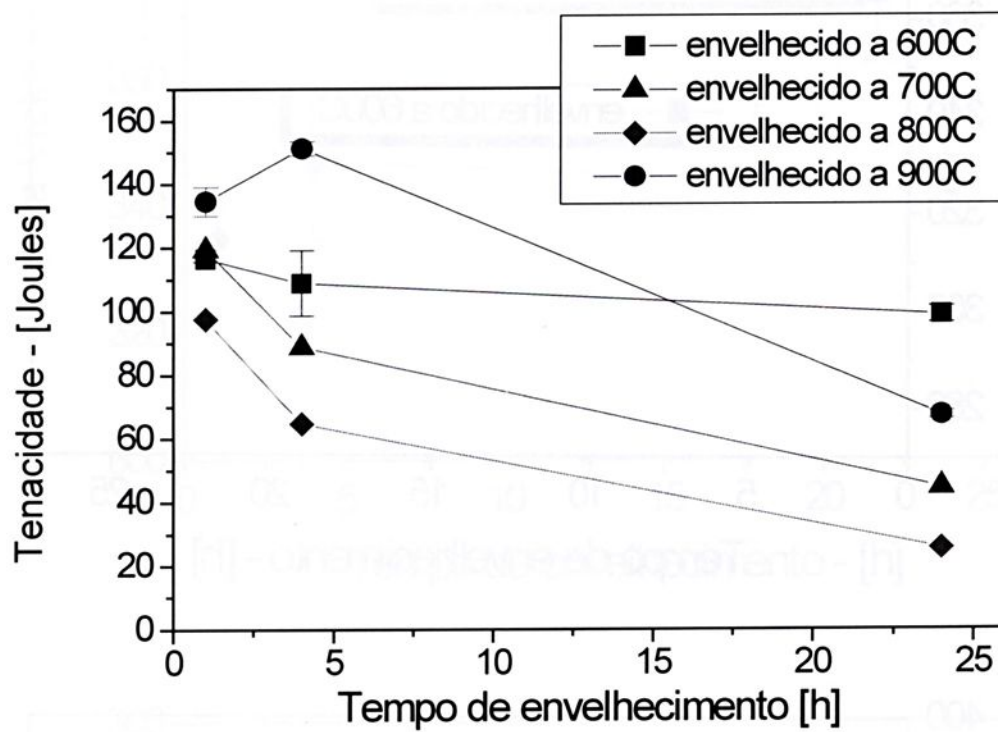
- SIMMONS, J. W., COVINO JR., B.S., HAWK, J.A., DUNNING, J.S. Effect of nitride(Cr_2N) precipitation on the mechanical, corrosion, and wear properties of austenitic stainless steel. *ISIJ International* v. 36, n. 7, p.846-854, aug 1997.
- SIMMONS, J. W., Overview: high-nitrogen alloying of stainless steels, *Materials Science and Engineering* v. A207, p. 159-169, 1996.
- SIMMONS, J. W. E ATTERIDGE, D.G., Low-ductility room temperature impact fracture of high-nitrogen austenitic stainless steels induced by transgranular and boundary nitrides, *Microstructural Science*, v.20, p. 311-325, 1993.
- STEIN, G. & MENZEL, J. Nitrogen alloyed – a new generation of materials with extraordinary properties, *International Journal of Materials and Products Technology*, v. 10, p. 290-302, n° 3-6, 1995.
- TOMOTA, Y., XIA, Y. e INOUE, K., Mechanism of low temperature brittle fracture in high nitrogen bearing austenitic steels, *Acta Metallurgica Inc.*, v. 46, n° 5, p. 1577-1587, 1998.
- USTINOVSHIKOV, Y. et al. Microstructure and properties of the high-nitrogen Fe-Cr austenite. *Materials Science and Engineering*, v.A262, p.82-87, 1999.
- WILSON, J., Biocompatibility and Tissue Response to Implants, *Anales de Quimica*, Ed.93, S15-S16,1997.

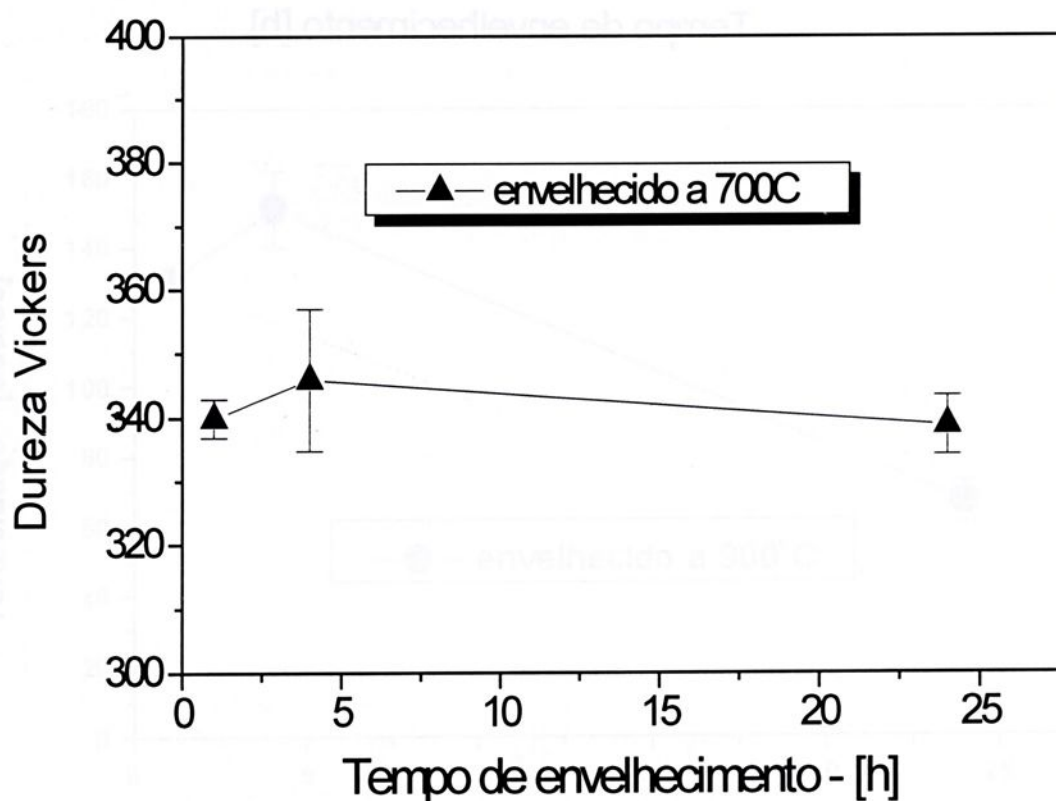
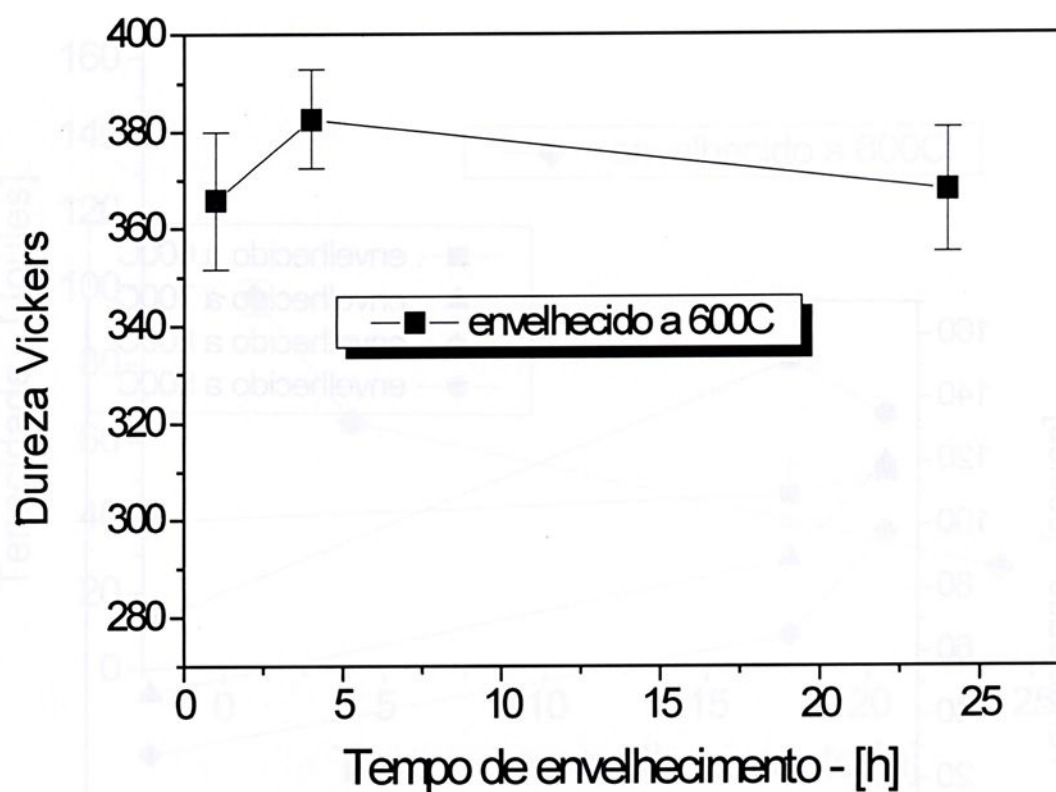
ANEXO A

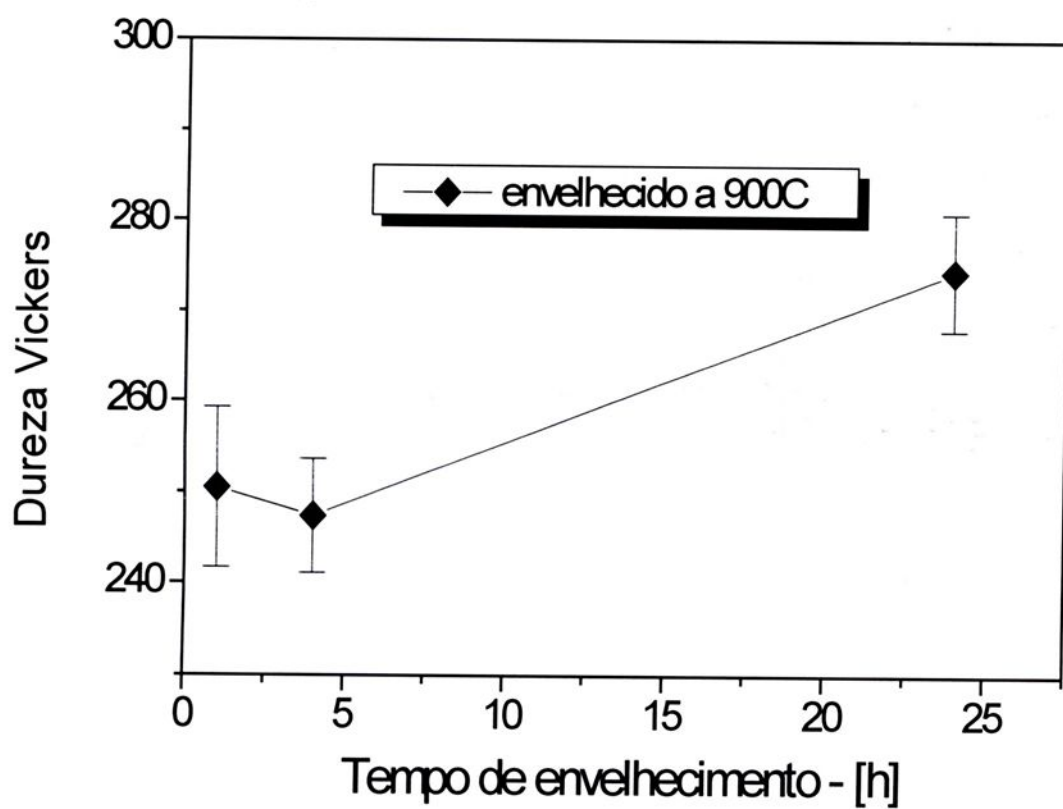
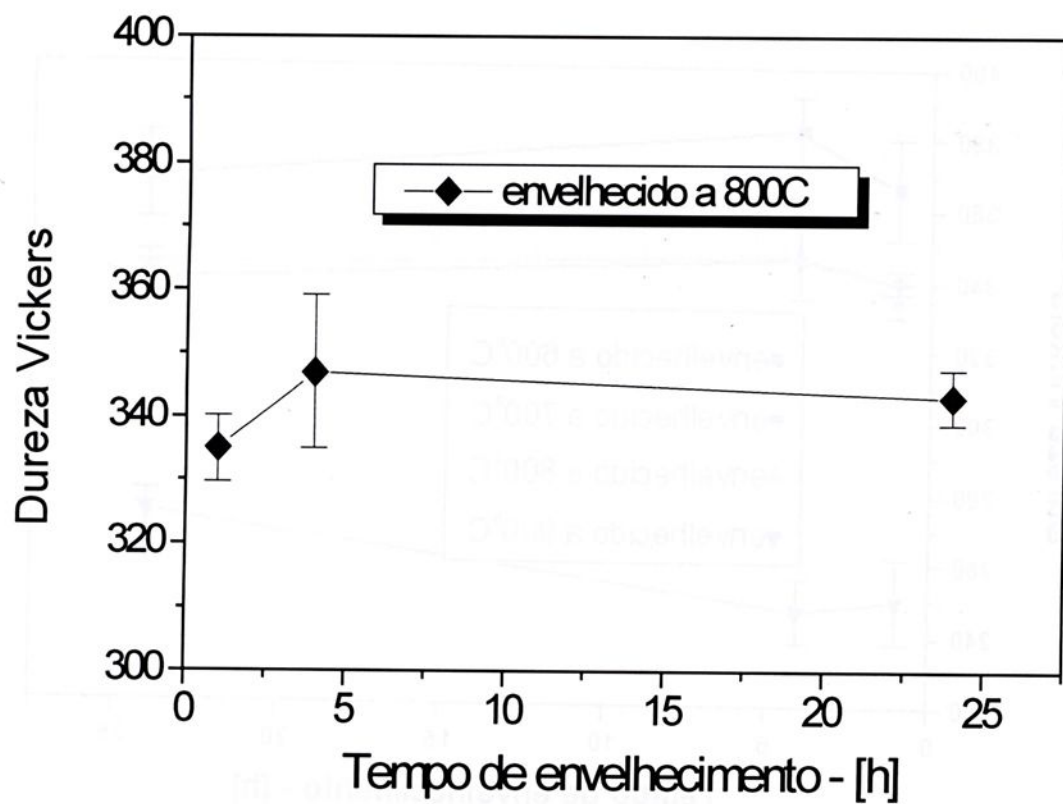


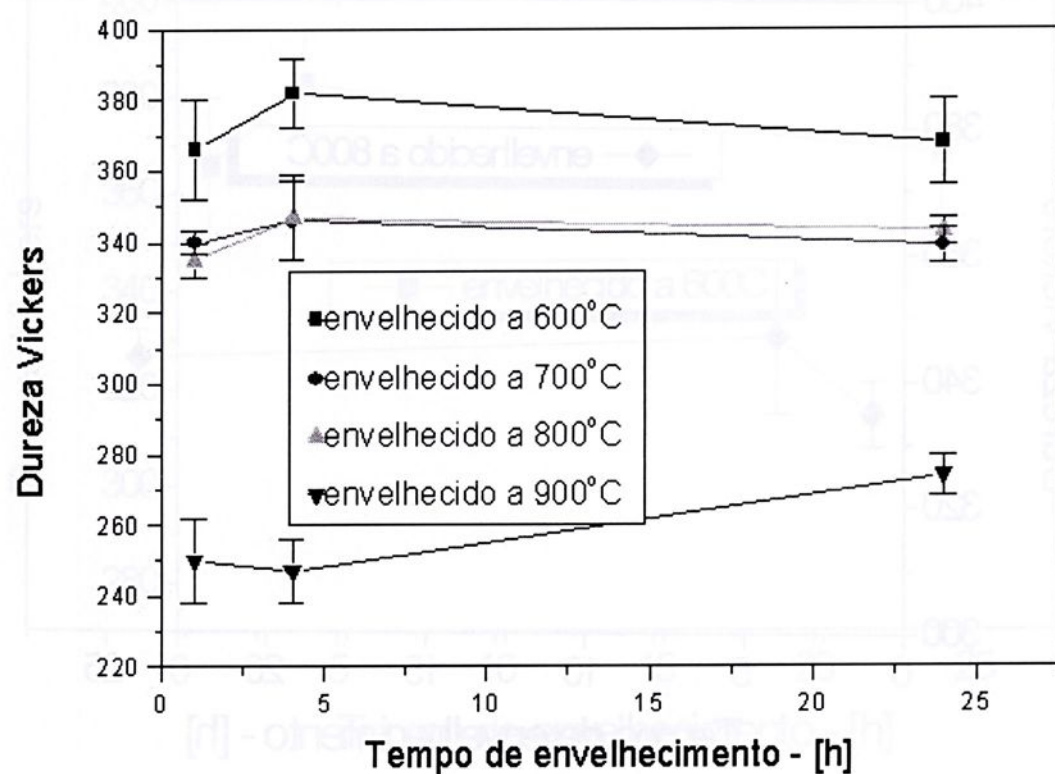














UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"

Câmpus de Ilha Solteira

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica

Av. Brasil Centro, 56

15385-000 Ilha Solteira - SP

www.dem.feis.unesp.br

