

## ESTUDO DAS CARACTERÍSTICAS EM FADIGA DA LIGA TI-35NB-2,5SN LAMINADA A QUENTE<sup>1</sup>

Carlos Eduardo Celestino de Andrade<sup>2</sup>  
Ammy Müller Souza Carvalho<sup>3</sup>  
Bruno Souza Fernandes<sup>3</sup>  
Wilton Walter Batista<sup>4</sup>  
Sandro Griza<sup>4</sup>

### Resumo

A produção de novas ligas de titânio tem sido incentivada para uso biomédico a fim de reduzir as limitações quanto ao módulo de elasticidade e citotoxicidade das ligas atualmente comercializadas, em particular a Ti6Al4V. Esse trabalho estuda as características em fadiga da liga Ti-35Nb-2,5Sn laminada a quente e resfriada em água, através das diretrizes observadas na norma ASTM E466. Foram produzidos lingotes da liga em forno a arco voltaico com atmosfera controlada de argônio. Os lingotes foram submetidos a tratamentos de homogeneização a 1.000°C por 12 horas e depois foram laminados a 800 graus com 40% de redução. Corpos de prova de fadiga foram usinados e obtidas curvas S-N ao ar. Os micromecanismos de fratura foram analisados em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os resultados foram comparados com os dados publicados na literatura para ligas betas estabilizadas e foram discutidos os potenciais de aplicação das novas ligas.

**Palavras-chave:** Fadiga; Liga Ti-35Nb-2,5Sn; Laminação a quente.

### STUDY ON THE CHARACTERISTICS OF FATIGUE TI-35NB-2,5SN ALLOY HOT ROLLING

### Abstract

The production of new titanium alloys has been stimulated for biomedical use to reduce the limitations regarding to elastic modulus and cytotoxicity of the alloys currently available, particularly Ti6Al4V. This paper studies the fatigue characteristics of hot rolled and water quenched Ti-35Nb-2,5Sn through the guidelines found in ASTM E466. Alloy ingots were produced in the electric arc furnace with controlled atmosphere of argon. The ingots were subjected to homogenization at 1,000°C for 12 hours, and hot rolled at 800°C with 40% reduction. Specimens were machined and fatigue SN curves obtained in air. The micromechanisms of fracture were analyzed by scanning electron microscope (SEM). The results were compared with data published in the literature for beta stabilized alloys discussed the potential application of new alloys.

**Keywords:** Fatigue; Ti-35Nb-2, 5Sn alloy; Hot rolling.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheiro de Materiais. Mestrando, Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (P2CEM), Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.

<sup>3</sup> Graduando (a), Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.

<sup>4</sup> Engenheiro de Materiais e Engenheiro Mecânico respectivamente. Prof. Dr., P2CEM e Graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

A produção de novas ligas de titânio tem sido incentivada para uso biomédico a fim de reduzir as limitações quanto ao módulo de elasticidade e citotoxicidade das ligas atualmente comercializadas, em particular a Ti-6Al-4V. Esses implantes metálicos ortopédicos quando em serviço estão suscetíveis a falhar por mecanismos induzidos por tensões cíclicas, conduzindo a falha prematura de forma inesperada e catastrófica.<sup>(1)</sup> Os fatores desencadeadores são variados, entre eles podem ser citados a má seleção do material, erros de projeto, na produção e na inserção do implante, falhas de reparação do osso; ou até mesmo uma combinação desses fatores.<sup>(2)</sup>

A liga Ti-6Al-4V é a liga com maior produção comercial, e sua caracterização microestrutural evidencia a presença das fases  $\alpha$  e  $\beta$ . Essa liga possui elevada resistência (alto desempenho em tração) e baixa densidade, cerca de 40% menor que o aço. A depender do histórico de processamento termomecânico, esta liga pode apresentar diferentes arranjos microestruturais, que são classificados como: globular, acicular ou equiaxial, dependendo da sua morfologia. A microestrutura acicular é encontrada disposta em lamelas, apresentando-se na forma martensítica ou em colônias denominadas *basketweave/Widmanstätten*.<sup>(3-6)</sup> A microestrutura globular alfa mais beta é requerida pelas normas de materiais biomédicos.

No entanto, a liga Ti-6Al-4V quando implantada pode sofrer desgastes em longo prazo, liberando íons de metais (alumínio e principalmente o vanádio) que são tóxicos ao organismo humano.<sup>(1)</sup> Eventualmente, as partículas de desgaste podem até promover a metalose, que é uma tumorização importante que pode trazer sérios problemas ao paciente. Atualmente, vem sendo estudadas ligas de titânio do tipo  $\beta$  com a presença de elementos de liga não tóxicos. Essas ligas têm apresentado grande potencial para aplicação em implantes ortopédicos<sup>(7)</sup> sendo que já existem ligas normatizadas de titânio ligado a elementos como Molibdênio e Zircônio. Porém, estudos recentes mostram que as ligas ao Nb e Sn produzem a relação mais atrativa entre resistência e módulo de elasticidade.

Na literatura encontram-se registros que sugerem que a adição de 2,5% a 4% em peso de Sn em ligas Ti-Nb estabiliza a fase  $\beta$  e suprime a transformação martensítica. O menor módulo observado foi de 50,7 GPa para a liga Ti-40Nb-2,5Sn. Este módulo é significativamente menor que os 61,5 GPa encontrados para a liga Ti-Nb sob as mesmas condições de processamento.<sup>(8)</sup>

A resistência à fadiga do titânio e suas ligas é reportado como de extrema importância, uma vez que a fadiga é uma das principais causas de falhas em implantes ortopédicos.<sup>(9)</sup> Sendo assim, é necessário entender o comportamento mecânico do implante submetido a tensões cíclicas e determinar o tempo de vida em fadiga.

Logo, esse trabalho apresenta como proposta produzir as ligas e estudar as propriedades em fadiga ao ar e em ambiente simulando as condições corpóreas da liga Ti-35Nb-2,5Sn laminada a quente e resfriada em água, através das diretrizes observadas na norma ASTM E466, a qual descreve os procedimentos de ensaios de fadiga.

A proposta de produzir a liga através de laminação a quente é atrativa visto que atualmente apenas estudos desta liga laminada a frio são encontrados. Além do mais, estes estudos apresentam bons resultados de resistência mecânica para o caso de grandes níveis de deformação a frio (em torno de 90%), em detrimento a capacidade de deformação da liga. Além disso, níveis de deformação a frio são

elevados podem ser difíceis de ser reproduzido para o caso de produção de implantes em nível comercial.

Portanto, estudos de novos materiais para uso biomédico, novas rotas de produção termomecânica e o desempenho em fadiga dessas ligas deve ser incentivado a fim de dispor subsídios para que no futuro o material possa ser normatizado e então comercializado, e para que, assim, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa) possa homologar produtos fabricados a partir destes materiais.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

Neste trabalho foram utilizados os elementos Ti (grau 2), além de Nb e Sn com grau de pureza respectivamente (98,5%) e (99,98%), para composição da liga. Foi realizada limpeza química no titânio e nióbio, com emprego de solução composta por água, ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) e ácido fluorídrico (HF), na proporção de 1:1:1 e solução composta de água, ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ), ácido fluorídrico (HF) na proporção de 1:1:1:1, respectivamente. O Sn foi adquirido na forma de pequenos grânulos não precisando, portanto ser decapado.

Após a etapa de decapagem, foi realizada a pesagem, em balança analítica, para obter lingotes com 70 gramas. O procedimento de fundição foi realizado em forno (marca Analógica modelo AN0270), com atmosfera controlada de argônio. Lingotes de 70 gramas foram refundidos dois a dois para produzir lingotes de 140 gramas, condição necessária para o procedimento termomecânico e para a obtenção de corpos de prova de fadiga. Os lingotes foram submetidos a tratamentos térmicos de homogeneização à temperatura de  $1.000^\circ\text{C}$  por período de 12 h. Para tanto, foi utilizado forno tipo mufla (marca INTI e modelo FL 11300), com atmosfera inerte de argônio 5.0 analítico.

Transcorrida a etapa de homogeneização os lingotes foram enviados para execução de procedimento de laminação a quente a temperatura de  $800^\circ\text{C}$  seguida de resfriamento em água, obtendo-se chapas com uma redução de 40% e espessura final de 8 mm. O resfriamento em água iniciou-se 5 s após a laminação, e o valor da taxa de resfriamento entre  $650^\circ\text{C}$  e  $150^\circ\text{C}$  foi de aproximadamente  $200^\circ\text{C/s}$ . Antes de cada passe da laminação, as amostras foram reaquecidas a  $800^\circ\text{C}$  por 15 min. A temperatura foi monitorada constantemente com auxílio de termopar instalado em orifício lateral diretamente sobre os lingotes.

Para o ensaio de fadiga foram inicialmente usinados doze corpos de prova da liga, a partir da amostra em chapa obtida após a laminação a quente. Os corpos de prova foram usinados na direção de laminação. O ensaio foi conduzido em máquina MTS (modelo Bionix, Landmark 370.02, célula de carga de 15kN) com razão de carregamento igual a 0,1 e frequência de 30 Hz, à temperatura ambiente e ao ar, conforme preceitua a norma.<sup>(14)</sup> As dimensões dos corpos de prova utilizados são dependentes das dimensões obtidas após laminação a quente (Figura 1). Portanto, foram usinados corpos de prova com rosca M8, comprimento total de 40 mm e diâmetro base de 3,5 mm.



**Figura 1.** Corpo de prova de fadiga.

Para execução dos ensaios cíclicos em ambiente de 0,9% de NaCl, foi projetado, construído e testado dispositivo, conforme ilustra figura 2. O dispositivo basicamente consiste em uma câmara acrílica para contenção do fluido e um sistema de aeração que permite o fluxo contínuo. Para este estudo optou-se por aerar a câmara a cada 24 horas durante os ensaios. Nesta etapa os testes foram realizados em baixa frequência (1,25 Hz e razão de carregamento de 0,1), uma vez que a maioria dos implantes biomédicos está sujeitos a carregamentos cíclicos de baixa frequência e principalmente porque o efeito de corrosão-fadiga é mais pronunciado quando o ensaio é realizado em baixa frequência.<sup>(15, 16)</sup> A resistência a corrosão – fadiga do titânio é quase independente do valor de pH,<sup>(17)</sup> logo a solução aquosa 0,9% NaCl objeto do estudo foi ajustada para pH neutro.

Os corpos de prova foram lixados até a lixa de granulação 1200 Mesh, tanto para os ensaios ao ar quanto para os ensaios em ambiente, de tal forma que não apresentassem riscos e defeitos que criariam efeitos indesejáveis na etapa de iniciação da trinca no ensaio de fadiga. A análise dos micromecanismos de fratura foi realizada em microscopia eletrônico de varredura (MEV JeolCarryScope, modelo JCM 5700).

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

O perfil da curva S-N ao ar e em ambiente de 0,9% NaCl para a liga Ti-35Nb-2,5Sn laminada a quente é apresentada na figura 3. Verifica-se que o limite de resistência à fadiga da curva obtida ao ar tende a 250 MPa para um número de ciclos  $N = 2 \times 10^6$ . Este valor de limite de resistência a fadiga está semelhante ao observado para outras ligas do tipo beta, como por exemplo, a liga Ti-24Nb-4Zr-7.6Sn reportada na literatura.<sup>(15)</sup> Percebe-se para aquelas amostras ensaiadas em ambiente de 0,9 % NaCl, que há uma tendência de redução da resistência a fadiga.

A resistência à fadiga em alto ciclo é caracterizada pela etapa de nucleação da trinca e varia conforme a microestrutura da liga.<sup>(15)</sup> A Figura 4a ilustra imagens da análise fractográfica da liga Ti-35Nb-2,5Sn após ensaio de fadiga obtidas por microscopia eletrônica de varredura a uma tensão nominal no ensaio de fadiga de 350 MPa. É possível observar nas Figuras 4b e 4c diferentes padrões de estrias de fadiga encontradas próximo a superfície. Observa-se também na zona de ruptura final o desenvolvimento de coalescimento de microcavidades que podem ser visualizados a baixo aumento (Figuras 4d e 4e). O aspecto de fratura rugosa é indicativo de grãos grosseiros.

O padrão fractográfico (Figura 4) indica vários pontos de iniciação e propagação de trincas, as diferenças observadas no que diz respeito às estrias de fadiga podem ser atribuídos aos diferentes planos de propagação de trincas verificados próximos a superfície. Na região de ruptura final foi verificada a formação de dimples grandes e profundos e bandas de deslizamento no interior dos dimples em região de transição de mecanismo de fratura. Isso indica que a liga de Ti-35Nb-2,5Sn possui característica dúctil.

A Figura 5a ilustra imagens da análise fractográfica da liga Ti-35Nb-2,5Sn após ensaio de corrosão - fadiga obtidas por microscopia eletrônica de varredura a uma tensão nominal no ensaio de fadiga de 250 MPa. É possível observar um padrão fractográfico de aspecto menos dúctil com diferentes planos de propagação de trincas (Figura 5b) e degraus indicando que houve mudança de planos durante a propagação de trincas por corrosão - fadiga (Figura 5c), próxima a superfície. Na região de ruptura final foi verificada a formação de dimples rasos e orientados,

indicando baixo nível de deformação plástica. Isso indica que a liga de Ti-35Nb-2,5Sn ensaiada em ambiente agressivo de 0,9% de NaCl possui característica menos dúctil.

A liga testada ao ar deve apresentar limite de fadiga entre o intervalo de 250 MPa a 200 MPa. Este valor deverá ser confirmado através de mais alguns ensaios que estão em andamento em nosso laboratório. De acordo com estudos recentes,<sup>(18)</sup> uma tensão neste intervalo é requerida para produzir a transformação de beta para alfa duas linhas por deformação, nesta mesma liga. Então é possível supor que o limite de fadiga da liga está associado à esta transformação de fase. Ora, a formação de alfa duas linhas junto a superfície por deformação plástica localizada pode ser um fator incentivador da formação de intrusões e extrusões, ou seja, a nucleação da fadiga.

No caso de baixo ciclo, percebeu-se que o meio agressivo contribui para a redução da resistência a fadiga do material. Isso pode ser explicado pela ação corrosiva do ambiente junto a ponta de um defeito que propaga por sollicitação cíclica. É necessário realizar mais ensaios para verificar se o limite de fadiga para o caso de ambiente agressivo será menor ou igual ao encontrado para o caso de fadiga ao ar. Análises prévias,<sup>(18)</sup> bem como o aspecto da fratura indicam que o material apresenta granulometria grosseira. O desempenho mecânico dessa liga foi compatível com o de outras ligas estudadas e disponíveis na literatura. No entanto, procedimentos mais severos de laminação a quente, além dos 40% de redução aplicados neste estudo, podem melhorar o desempenho mecânico e a resistência a fadiga dessa liga.



**Figura 2.** Câmera instalada em máquina de ensaio cíclico.

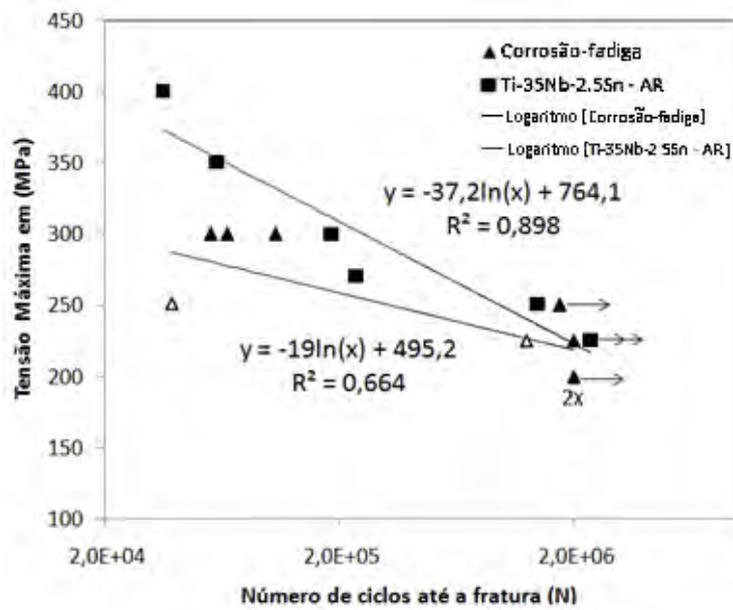


Figura 3. (a) curva S-N para a liga Ti-35Nb-2,5Sn.

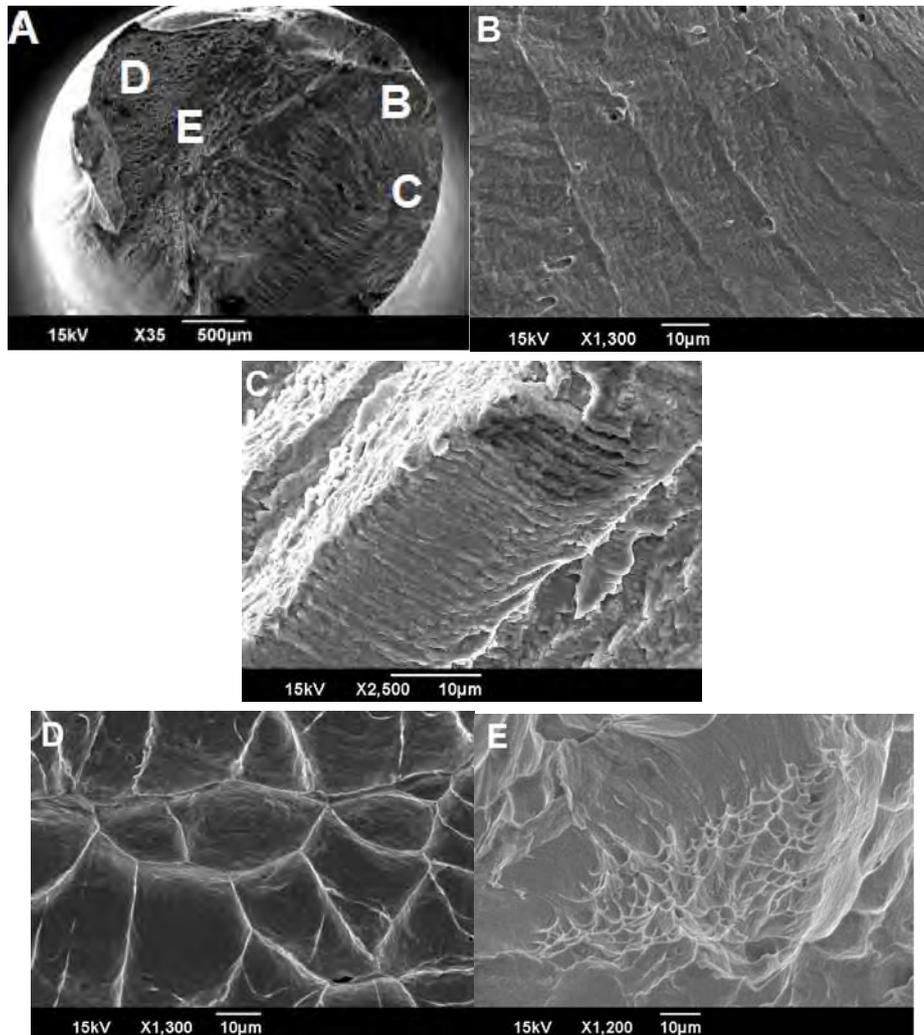
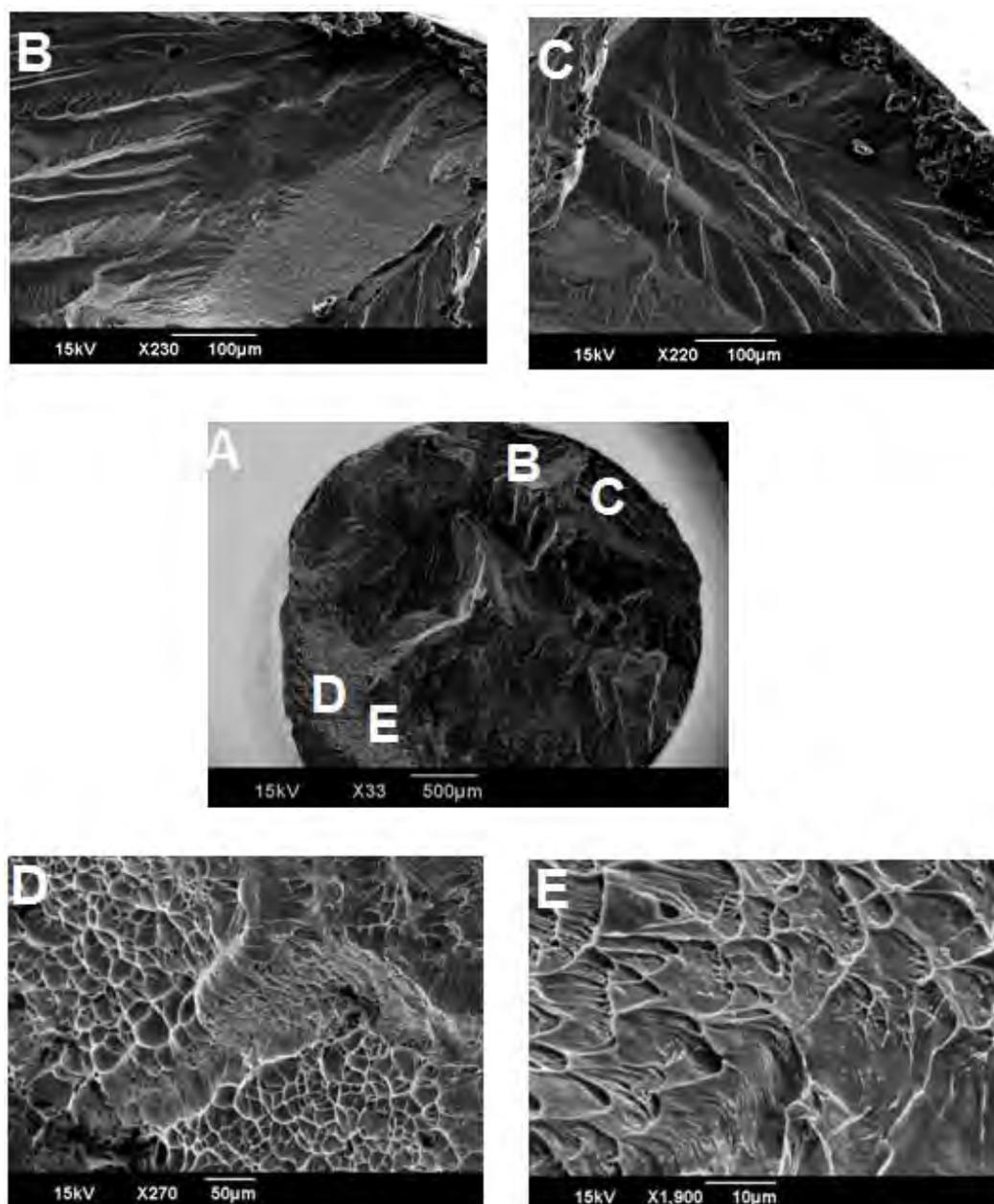


Figura 4. Em (a) análise fractográfica obtida por microscopia eletrônica de varredura da liga Ti-35Nb-2,5Sn após ensaio de fadiga a uma tensão nominal de 350 MPa. É possível observar em (b) e (c) diferentes padrões de estrias de fadiga encontradas próximo a superfície do corpo de prova e em (d) e (e) microcavidades que podem ser visualizada a baixo aumento.



**Figura 5.** Em (a) análise fractográfica obtida por microscopia eletrônica de varredura da liga Ti-35Nb-2,5Sn após ensaio de corrosão - fadiga a uma tensão nominal de 250 MPa. É possível observar em (b) diferentes planos de propagação de trinca, em (c) mudança de planos durante a propagação de trinca por fadiga, encontrada próximo a superfície do corpo de prova e em (d) e (e) microcavidades rasas que podem ser visualizada a baixo aumento.

#### 4 CONCLUSÃO

A liga Ti-35Nb-2,5Sn laminada a quente com 40% de redução tende a apresentar entre 200 MPa e 250 MPa de limite de fadiga ao ar. Este resultado é semelhante ao observado na literatura para outras ligas de titânio beta.

A resistência dessa liga em ambiente corpóreo simulado tende a ser inferior no caso de baixo ciclo.

A análise da superfície de fratura revelou que a liga Ti-35Nb-2,5Sn possui característica dúctil e que a ductilidade é reduzida no caso de ensaios de baixo ciclo em ambiente corpóreo.

## Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer as agencias de financiamento CAPES, FINEP e CNPq.

## REFERÊNCIAS

- 1 Zhang, D.C. et al. Effect of Sn addition on the Microstructure and Superelasticity in Ti-Nb-Mo-Sn Alloys. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, volume 13, pág.: 156-165, 2012.
- 2 AZEVEDO, C. R. F. & HIPPERT JR., E., Análise de falhas de implantes cirúrgicos no Brasil: a necessidade de uma regulamentação adequada. *Cad. Saúde Pública*, Rio de Janeiro, 8(5):1347-1358, 2002.
- 3 HANDBOOK. Fatigue and Fracture Properties of Titanium Alloys. ASM INTERNATIONAL, volume 19, 1996.
- 4 ASM Handbook Metals vol. 9, Metallography and Microstructures, ASM International, 10th Edition Metals Handbook, published in 1991.
- 5 DING, R., GUO, Z.X., WILSON, A., Microstructural evolution of a Ti-6Al-4V alloy during thermomechanical processing, *Materials Science and Engineering A327* (2002) 233–245.
- 6 GIL, F.J. et al. The effect of cooling rate on the cyclic deformation of b-annealed Ti-6Al-4V, *Materials Science and Engineering A349* (2003) 150-155.
- 7 Matsumoto, H. et al. (2007). Microstructures and mechanical properties of metastable  $\beta$  TiNbSn alloys cold rolled and heat treated. *Journal of alloys and compounds*, v. 439, p. 145-155.
- 8 Ozaki, T., Matsumoto, H., Watanabe, S., Hanada, S., Beta Ti alloys with Young's modulus. *Materials Transactions*, volume 45, pp. 2776-2779, 2004.
- 9 Teoh, S. H., Fatigue of biomaterials: a review. *International Journal of Fatigue*, volume 22-10, pág.: 825-837, 2000.
- 10 Cremasco, A. et al. (2011). Correlations between aging heat treatment,  $\omega$  phase precipitation and mechanical properties of a cast Ti-Nb alloy. *Materials & Design*, v.32, p. 2387-2390.
- 11 Elias, L. M. et al. (2006). Microstructural and mechanical characterization of biomedical Ti-Nb-Zr(-Ta) alloys. *Materials Science & Engineering A*, v.432, p. 108-112.
- 12 Sun, F. et al. (2011). A thermo-mechanical treatment to improve the superelastic performances of biomedical Ti-26Nb and Ti-20Nb-6Zr (at%) alloys. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, v. 4, p. 1864-1872.
- 13 Kim, J. et al. (2005). Shape memory behavior of Ti-22Nb-(0.5-2.0)O(at%) biomedical alloys. *Materials Transactions*, v. 46, p. 852-857.
- 14 ASTM E 466, 2007. *American Society for Testing Materials, Philadelphia*. E466; *Standard Practice for Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials*. 2007.
- 15 Li, S.J. et al. Fatigue properties of a metastable  $\beta$ -type titanium alloy with reversible phase transformation. *Acta Biomaterialia*, volume 4, pág.: 305-317, 2008.
- 16 Geetha, M.; Singh, A. K.; Asokamani, R.; Gogia, A. K. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review, *Progress in Materials Science*, volume 54, pág.: 397-425, 2009.
- 17 Yu J, Zhao ZJ, Li LX. *CorrosSci*; volume 35, pág.: 587–97. 1993.
- 18 D. H. G. S. Sá, A. M. G. Tavares, I. A.D. Santos, J. G. de Blas, W. W. Batista, S. Griza, INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE Sn SOBRE A MICROESTRUTURA E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE LIGAS DE Ti-Nb DO TIPO  $\beta$ -METAESTÁVEL, 20<sup>o</sup> CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 04 a 08 de Novembro de 2012, Joinville, SC, Brasil