

**NÚCLEO
INOX**



Núcleo de Desenvolvimento Técnico/Metodológico do
Aço Inoxidável - Núcleo Inox
Av. Nove de Julho, 4015
CEP: 01407-100 - São Paulo - SP - Brasil
Tel.: (011) 887-2033
Fax: (011) 885-8124



INOX'94

IV Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável

Seminário

**NÚCLEO
INOX**



INOX'94

**IV Seminário Brasileiro
do Aço Inoxidável**

23 a 25 de novembro de 1994
São Paulo

DESENVOLVIMENTO DE NOVOS AÇOS INOXIDÁVEIS COM EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA

JORGE OTUBO/PAULO ROBERTO MEI - FEM/DEMA - UNICAMP - CP 6122 - CEP 13 081-970 - CAMPINAS, SP
SADAMU KOSHIMIZU - IPEN/CNEN - CP 11049 - CEP 05422-970 - SÃO PAULO, SP.

RESUMO

Entre as ligas com Efeito de Memória de Forma (EMF), a mais conhecida e de melhor desempenho é a liga NITI com recuperação de forma em torno de 6 a 7%. No entanto é uma liga cara e de difícil elaboração. Como alternativa é apresentado neste trabalho, talvez pioneiro no Brasil, o desenvolvimento de duas ligas com EMF a base de aços inoxidáveis. Resultados preliminares obtidos indicam que em termos de elaboração e de conformação mecânica as ligas a base de aços inoxidáveis não apresentam maiores problemas e a recuperação de forma após uma pré-deformação de 4% por ensaio de dobramento se situa em torno de 80%.

INTRODUÇÃO

O EMF é o termo usado para descrever a capacidade de certos materiais, após serem deformados plasticamente, de voltarem ao estado original com o aquecimento. A figura 1 apresenta esquematicamente estes fatos. No lado esquerdo tem-se uma moeda feita de uma liga comum. Quando tracionado além do limite elástico, ela apresenta uma deformação plástica permanente e seu formato inicial não é recuperado com posterior aquecimento. Se o mesmo procedimento for aplicado numa moeda com EMF, ao ser posteriormente aquecida, a moeda voltará ao estado original. Fisicamente, o EMF aparece em algumas ligas especiais que apresentam transformação martensítica cristalográficamente reversível.









LIGA NORMAL	ESTADO	LIGA COM MEMÓRIA
	FORMA ORIGINAL	
	ESTICADO	
	SOLTO	
	AQUECIDO	

Figura 1. Representação esquemática da diferença de comportamento de uma liga normal comparada a uma liga com efeito de memória de forma com relação a deformação e posterior aquecimento.

As primeiras ligas com EMF, foram desenvolvidas na década de 50 em Au-Cd (1951) e In-Tl (1952) [1,2]. Na década de 60 foram desenvolvidas as ligas de NITI pela NASA [3] e ligas a base de Cu [4]. Metalurgicamente, as ligas a base de Cu são as mais conhecidas devido a facilidade de obtenção de monocristais. No entanto, em termos de aplicação, a mais importante é a de NITI. Esta liga apresenta recuperação de forma em torno de 6 a 8%.

Mais recentemente, foi verificado que ligas a base de Fe também exibem o EMF sob certas condições [1,2]. FePt, FePd, FeNiCoTi, FeMoSi, etc. Destas as ligas de Fe-Pt e Fe-Pd tem sido estudadas somente por interesse acadêmico por serem o Pt e o Pd metais muito caros.

Uma das ligas mais estudadas é a liga a base de Fe-Mo-Si [4-13]. Esta liga apresenta transformação martensítica não termodinamicamente passiva (FCC) para fase (HCP). Próximo de Ms (temperatura de início da formação da martensita no resfriamento), a martensita e pode também ser induzida através de tensão mecânica. A reversão da martensita e induzida por tensão com o aquecimento é que proporciona a recuperação de forma. A literatura [1,14] indica que no sistema Fe-Mo-Si, uma combinação adequada da Ms e da T_N (temperatura de Néel) é fundamental para que se tenha um bom EMF. Em primeiro lugar, a Ms deve estar somente um pouco abaixo da temperatura de deformação. Se a Ms for alta, a martensita já existe e suprime a transformação martensítica induzida por tensão. Por outro lado, se a Ms estiver muito abaixo da temperatura de deformação, a transformação martensítica induzida por tensão é dificultada, necessitando-se de uma grande tensão mecânica para formar a martensita. O controle da Ms pode ser feito modificando-se o teor de Mo. O aumento no teor de Mo abaixa a Ms. No entanto, a T_N aumenta com a elevação do teor de Mo. Se a T_N é maior que a Ms, estabiliza-se a austenita (γ). A adição de Si abaixa a T_N sem afetar a Ms. Logo a Ms e a T_N podem ser controladas pelos teores de Mo e Si. Além disso, o Si aumenta a resistência mecânica da fase matriz e reduz a energia de falta de empilhamento, melhorando portanto o EMF. Murakami et al. [13], citam que os melhores resultados em termos de EMF são para concentrações de Mo entre 28 e 33% e de Si entre 4 e 6%. As vantagens dessa liga são baixo custo, EMF razoável (em torno de 3%) e a Ms próxima a temperatura ambiente. No entanto é uma liga de difícil trabalhabilidade e resistência a corrosão muito baixa.

Para sanar o problema de baixa resistência a corrosão, porém mantendo ou melhorando a propriedade de EMF, pesquisas estão sendo realizadas principalmente pelos japoneses [14,15,16,17]. Adições de outros elementos estão sendo feitas mantendo-se como base a liga Fe-Mo-Si. Cr de 7 a 15%, Ni < 10%, Mn < 15%, Si < 7% e Co de 0 a 15%. A Ms pode ser controlada alterando-se com a composição química da liga.

O efeito de cada elemento pode assim ser descrito: O Cr é adicionado para proporcionar à liga resistência a corrosão, isto é, caráter inoxidável. No entanto, o Cr interfere também na Ms e na T_N. Onaka et al. [14] mostraram que para manter a Ms constante, o teor de Mn deveria ser decrescido para compensar a adição do Cr. Como a T_N diminui com o aumento do teor de Cr, não afeta em termos de EMF. Foi verificado também que teor de Cr acima de 7% implica no aparecimento da fase σ , que fragiliza o material, reduzindo a sua tenacidade. Para tanto é adicionado Ni, que suprime a fase σ . Além dos elementos acima, Moriya et al. [17] adicionaram Co, que segundo Miyazaki e Onaka [1] aumenta a temperatura Curie, resultando em pequena mudança de volume e baixo módulo de elasticidade após transformação martensítica, o que accentua o EMF.

FABRICAÇÃO E CONFORMAÇÃO DAS LIGAS

Baseados nos dados acima, foram definidas duas ligas com as composições: 1) Fe-9Cr-5Ni-14Mo-5,5Si denominada de CrNi e 2) Fe-12Cr-8Ni-8Mo-5,5Si-12Co denominada de CrNiCo.

Os lingotes foram elaborados em um Forno de Indução a Vácuo (VIM) em escala de laboratório, utilizando-se como matéria prima, Co, Cr e Ni eletrolítico; Si e Mn metálico e Ti e Fe puros. A análise química dos dois lingotes estão na Tabela 1, onde foi colocada também a composição da liga 9Cr da NKK [16,17] que será utilizada para comparação de propriedades mecânicas com as ligas produzidas neste trabalho.

Tabela 1. Composição química dos lingotes (% em peso)

Liga	C	Si	Mn	Ni	Cr	Co
CrNi	0,037	5,27	13,61	4,77	9,08	0,25
CrNiCo	0,044	5,16	7,81	5,74	13,02	11,85
9Cr	-	5,9	14,3	5,4	9,1	-

A dimensão final de cada lingote foi: 70x70mm na cabeça e 60x60mm no pé.

Posteriormente, os lingotes foram aquecidos a 1180°C/2h e forjados a quente para um perfil quadrado de 40x40mm e em seguida seccionados longitudinalmente em barras menores de 20x20mm.

Posteriormente foram aquecidas a 1100°C/1h e laminadas a quente para o fio máquina. As dimensões finais foram 5,60x5,15mm para a liga CrNi e 6,75x6,75mm para a liga CrNiCo com um perfil quadrado de cantos arredondados.

Após a laminação, os dois fios máquina foram solubilizados a 1050°C/40min. com resfriamento em água.

Em seguida foram calibrados por trefilação para diâmetros 5,05mm (CrNi) e 5,60mm (CrNiCo) e novamente solubilizados a 1050°C/40min.

Micrografias das seções transversais das ligas CrNi e CrNiCo na forma de fios máquina solubilizado apresentaram maclas de recocimento e tamanho de grão 5 ASTM para a primeira e de 2 a 3 ASTM para a segunda. Essa tendência continuou nas bitolas de 5,05mm (CrNi) e 5,60mm (CrNiCo). Isto é, tratadas nas mesmas condições, a liga CrNiCo sempre apresentou tamanho de grão maior. Após a calibração, as duas ligas apresentaram estrutura martensítica induzida pela deformação. As figuras 2 e 3 apresentam respectivamente estrutura típica do fio máquina solubilizado e após calibração. A Tabela 2 dá as características dos materiais nos três estágios. No estado solubilizado, nos dois estágios, a dureza da liga CrNi foi levemente superior ao da liga CrNiCo. No estado encruado, a dureza das duas ligas foram semelhantes. No entanto estes valores devem ser considerados com ressalvas pois a taxa de redução de área na calibração não pôde ser medido com precisão devido ao perfil irregular dos fios máquina de partida.

Tabela 2. Características de dureza e tamanho de grão após solubilização, calibração e nova solubilização.

LIGA	ESTADO	DUREZA(HV)	T.G (ASTM)
CrNi	5,15x5,15 sol.	193	5
	5,05 calibrado	374	-
	5,05 sol.	210	4 a 6
CrNiCo	6,75x6,75 sol.	173	2 a 3
	5,50 calibrado	378	-
	5,50 sol.	180	3

Após solubilização nos diâmetros 5,05 mm(CrNi) e 5,60mm (CrNiCo), ambas as ligas foram trefiladas para diâmetro de 1,20mm. Durante a trefilação, foram efetuados recocimentos intermédios em forno contínuo a 1050°C em atmosfera protetora de 60%N₂ + 40%H₂. A redução de área entre recocimentos variou de 40 a 50%. Reduções maiores provocavam a ruptura do fio.

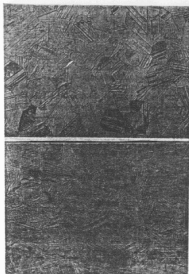


Figura 2. Micrografia ótica da liga CrNiCo na bitola de 6,75x6,75mm após solubilização a 1050°C/40min.
Aumento 100X, ataque água régia.

Figura 3. Mesmo material da figura 2 após calibração para diâmetro 5,50mm.
Aumento 100X, ataque água régia.

Durante a trefilação, foram retiradas amostras para ensaios de tração. Os resultados se referem sempre a amostras recozidas.

Na Tabela 3 estão apresentados resultados de ensaios de tração para as ligas CrNi e CrNiCo deste trabalho e para comparação a liga 9Cr da NKK[17] com composição similar a liga CrNi. Em termos de resistência a tração, os valores apresentados pelas ligas CrNi e CrNiCo são praticamente semelhantes. Já a liga CrNi quando comparada a liga 9Cr seu valor foi 50MPa superior. Ainda para as duas ligas CrNi e 9Cr, a diferença foi bem maior quando se comparou os valores de limite de escoamento com 130MPa a mais para a primeira. Em termos de alongamento, as comparações ficaram prejudicadas pois os comprimentos iniciais eram diferentes. Em termos de redução de área, o melhor resultado foi apresentada pela liga CrNi seguida da liga CrNiCo e por fim pela liga 9Cr. Isto é, as duas ligas elaboradas neste trabalho mostraram-se mais dúcteis e ao mesmo tempo com maior resistência a tração que a liga produzida pela NKK.

Tabela 3. Resultados de ensaios de tração

LIGA	CrNi	CrNiCo	9Cr[17]
RT(MPa)	865,8	852,0	816
LE(MPa)	321,1	319,2	187
Along (%)	52,8(100mm)	61,2(100mm)	72(30mm)
Red. Área(%)	72,0	69,4	61

Para a verificação da existência ou não do EMF, as duas ligas no diâmetro de 1,20mm foram laminadas a frio até uma espessura de 0,22mm, onde foi feito um recozimento final a 1050°C/15min.

Em seguida foram realizados ensaios de dobramento e os resultados preliminares indicam que para uma pré-deformação inicial de 4%, a recuperação total após aquecimento foi em torno de 80% para a liga CrNi e de 81% para a liga CrNiCo. Yang Chen e Weyman [18] trabalhando com material da NKK, obtiveram recuperação de forma em torno de 87%, o que indica que estamos no caminho certo. Detalhes do ensaio de dobramento e caracterização de outras propriedades físicas serão apresentados no 1º CBECCIMAT [19].

AGRADECIMENTOS

À Eletrometal e em especial ao Dr. José Diniz de Souza pelo incentivo e fornecimento de amostras; Ao Senhores Dr. Alain Jean Isore, Eugênio José de Almeida, Wagner Luiz Faustino, João Luz, Nilson C. Oliveira e Irmão Político pela ajuda na elaboração e nos ensaios de laboratório; Ao Dr. Marcelo Gonçalves do IPT pela ajuda na laminação das barras e, Ao CNPq pelo auxílio financeiro a um dos pesquisadores.

CONCLUSÕES

Em relação as ligas CrNi e CrNiCo produzidas neste trabalho pode-se concluir que:

1. Tanto em termos de elaboração como em termos de conformação mecânica a quente, as duas ligas não apresentaram maiores problemas.
2. Já em termos de trefilação (conformação mecânica a frio), a redução de área máxima entre recozimentos foi da ordem de 50%. Maiores reduções provocavam a ruptura do fio.
3. No estado solubilizado, tanto a liga CrNi como a liga CrNiCo apresentaram maclas de recozimento com crescimento de grão maior sempre para a segunda.
4. Com pequena redução por trefilação, as duas ligas apresentaram martensita induzida por deformação. Deve-se observar que a reversão da martensita induzida por tensão mecânica é que provoca o aparecimento do EMF.
5. Finalmente, em termos de EMF, os resultados preliminares foram bastante promissores com recuperação de forma em torno de 80% para uma pré-deformação de 4% em ambas as ligas.
6. Este trabalho visou principalmente verificar a viabilidade de elaboração das ligas e seu comportamento durante a conformação mecânica, chegando-se a fios de diâmetro 1,20mm sem maiores problemas. Mais detalhes de características físicas das ligas serão apresentadas no 1º CBECCIMAT/Dez. 94 em Águas de São Pedro, SP.

REFERÊNCIAS

1. S. MIYAZAKI and K. OTSUKA, ISIJ International, vol. 29, No. 5, pp. 353-377, (1989)
2. T. MAKI, Proc. Int Japan International SAMPE Symposium, Nov. 28-Dec. 1, 1989.
3. C. M. JACKSON, H. J. WAGNER and R. J. WASLEWSKI, NASA REPORT - SP 5110, 1972
4. A. SATO, E. CHISHIMA, K. SOMA and T. MORI, Acta Metall. Vol. 30, pp. 1177-1183, 1982.
5. A. SATO, E. CHISHIMA, Y. YAMAJI and T. MORI, Acta Metall. vol. 32, No. 4, pp. 539-547, 1984.
6. A. SATO, Y. YAMAJI and T. MORI, Acta Metall. Vol. 34, No. 2, pp. 287-294, 1986.

7. Y. HOSHINO, S. NAKAMURA, N. ISHIKAWA and A. SATO, *Materials Science Forum*, Vols. 56-58, pp. 643-648, 1990.
8. Y. HOSHINO et al., *Materials Transactions, JIM*, Vol. 33, No. 3, pp. 253-262, 1992.
9. J. S. ROBINSON and P. G. MACCORMICK, *Scripta Metallurgica*, vol. 23, pp. 1975-1978, 1989.
10. J. S. ROBINSON and P. G. MACCORMICK, *Materials Science Forum*, vols. 56-58, pp. 649-654, 1990.
11. K. TSUZAKI, Y. NATSUME, Y. KIYOKAWA and T. MAKI, *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 27, pp. 471-473, 1992.
12. Y. WATANABE, Y. MORI and A. SATO, *J. Materials Science*, vol. 28, pp. 1509-1514, 1993.
13. M. MURAKAMI, H. OTSUKA, H. G. SUZUKI and S. MATSUDA, *Proc. Int. Conf. on Martens. Transf. (ICOMAT-86)*, Japan Inst. Met., Sendai, p. 985, 1987.
14. H. OTSUKA, H. YAMADA, T. MARUYAMA, H. TANAHASHI, S. MATSUDA and M. MURAKAMI, *ISI, International*, Vol. 30, No. 8, pp. 674-679, 1990.
15. H. OTSUKA, H. YAMADA, H. TANAHASHI and T. MARUYAMA, *Materials Science Forum*, Vols. 56-58, pp. 655-660, 1990.
16. STAINLESS STEEL BASED SHAPE MEMORY ALLOY, *NKK Technical Bulletin*, Cat. No. 400-055.
17. Y. MORIYA, H. KIMURA, S. ISHIZAKI, S. HASHIZUME, S. SUZUKI and T. SAMPEL, *Journal de Psychique IV, Colloque C4, supplément au Journal de Psychique III*, Vol. 1, pp. 433-437, nov. 1991.
18. J. H. YANG, H. CHEN and C. H. WAYMAN, *Metallurgical Transactions A*, vol. 23A, pp. 1431-1437, may 1992.
19. J. OTUBO, P. R. MEI, 11^o CBCEMAT, Águas de São Pedro, SP, 11 a 14 de Dez. de 1994.

AVALIAÇÃO DA QUALIDADE EM IMPLANTES ORTOPÉDICOS DE AÇO INOXIDÁVEL

JOÃO CARLOS MIGUEZ SUAREZ
 INSTITUTO DE PROJETOS ESPECIAIS - IPE/CTEX
 Av. das Américas, 28705 - Guanabara
 CEP 23020-470, Rio de Janeiro, RJ

Engenheiro Industrial e de Metalurgia (IME, 1965) com pós-graduação na área de materiais (IME, 1977). Pesquisador titular do Centro Tecnológico do Exército (CTEX) e Chefe do Laboratório de Materiais do Instituto de Projetos Especiais, onde executa atividades relacionadas com o desenvolvimento e a garantia da qualidade de processos e produtos.

RESUMO

De uma maneira ideal, o implante ortopédico deve ser completamente inerte em relação ao corpo humano. Assim, uma das mais importantes considerações para que um certo material possa ser usado em implantes cirúrgicos é a sua compatibilidade com o corpo humano. Todavia as reações que ocorrem entre o implante e o tecido humano podem ser afetadas por muitos fatores, entre os quais se incluem a forma e o tamanho do implante, o movimento entre o implante e o tecido, a extensão do ataque por corrosão, a degradação geral do implante e a atividade biológica dos produtos que resultam da corrosão ou da degradação.

Vários tipos de materiais, metálicos e não-metálicos, são utilizados em implantes cirúrgicos. Dentre os materiais metálicos empregados destacamos aço inoxidável, titânio e suas ligas, tântalo, ligas de Co-Cr com ou sem adição de outros elementos. Dentre os não-metálicos temos materiais plásticos (resinas acrílicas, epoxy, polietileno, polietileno etc) e materiais cerâmicos (alumina).

Neste trabalho são apresentados os resultados de ensaios metalográficos e mecânicos utilizados na avaliação da qualidade de alguns tipos de implantes ortopédicos de aço inoxidável disponíveis no mercado nacional.

INTRODUÇÃO

A seleção de um material para ser empregado na fabricação de implantes exige a otimização de algumas propriedades, das quais as mais importantes são a resistência a corrosão e a resistência mecânica, que, de uma maneira geral, são encontradas nos aços inoxidáveis.

As sociedades internacionais padronizaram os materiais recomendados para implantes cirúrgicos. A American Society for Testing and Materials - ASTM apresenta para os aços inoxidáveis, várias normas, dentre as quais destacamos:

- F15-82 - Stainless Steel Bar and Wire for Surgical Implants.
- F56-82 - Stainless Steel Sheet and Strip for Surgical Implants.
- F138-82 - Stainless Steel Bar and Wire for Surgical Implants (Special Quality).
- F139-82 - Stainless Steel Sheet and Strip for Surgical Implants (Special Quality).
- F521-79 - Stainless Steel Forgings for Surgical Implants.
- F745-81 - Stainless Steel for Cast and Solution - Annealed Surgical Implant Applications.

Entre estas, a especificação mais comum é a ASTM F138-82, que padroniza aços similares aos AISI 316 e 316L.

A otimização do comportamento do aço inoxidável tipo 316 ou 316L, exige um controle metalúrgico de fabricação muito apertado, pois alcança as suas melhores propriedades quando a sua