

# **EFEITO DO TRATAMENTO DE ENVELHECIMENTO NA TENACIDADE AO IMPACTO DO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ISO 5832-9 USADO COMO BIOMATERIAL**

## **Alessandro R. Rodrigues**

Departamento de Engenharia Mecânica, Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista - DEM/FEIS/UNESP, Av. Brasil, 56, Ilha Solteira, SP, Brasil, CEP - 15.385-000.  
E-mail: roger@sc.usp.br

## **Otávio V. Silva Neto**

Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos - DEMa / UFSCar, Rodovia Washington Luís (SP-310), Km 235, São Carlos, SP, Brasil CEP - 13565-905.

## **Ana C. Franco**

DEM / FEIS / UNESP, Av. Brasil, 56, Ilha Solteira, SP, Brasil, CEP - 15.385-000.  
E-mail: anacarolina@irizar.com.br

## **Enrico J. Giordani**

DEMa / UFSCar, Rod. Washington Luís, Km 235, São Carlos, SP, Brasil CEP - 13565-905.  
E-mail: enricogiordani@uol.com.br

## **Ruís C. Tokimatsu**

DEM / FEIS / UNESP, Av. Brasil, 56, Ilha Solteira, SP, Brasil, CEP - 15.385-000.  
E-mail: ruis@dem.feis.unesp.br

**Resumo.** *Esse trabalho trata do estudo do efeito do tratamento de envelhecimento na tenacidade do aço ISO 5832-9 utilizado na fabricação de implantes ortopédicos. Amostras tratadas em temperaturas entre 600 e 900 °C por tempos entre 1 e 24h suas propriedades mecânicas foram obtidas a partir de ensaios de dureza e Charpy instrumentado. As propriedades mecânicas foram correlacionadas com a microestrutura obtidas a partir de técnicas de caracterização como microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura, para as diferentes condições estudadas. O tratamento térmico de envelhecimento a 900 °C proporcionou o maior valor de tenacidade para o aço ISO 5832-9, principalmente para tempos menores de tratamento (1 e 4 horas). Já as amostras tratadas a 800 °C produziram as condições com maior fragilidade. A menor tenacidade do material tratado termicamente a 800 °C pode ser atribuída ao sensível aumento da fração volumétrica de partículas de precipitados dispersos na matriz austenítica para essa condição quando comparado com as outras tratadas em temperaturas empregadas. A grande quantidade de precipitados foi apontada como sendo a principal responsável pela micromecanismo de fratura alveolar "dimples" observada para todas as amostras submetidas ao ensaio de impacto.*

**Palavras-chave:** *Aço inoxidável austenítico, Biomaterial metálico, Tenacidade, Ensaio Charpy instrumentado.*

## 1. INTRODUÇÃO

Recentemente, classes especiais de aços inoxidáveis austeníticos com alto teor de nitrogênio vêm sendo estudadas quanto a possibilidade de aplicação na confecção de implantes ortopédicos devido principalmente a sua alta resistência mecânica e elevada resistência à corrosão localizada, quando comparadas principalmente com o aço F 138 - material metálico atualmente mais utilizado para aplicações ortopédicas. Entretanto, é de suma importância que estes materiais apresentem boa tenacidade, uma vez que os implantes experimentam grandes esforços mecânicos combinados com efeitos da corrosão. Neste caso, a tenacidade pode representar um indicativo da influência de fatores metalúrgicos no desempenho do material (Tokimatsu, 1999).

Uma classe particular de aço inoxidável austenítico - ISO 5832-9 9 (1992) - com teor de nitrogênio entre 0,25 e 0,50% mostra-se promissora devido à sua alta resistência à corrosão associada a boas propriedades mecânicas. Estudos revelam que certos precipitados são formados nos aços inoxidáveis austeníticos quando em exposição na faixa de 500 a 900 °C (Machado, 1999; Padilha, 1994). Esta precipitação se deve à diminuição da solubilidade do N e do C abaixo da temperatura de 1100 °C. Durante o processo de fabricação, grande parte das próteses ortopédicas são forjadas a quente, expondo dessa forma estes materiais a temperaturas favoráveis à precipitação de fases que exercem forte influência nas propriedades mecânicas do material. A presença de fases intermetálicas como as fases Z,  $\sigma$  e  $\chi$  podem acarretar na perda de ductilidade e empobrecimento de importantes elementos da matriz, como Cr, Mo, Ti, V e Nb, diminuindo assim a tenacidade do material (Silva Neto, 2001).

O presente trabalho avaliou os efeitos da temperatura e do tempo de envelhecimento na tenacidade do aço ISO 5832-9. O ensaio Charpy instrumentado foi utilizado como ferramenta para determinação da tenacidade à fratura dinâmica e os resultados obtidos foram comparados com a microestrutura do material tratado isotermicamente.

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

O material utilizado no estudo foi o aço inoxidável austenítico ISO 5832-9. O material foi produzido em forno de indução a vácuo (*VIM*) e posteriormente refundido pelo processo de refusão sob escória eletrocondutora (*ESR*). O material foi recebido na forma de barras laminadas com seção circular e diâmetro de 5/8" (15,87 mm). Sua composição química e propriedades mecânicas básicas encontram-se na Tab. (1).

Tabela 1. Composição química e propriedades mecânicas do aço ISO 5832-9.

Composição química (% em peso)											
C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	S	P	Cu	N	Nb	Fe
0,017	0,16	3,62	10,6	21,06	2,44	0,0018	0,013	0,06	0,37	0,42	bal.
(0,08 máx.)	(0,75 máx.)	(2-4,25)	(9-11)	(19,5-22)	(2-3)	(0,01 máx.)	(0,025 máx.)	(0,25 máx.)	(0,25-0,5)	(0,25-0,8)	
Propriedades Mecânicas											
Lim. de Escoamento, $\sigma_e$ [MPa]		Lim. de Resistência à Tração, $\sigma_t$ [MPa]		Alongamento total, $\epsilon_t$ [%]		Módulo de Elasticidade, E [MPa]					
484,3 $\pm$ 8,4 (430 mín.)		882,3 $\pm$ 4,5 (740 mín.)		45,8 $\pm$ 0,7 (35 mín.)		192,0 $\pm$ 3,0					

Os valores entre parênteses representam os requisitos de composição e propriedades exigidos pela norma do material.

Os corpos de prova Charpy-V foram retirados no sentido longitudinal das barras e usinados segundo os procedimentos estabelecidos pela norma ASTM E-23 (1996). Para o estudo da fragilização induzida por tratamento térmico, os corpos de prova Charpy-V foram submetidos a um

aquecimento em forno mufla EDG, nas temperaturas de 600, 700, 800 e 900 °C, durante 1, 4 e 24h, seguidos de resfriamento brusco em água.

Diversas ferramentas de análises qualitativa e quantitativa foram adotadas para avaliar a influência das condições de envelhecimento na tenacidade do material. As microscopias ótica e eletrônica de varredura aliadas aos ensaios de impacto Charpy instrumentado e de dureza Vickers permitiram correlacionar as microestruturas resultantes com a tenacidade à fratura dinâmica do material. As microestruturas foram reveladas com ataque eletrolítico de  $\text{HNO}_3$ . As imagens da superfície de fratura foram geradas em um microscópio eletrônico de varredura Jeol, modelo JXA-840A. As medidas de tenacidade à fratura dinâmica foram determinadas em uma máquina de ensaio Charpy instrumentado Instron Wolpert P30, através da aquisição dos sinais força vs tempo, abordados nas normas ASTM E 399 (1996) e ISO 14.556 (2000). Finalmente, foram realizadas 5 medidas de dureza na seção longitudinal das amostras rompidas e lixadas.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Fig. (1) apresenta as curvas força vs deslocamento, geradas nos ensaios de impacto Charpy instrumentado (Fig. (1a), (1b) e (1c)), além das curvas de tenacidade à fratura dinâmica para os diferentes temperaturas e tempos de envelhecimento (Fig. (d)) do aço ISO 5832-9. A Fig. (2) apresenta os resultados de tenacidade obtidos em ensaios Charpy convencional e dureza Vickers para todas as condições de temperatura e tempo de envelhecimento estudadas.

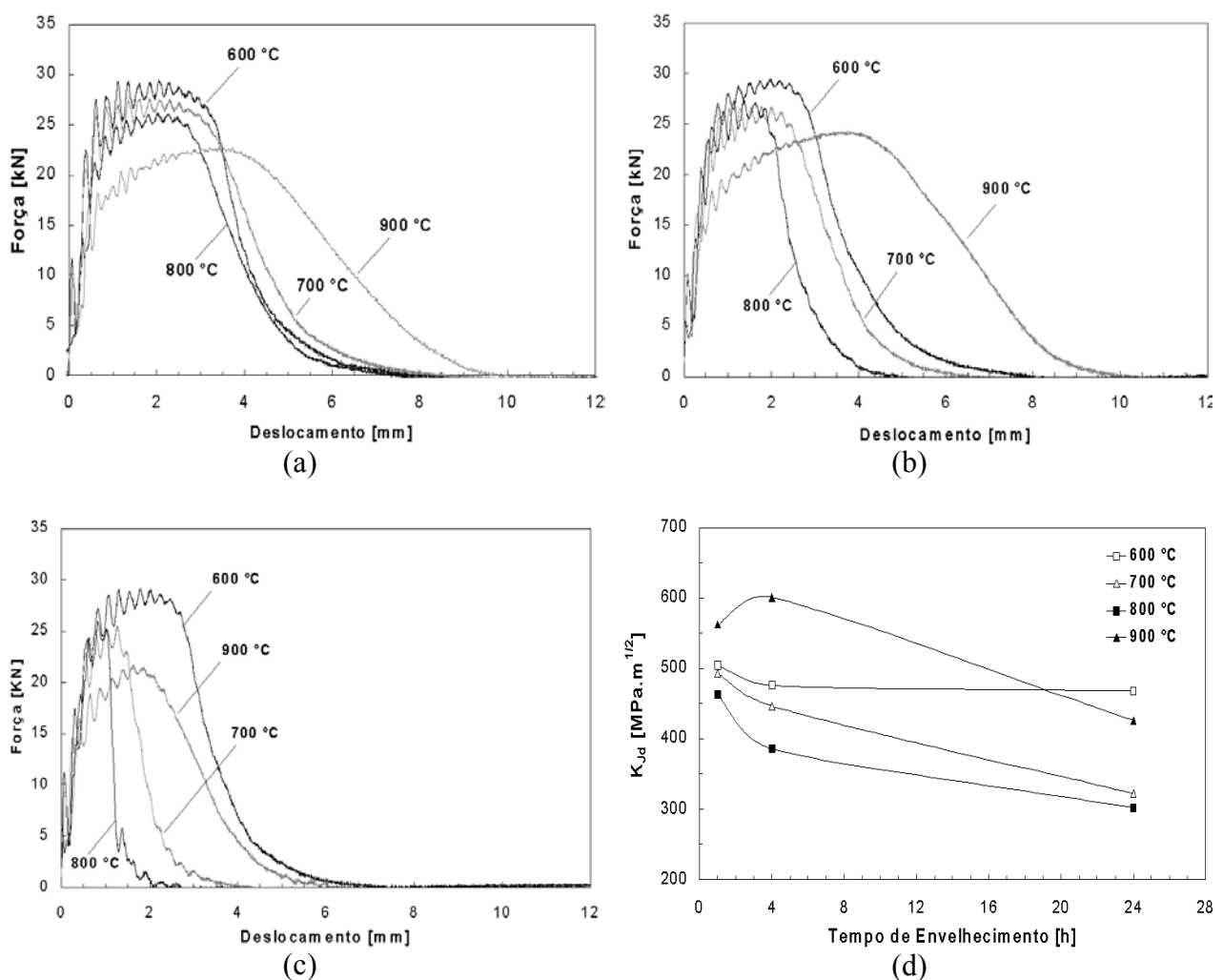


Figura 1. Curvas força vs deslocamento obtidas no ensaio Charpy instrumentado para tempos de envelhecimento de 1h (a); 4h (b); 24h(c) e os respectivos valores de tenacidade à fratura dinâmica elasto-plástica (d).

Pelo exame da Fig. (1), verifica-se a tendência a diminuição da amplitude de força máxima com aumento da temperatura de envelhecimento, mais claramente observável para o tempo de envelhecimento de 1h. Para tempos de envelhecimento de 4 e 24h (Fig. (1b) e (1c)), os sinais de força para as temperaturas de 700 e 800 °C apresentam patamares máximos próximos. Em princípio, este fato poderia levar a crer em uma relação direta entre diminuição do pico de força e de tenacidade com aumento da temperatura de envelhecimento. Na verdade, a análise dessas curvas deve considerar também o deslocamento medido no ensaio Charpy instrumentado, ou equivalentemente, o tempo de fratura dos corpos de prova ensaiados. Como a energia necessária para romper um corpo de prova Charpy pode ser determinada pelo cálculo da área sob a curva força *vs* deslocamento, a variável deslocamento apresenta um papel essencial nessa análise. Assim, para as amostras envelhecidas a 900 °C, sobretudo aquelas envelhecidas por 1 e 4h (Fig. (1a) e (1b)), a tenacidade foi maior, apesar dos menores valores de força máxima obtidos. Por outro lado, para o caso das amostras envelhecidas a 900 °C por 24h, a tenacidade realmente foi menor, em virtude do menor deslocamento medido no ensaio.

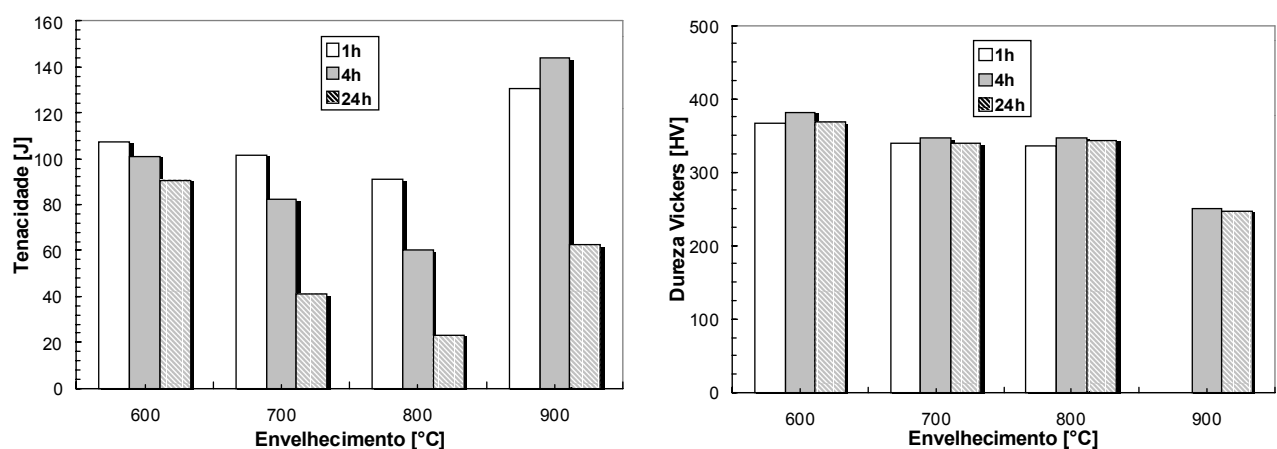


Figura 2. Resultados de tenacidade obtidas no ensaio Charpy convencional e dureza Vickers.

O exposto acima, com as observações individuais das curvas força *vs* deslocamento, pode ser confrontado com as Fig. (1d), (2a) e (2b). A tenacidade à fratura dinâmica elasto-plástica  $K_{Jd}$ , medida no ensaio Charpy instrumentado ((Fig. (1d))), e a tenacidade clássica medida no ensaio Charpy convencional (Fig. (2a)) são equivalentes e representam as mesmas tendências das curvas força *vs* deslocamento, anteriormente citadas. Nota-se, para ambos os casos, que a tenacidade do material diminui com aumento da temperatura de envelhecimento até 800 °C. Em 900 °C, há um nítido aumento da tenacidade do material, sobretudo para os tempos de 1 e 4h.

Vale enfatizar que a maior variação relativa percentual de todos os resultados quantitativos medidos no estudo se estabeleceu entre 0,3 e 15,4%. As maiores dispersões ocorreram no ensaio Charpy como prevê a literatura. Devido aos efeitos de inércia do ensaio e à reprodutibilidade na usinagem do entalhe V, essas variações são naturais, tornando o ensaio sensível (Delforge, 1994; Rodrigues, 2001).

Os resultados de dureza mostraram uma ligeira tendência de queda com o aumento da temperatura de envelhecimento, mesmo com a diminuição da tenacidade entre 600-800 °C. Na temperatura de 900 °C para 4 e 24h há uma acentuada queda de dureza em concordância com aumento da tenacidade. Nos dois casos, a precipitação de partículas certamente influenciou nos resultados. A queda na dureza das amostras tratadas a 900 °C podem ainda ter sido influenciada pelo processo de recuperação estática e conseqüente redução da densidade de discordância remanescentes do processamento termomecânico do material. O fato desse processo ser termicamente ativado explica a redução da dureza de forma mais intensa para temperatura de 900 °C quando comparado com as condições tratadas em temperaturas menores.

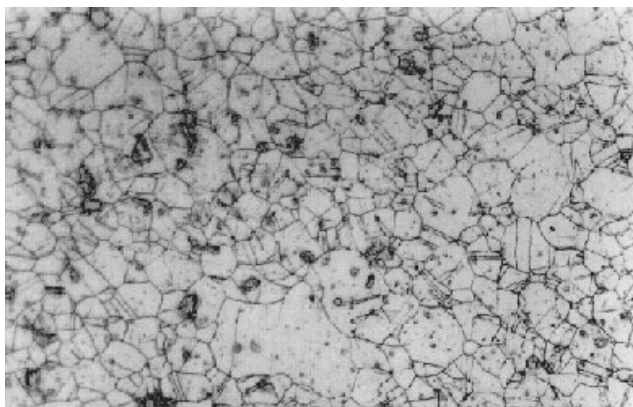
O resultado da análises microestruturais para as diferentes condição de tempo e temperatura de

tratamento está representado pelas fotomicrografias na Fig. (3). A Fig. (4) ilustra os resultados das análises da superfície de fratura dos corpos de prova tratados e submetidos a ensaios Charpy.

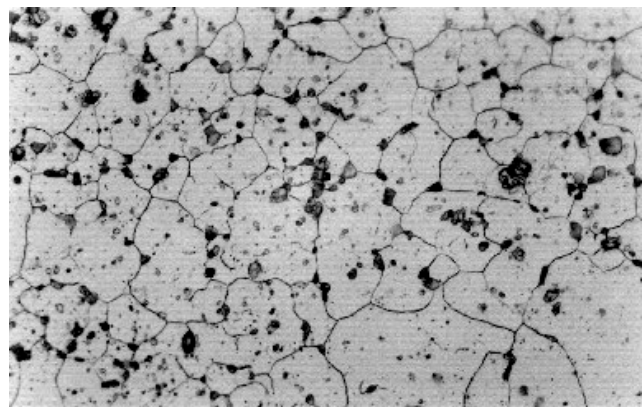
Notoriamente, os maiores valores de tenacidade foram encontrados na temperatura de 900 °C, em amostras envelhecidas por 1 e 4h (Fig. (1d)). Tal fato é atribuído à maior quantidade de precipitados presentes nas amostras tratadas nas temperaturas mais baixas, principalmente a 800 °C (Fig. (3b)). Devido a grande quantidade de precipitados grosseiros presentes nessa temperatura, a microestrutura foi fragilizada. Diferentemente, a condição de 900 °C a 24h, mostrou-se tão frágil quanto nas temperaturas inferiores. Isto pode ser atribuído ao crescimento de grão que foi favorecido pelo elevado tempo de exposição a esta temperatura, causando, por conseguinte, a diminuição da tenacidade devido a presença de grãos grosseiros na microestrutura austenítica. Essa queda de tenacidade pode também ser explicada pelo aumento da quantidade de soluto em solução na matriz (endurecimento por solução sólida) devido a dissolução de uma quantidade maior de precipitado.

As micrografias mostraram grande quantidade de precipitados com diferentes formas e tamanhos (Fig. (3)). Os precipitados, em sua maioria, são carbonetos, nitretos e carbonitretos de nióbio. Entretanto, predominam partículas grandes, caracterizadas como fase Z - (NbCrN) (Silva Neto, 2001; Giordani, 2001; Örnham, 1996). Esta é uma fase muito estável em altas temperaturas e está presente no material já na condição como-recebido.

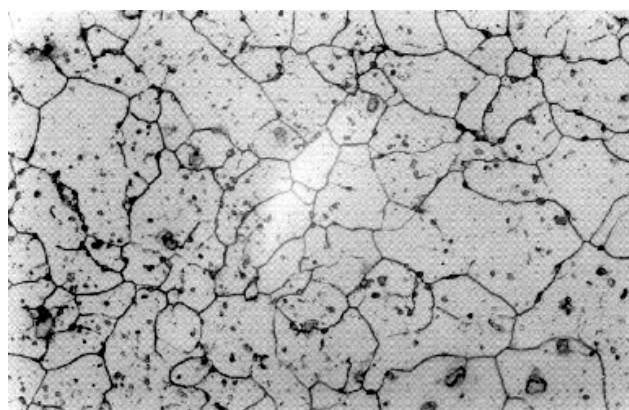
As amostras tratadas a 800 °C por 24 horas apresentaram a menor tenacidade dentre todas as condições de ensaio, devido à precipitação favorável nesta temperatura. Örnham et al. (1996), através de análises em microscopia eletrônica de transmissão, identificaram a presença da fase  $\chi$  - fase rica em Mo - em amostras do aço ISO 5832-9 nessa mesma temperatura. Ainda, esta temperatura é propícia à precipitação de partículas pequenas como a fase de Laves e carbonitretos de cromo e nióbio (Machado, 1999; Padilha, 1996).



(a) 600 °C / 4h – 500X



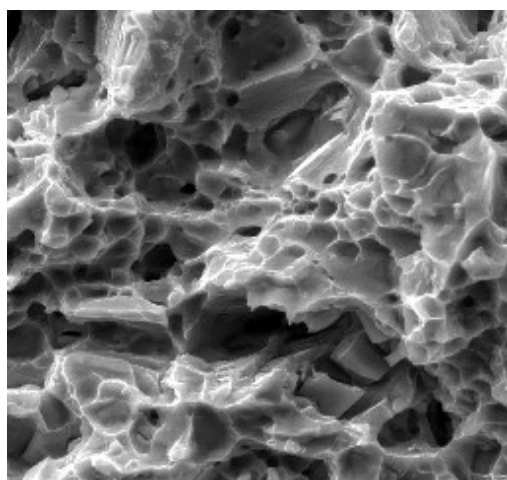
(b) 800 °C / 24h – 500X



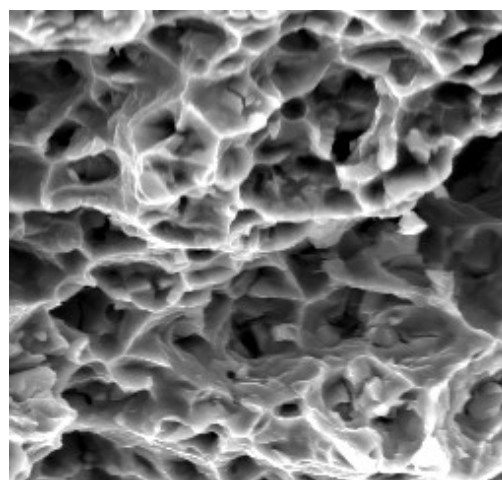
(c) 900 °C / 24h – 500X

Figura 3. Microestruturas do aço ISO 5832-9 submetidas a tratamentos de envelhecimento.

Não foi possível identificar diferenças significativas nas superfícies de fratura para as diferentes condições de tempo e temperatura de envelhecimento estudadas. Observa-se a presença de grande quantidade de alvéolos "dimples" equiaxiais sobre a superfície de fratura material. Esse aspecto evidencia o micromecanismo de fratura por nucleação, crescimento e coalescimento de microvazios. O estágio de nucleação dos microvazios geralmente é atribuído à fratura de partículas ou decoesão entre partículas de inclusão ou precipitados com a matriz. Assim, o espaçamento entre microvazios está associado à distância entre essas partículas. Com o aumento do carregamento, os microvazios nucleados tendem a crescer e coalescer, dando origem a uma grande trinca que levará a fratura final do corpo de prova. O micromecanismo citado envolve deformações plásticas, sendo portando de natureza dútil, pelo menos do ponto de vista microscópico. Neste caso, os alvéolos quase sempre estão associados a partículas fraturadas de precipitados da fase Z e  $\chi$ . Desta forma, a grande dispersão nos tamanhos dos alvéolos certamente se deve à grande variedade nos tamanhos desses precipitados. As partículas arredondadas tendem a sofrer decoesão com a matriz, mantendo-se inteiras, ao passo que as partículas alongadas apresentam-se fragmentadas.



(a) 800 °C / 24h – 2000X



(b) 900 °C / 24h – 2000X

Figura 4. Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura de corpos de prova Charpy do aço ISO 5832-9 submetidos a tratamentos de envelhecimento a 800 °C / 24h (a) e (b) 900 °C / 24h (b).

#### 4. CONCLUSÕES

Apresentou-se neste trabalho um estudo experimental do efeito das condições de envelhecimento térmico na tenacidade à fratura dinâmica do aço inoxidável austenítico com alto teor de nitrogênio ISO 5832-9. Foram investigados a influência do tempo e da temperatura de envelhecimento. Foram obtidas as seguintes conclusões:

- As amostras tratadas em temperaturas entre 600 e 800 °C mostraram queda da tenacidade e pequena variação da dureza Vickers;
- As menores durezas foram encontradas nas amostras tratadas a 900 °C. Os ensaios de tenacidade à fratura confirmaram as expectativas em relação à detecção de variações microestruturais nesta faixa de temperaturas, que resultou nos maiores valores de tenacidade;
- A maior fragilização foi observada nas amostras tratadas a 800 °C, por 24 h, esta temperatura mostrou-se favorável à precipitação de fase  $\chi$  e possivelmente à de outros carbonitretos.

## 5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem às empresas BAUMER S/A pelo fornecimento do material e à Escola de Engenharia de São Carlos - SMT/EESC/USP - pela utilização da máquina de ensaio Charpy instrumentada. Este trabalho contou com o apoio financeiro das agências financiadoras CAPES e FAPESP.

## 6. REFERÊNCIAS

- American Society For Testing And Materials. Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials. In: Annual book of ASTM standards: metals test methods and analytical procedures. Danvers: ASTM, 1996. p.136-55. (ASTM E23-96).
- American Society For Testing And Materials. Standard test methods for plane-strain fracture toughness of metallic materials. In: \_\_. Annual book of ASTM standards: metals test methods and analytical procedures. Danvers: ASTM, 1996. p.407-37. (ASTM E399-90).
- Delforge D.Y.M., 1994, "Instrumentação de um pêndulo para ensaio de impacto Charpy". Campinas. 96p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade de Campinas.
- Giordani E.J., 2001, "Propriedades, microestruturas e mecanismos de nucleação de trincas por fadiga de dois aços inoxidáveis austeníticos utilizados como biomateriais" Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas. 300p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade de Campinas-Brasil.
- International Standard ISO 5832-9. Implants for surgery - Metallic materials. Part 9: Wrought high nitrogen stainless steel, 1992.
- International Standard. Steel - Charpy V-notch pendulum impact test - instrumented test method. Geneva: ISO, 2000. 14p. (ISO 14556).
- Machado I.F., 1999, "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.
- Örnham, C., Nilsson, J.-O., Vannevik, H., 1996, "Characterization of a nitrogen-rich austenitic stainless steel used for osteosynthesis devices" Journal of Biomedical Materials Research. Vol. 31, pp. 97-103.
- Padilha A.F., Guedes L.C., 1994, "Aços inoxidáveis austeníticos - Microestrutura e propriedades" Brasil: Editora Hemus.
- Rodrigues A.R., 2001, "Charpy instrumentado – Determinação da tenacidade à fratura dinâmica de materiais metálicos" 119p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista, Brasil.
- Silva Neto O.V., 2001, "Efeito do recozimento térmico e da taxa de deformação na microestrutura e precipitação de um aço inoxidável austenítico, com alto teor de nitrogênio, utilizado na fabricação de implantes ortopédicos" 107p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista, Brasil.
- Tokimatsu R.C., Ferreira I., 1999 "Ensaio Charpy - Limitações e campo de aplicação" Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais.

## 7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

# **EFFECT OF AGING ON DYNAMIC FRACTURE TOUGHNESS OF THE ISO 5832-9 AUSTENITIC STAINLESS STEEL FOR BIOMEDICAL APPLICATIONS**

## **Alessandro R. Rodrigues**

Departamento de Engenharia Mecânica, Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista - DEM / FEIS / UNESP, Av. Brasil, 56, Ilha Solteira, SP, Brasil, CEP - 15.385-000.  
E-mail: roger@sc.usp.br

## **Otávio V. Silva Neto**

Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos - DEMa / UFSCar, Rodovia Washington Luís (SP-310), Km 235, São Carlos, SP, Brasil CEP - 13565-905.

## **Ana C. Franco**

DEM / FEIS / UNESP, Av. Brasil, 56, Ilha Solteira, SP, Brasil, CEP - 15.385-000.  
E-mail: anacarolina@irizar.com.br

## **Enrico J. Giordani**

DEMa / UFSCar, Rod. Washington Luís, Km 235, São Carlos, SP, Brasil CEP - 13565-905.  
E-mail: enricogiordani@uol.com.br

## **Ruís C. Tokimatsu**

DEM / FEIS / UNESP, Av. Brasil, 56, Ilha Solteira, SP, Brasil, CEP - 15.385-000.  
E-mail: ruis@dem.feis.unesp.br

**Abstract.** *This work presents the study about the effect of aging on dynamic fracture toughness of the ISO 5832-9 steel applied on orthopedic implants manufacture. The specimens were isothermically treated at 600, 700, 800 and 900 °C during times ranging between 1 and 24h. The mechanical properties were measured through hardness and instrumented Charpy tests. These properties were associated to the microstructures obtained from optical and scanning electronic microscopes for different test conditions. The aging at 900 °C provided the greatest toughness, mainly for shorter aging times, as 1 and 4h. By the other hand, the specimens aged at 800 °C presented greatest brittleness. This result can be explained by increasing of the volumetric fraction of precipitate particles scattered in austenitic structure. It suggests that the great number of the particles be responsible for alveolar fracture mechanism “dimples”, observed by analyzing all fracture surfaces of the specimens submitted on impact tests.*

**Key word:** *Austenitic stainless steel, Metallic biomaterials, Toughness, instrumented Charpy tests.*