



CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL DO COMPORTAMENTO MONOTÔNICO E CÍCLICO DO NIÓBIO PURO VISANDO APLICAÇÕES BIOMÉDICAS

Jesiel Cunha

Universidade Federal de Uberlândia - Departamento de Engenharia Civil

Campus Santa Mônica - CEP 38400-902 - Uberlândia - MG - Brasil

Email : jecunha@ufu.br

Sonia Aparecida Goulart de Oliveira

Henner Alberto Gomide

Universidade Federal de Uberlândia - Departamento de Engenharia Mecânica

Campus Santa Mônica - CEP 38400-902 - Uberlândia - MG - Brasil

***Resumo.** O objetivo principal do trabalho é o levantamento das propriedades mecânicas relativas ao comportamento cíclico e monotônico do nióbio puro. O estudo se insere no contexto da biomecânica, visando a análise de materiais utilizados para implantes protéticos em seres vivos. Foram levantadas as curvas de tração monotônica, com identificação de propriedades clássicas como módulo de elasticidade, limite de escoamento e limite de ruptura, além da identificação dos parâmetros de encruamento relativos à lei de Ramberg-Osgood. Verificou-se também a influência da taxa de deformação nos ensaios. Dos ensaios de fadiga de alto ciclo, feitos em tração-compressão, foram construídas as curvas tensão X vida (S-N). Em relação à fadiga de baixo ciclo, diversos aspectos foram analisados : construção dos laços de histerese, com determinação das deformações elásticas e plásticas; verificação dos processos de endurecimento e/ou amolecimento cíclicos e verificação do tipo de encruamento. Finalmente, análises complementares como testes de dureza e caracterização da fratura pelo MEV foram realizadas. Os resultados mostraram boas características mecânicas do nióbio para aplicações em biomecânica.*

***Palavras-chave:** Nióbio, Tração, Fadiga, Biomecânica*

1. INTRODUÇÃO

Diversos trabalhos têm sido realizados, visando encontrar e estudar materiais biologicamente compatíveis que permitam a utilização em saúde. Neste sentido, o titânio tem sido o material de escolha da maioria dos grupos de pesquisa e desenvolvimento de implantes. As propriedades mecânicas e biológicas deste material são bem conhecidas. Outro material que vem recebendo atenção é o nióbio. Alguns estudos têm demonstrado boas propriedades de biocompatibilidade e osseointegração do nióbio (Bever, 1986; Lemons & Natiella, 1986;

Schider, 1986; Skalak, 1983). Uma aplicação interessante que vem sendo estudada (Barbosa et al., 1997) é a utilização do nióbio em reabilitação protética, como suporte de próteses dentais implanto-suportadas (Barbosa, 1997). A possível utilização do nióbio como material para implantes passa pela conhecimento preciso de suas propriedades mecânicas e pela confirmação de suas propriedades biológicas. Este estudo é parte de um projeto para utilização do nióbio como material para implantes em Odontologia, desenvolvido entre os Departamentos de Engenharia Mecânica e de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia. O objetivo principal do presente trabalho é de apresentar as propriedades mecânicas monotônicas e cíclicas do nióbio puro.

O material utilizado neste trabalho foi o nióbio puro, fornecido pela CBMM (Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração), em forma de barras cilíndricas. Numa primeira etapa foram levantadas as curvas de tração monotônica, com identificação das propriedades clássicas como módulo de elasticidade, limite de escoamento e limite de ruptura. Foram também identificados os parâmetros de encruamento relativos à lei de Ramberg-Osgood. Numa segunda etapa realizou-se os ensaios de fadiga de alto e baixo ciclo. Dos ensaios de fadiga de alto ciclo, feitos em controle de carga, foram construídas as curvas tensão X vida (S-N). Em relação à fadiga de baixo ciclo, realizada em controle de deformação, diversos aspectos foram analisados : construção dos laços de histerese com determinação das deformações elásticas e plásticas; verificação dos processos de endurecimento e/ou amolecimento cíclicos e verificação do tipo de encruamento. Finalmente, análises complementares como testes de dureza e caracterização da fratura pelo MEV foram realizadas.

2. ENSAIO DE DUREZA

O ensaio de dureza Vickers foi feito com carga de 20 kgf, num tempo de aplicação da carga de 60s. O resultado médio para um total de 7 ensaios, obtidos cada um pela média de 3 medidas, foi de 120 HV. Este valor é comparável com algumas ligas de alumínio tratadas ou aços com baixo teor de carbono.

3. ENSAIO DE TRAÇÃO

Os testes de tração foram realizados em uma Máquina Universal de Ensaio (MTS-810, com capacidade de 250 kN), acoplada a um sistema de controle e aquisição de dados. A velocidade dos testes, feitos em controle de deslocamento, foi de 1 mm/min. (~ 0,017 mm/s). A deformação foi medida através de um extensômetro de 25 mm de comprimento útil.

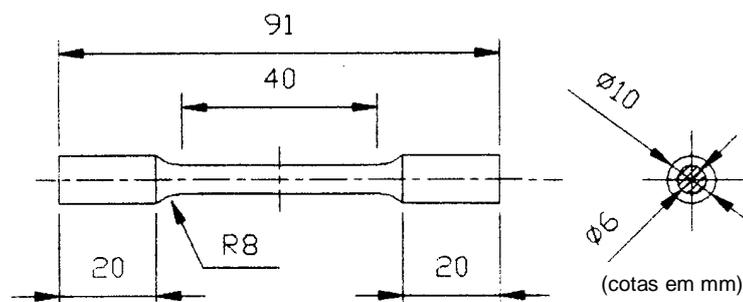


Figura 1 – Geometria do corpo de prova de tração.

Como exemplo dos 10 ensaios realizados, a Fig. (2) apresenta o resultado de um ensaio de tração característico do nióbio puro.

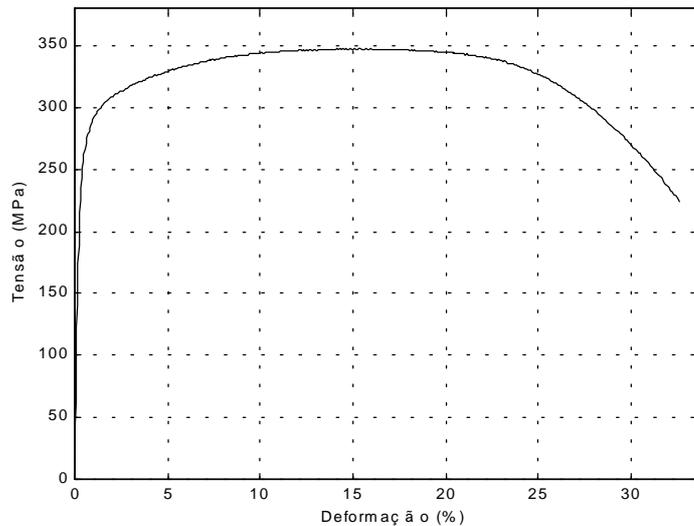


Figura 2 - Curva típica tensão-deformação obtida nos ensaios de tração do nióbio puro.

Nota-se que o material apresenta características de ductibilidade bastante acentuadas, com deformações correspondentes à ruptura completa superiores a 30%. A Figura (3) mostra um corpo de prova rompido, evidenciando a significativa estrição da seção rompida.

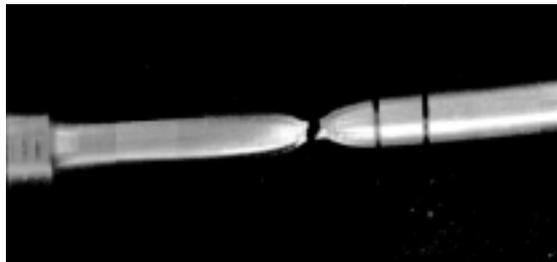


Figura 3 – Vista do corpo de prova de tração rompido.

Os resultados obtidos no ensaio de tração para as diversas características mecânicas estão resumidos na tabela (1). Os valores mostrados são o resultado de uma média de 10 ensaios. Na realização destes ensaios notou-se alguma variação das propriedades. Isto pode ser explicado pelo fato de que as propriedades de tração do nióbio puro são altamente dependentes da pureza do material (ASM, 1983).

Tabela 1 - Propriedades mecânicas do nióbio puro : ensaio de tração.

Estricção RA (%)	Limite de resistência σ_r (MPa)	Def. no limite de resistência ϵ_r (%)	Limite de escoamento σ_e (MPa)	Módulo de elasticidade E (GPa)
90	349	15	267	100

Foram feitos também ensaios com diferentes velocidades de deformação. Os resultados mostraram que o comportamento das curvas sofre influência quando velocidades diferentes são usadas, conforme mostra a Fig. (4). Pode-se notar que o material é ligeiramente sensível à variação da taxa de deformação, ou seja, ele endurece à medida que a taxa de deformação aumenta.

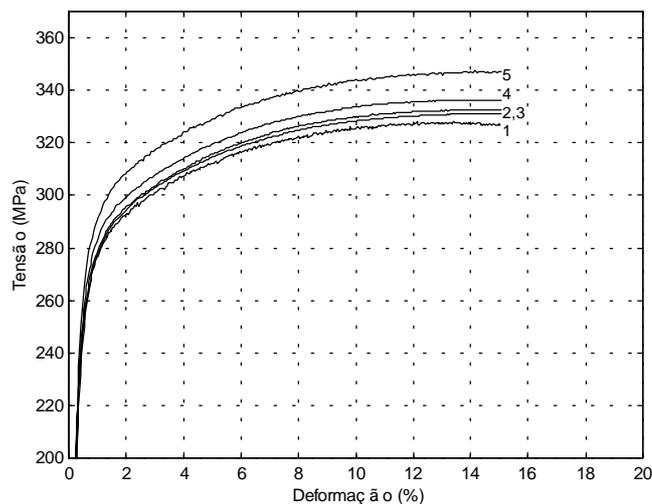


Figura 4 - Influência da velocidade de deformação nos ensaios de tração. Pela ordem crescente da numeração das curvas, taxa = 1, 5, 10, 20 e 30 mm/min.

Com relação aos parâmetros de encruamento relativos à fase plástica, a identificação foi feita utilizando-se a lei de Ramberg-Osgood (Chaboche, 1985):

$$\sigma_s = \sigma_Y + K_Y \varepsilon_p^{1/M_Y} \quad (1)$$

onde σ_Y é o limite de elasticidade (limite de escoamento), K_Y é o coeficiente de resistência plástica e M_Y é o expoente de encruamento.

Os parâmetros foram identificados através de uma técnica de otimização, que calcula o mínimo de uma função de diversas variáveis, sujeitas a restrições de limite. Esta metodologia se insere na classe de problemas de identificação paramétrica, onde uma função erro que expressa a diferença entre os valores analíticos e experimentais deve ser minimizada. Em nosso caso os valores analíticos são dados pelas tensões definidas pela Eq. (1), e os valores experimentais foram aqueles efetivamente medidos nos ensaios. Esta técnica de identificação é geral e particularmente bem adaptada a ensaios não triviais, onde diversos parâmetros devem ser identificados simultaneamente. Os valores encontrados ($K_Y = 308$ MPa, $M_Y = 1.83$, $\sigma_Y = 285$ MPa, para o exemplo da Fig. (5)) possibilitaram a obtenção de uma curva com melhor aproximação da curva experimental em relação à curva obtida pela regressão linear clássica, conforme mostra a Fig. (5).

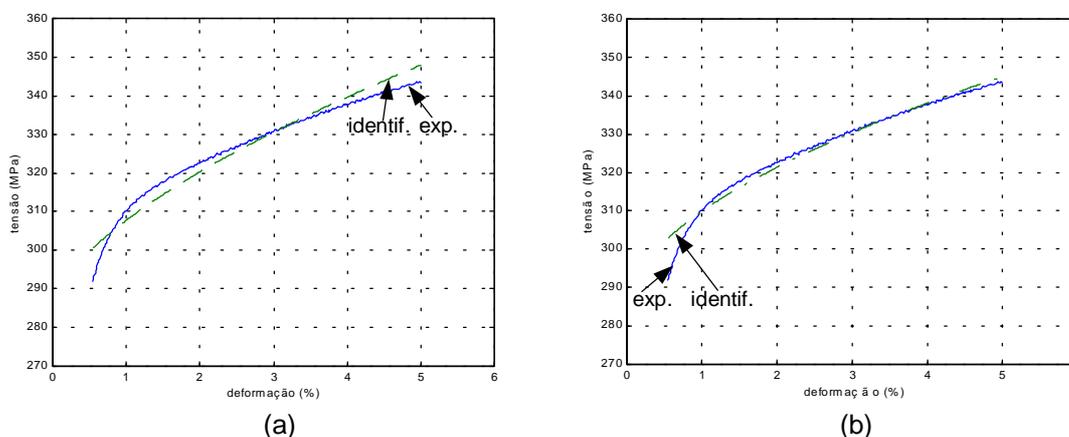


Figura 5 – Curvas da fase plástica, obtidas por regressão linear (a) e otimização (b).

4. ENSAIO DE FADIGA DE BAIXO CICLO

Para determinação das propriedades relativas à fadiga de baixo ciclo foi utilizado o método convencional, onde vários corpos de prova semelhantes são submetidos a amplitudes de deformação diferentes (Giordani et al., 1997; Lyakishev et al., 1984; Madayag, 1969). Os corpos de prova dos ensaios de fadiga têm as dimensões mostradas na Fig. (6).

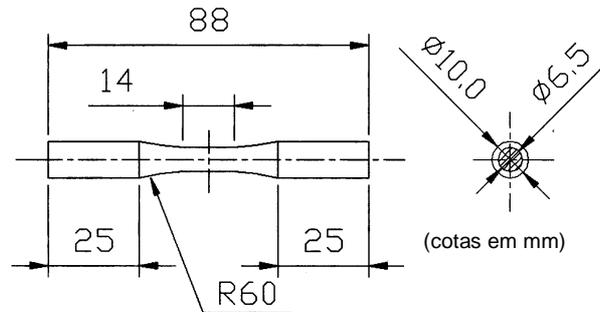


Figura 6 - Corpo de prova de fadiga.

Em relação à fadiga de baixo ciclo, no presente estudo não foi efetuada a modelização do tipo deformação x número de ciclos para romper. Foram feitos estudos relativos ao comportamento tensão-deformação cíclico. Para tal, os parâmetros a serem identificados foram obtidos à partir do laço de histerese, mostrado na Fig. (7).

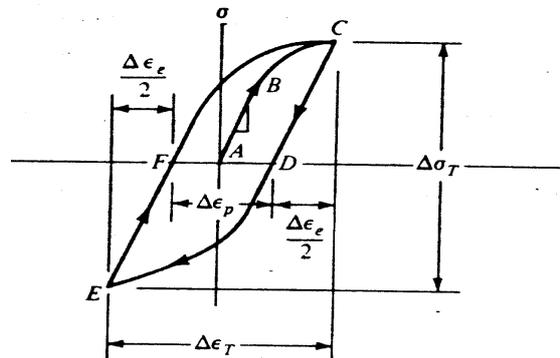


Figura 7 - Ensaio de fadiga de baixo ciclo - laço de histerese.

Os parâmetros indicados na Fig. (7) são definidos como :

- ϵ_e = deformação elástica;
- ϵ_p = deformação plástica;
- ϵ_T = deformação total;
- σ_T = tensão total.

Os parâmetros de controle do ensaio de fadiga de baixo ciclo foram os seguintes : controle em deformação total com extensômetro; $R = \sigma_{\max}/\sigma_{\min} = -1$; onda senoidal com frequência de 0.5 Hz. Foi realizado um total de 15 ensaios. As amplitudes de deformação total utilizadas estavam entre 0.5% e 2 %. Na Figura (8) é mostrado um resultado do ensaio de fadiga de baixo ciclo.

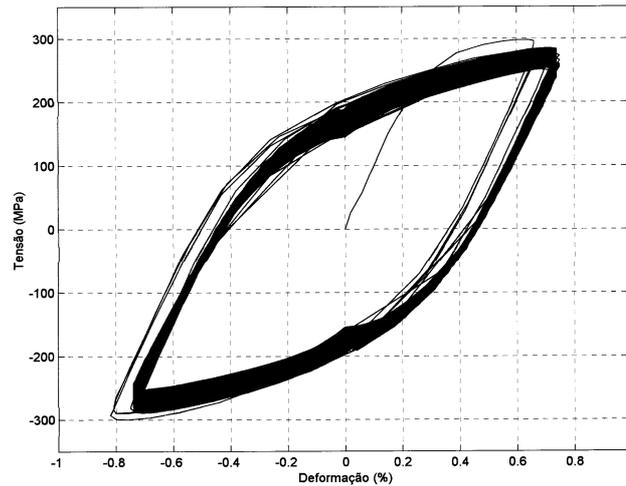


Figura 8 - Fadiga de baixo ciclo - laço de histerese.

Pela Figura (8) pode-se notar que o carregamento cíclico provocou um processo de amolecimento do material. Embora existissem variações, a estabilidade das tensões acontecia para um número de ciclos inferior a 100. A Figura (9) mostra uma comparação das curvas cíclicas de tensão-deformação com uma curva de tração monotônica. Os pontos indicados por (o) foram obtidos segundo os laços de histerese estabilizados, para diferentes níveis de deformação. A rigor o material mostra um comportamento ciclicamente indefinido, embora a maioria dos pontos indiquem uma tendência ao endurecimento. Se considerarmos os estudos de Manson (Araújo, 1996), a indefinição no comportamento cíclico do nióbio pode ser explicada pela relação entre o limite de resistência (σ_r) e o limite de escoamento (σ_e), da seguinte forma : se $\sigma_r/\sigma_e > 1.4$, o material endurece ciclicamente; se $\sigma_r/\sigma_e < 1.2$, o material amolece ciclicamente; se $1.2 \leq \sigma_r/\sigma_e \leq 1.4$, o comportamento tende a ser ciclicamente indefinido. Em nosso caso a relação obtida foi : $\sigma_r/\sigma_e \cong 1.3$. Outro fator que pode ter influenciado o comportamento cíclico do nióbio, quando comparado com o monotônico, é a influência da velocidade de deformação nos ensaios, conforme mostrou a Fig. (4).

Os diversos ensaios realizados indicam que o material apresenta um processo de encruamento próximo ao isotrópico, ou seja, na curva de tração-compressão, existe uma relação antissimétrica das partes relativas à tração e compressão.

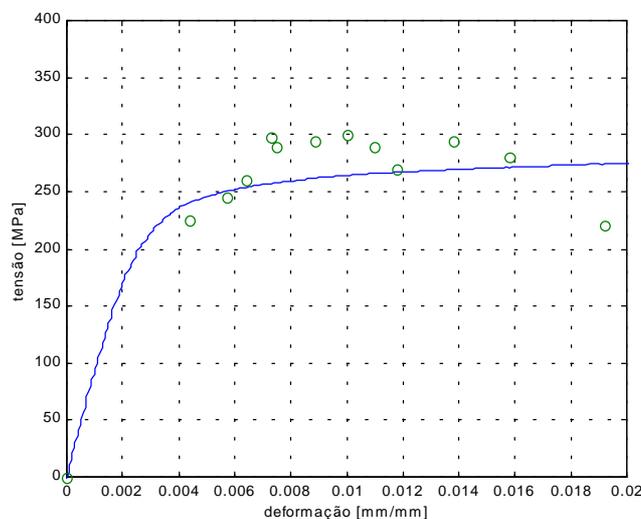


Figura 9 - Comparação da curva de tração monotônica (-) com a fadiga de baixo ciclo estabilizada (o).

5. ENSAIO DE FADIGA DE ALTO CICLO

Os parâmetros de ensaio utilizados na fadiga de alto ciclo foram os seguintes : controle em carga; $R = \sigma_{\max}/\sigma_{\min} = -1$; onda senoidal com frequência de 30 Hz. Foi realizado um total de 20 ensaios, com amplitudes de tensão diferentes. Nas Figs. (10) e (11) é mostrado o resultado dos ensaios de fadiga de alto ciclo. Trata-se da curva S-N (tensão x número de ciclos para falhar ou curva Tensão-vida). Foram feitos dois tipos de equacionamento : modelo linear semi-logarítmico e modelo log-log. Conforme pode ser verificado, os resultados são bastante próximos.

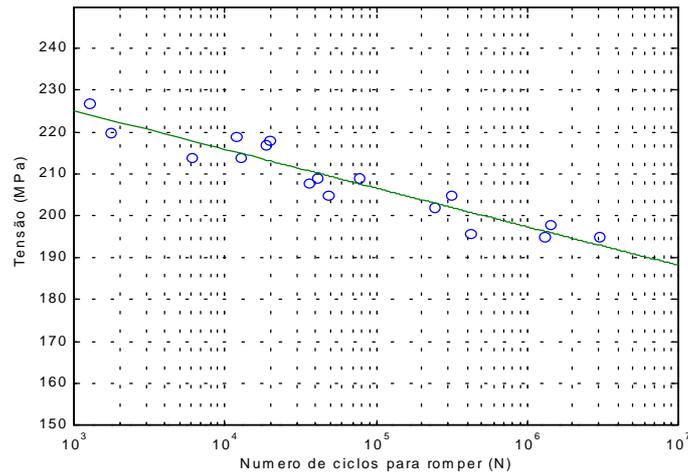


Figura 10 - Fadiga de alto ciclo para o nióbio puro - curva S-N semi-logarítmica.

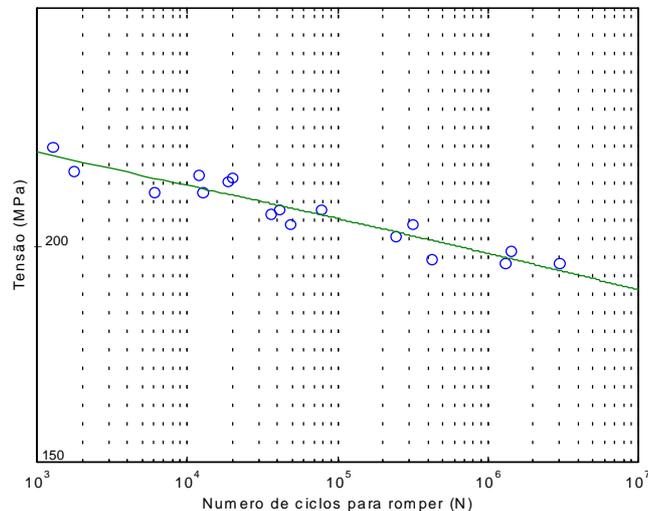


Figura 11 - Fadiga de alto ciclo para o nióbio puro - curva S-N log-log.

Com relação ao modelo linear semi-logarítmico, o resultado da identificação foi o seguinte :

$$\sigma = \sigma_{ult} - B \ln(N) \quad \rightarrow \quad \sigma_{ult} = 252.65 \text{ MPa}, B = 4.0 \text{ MPa} \quad (2)$$

O equacionamento segundo o modelo log-log resultou em :

$$\sigma = a N^b \quad \rightarrow \quad a = 257.41 \text{ MPa}, b = -0.0192 \quad (3)$$

Não foi possível a comprovação da existência de um *limite de fadiga* para o nióbio puro. Se fizermos uma projeção para $N = 10^7$ ciclos, obtemos o seguinte limite de fadiga : $\sigma_{lim} = 188$ MPa.

6. ANÁLISE DA FRATURA NA FADIGA

A Figura (12) apresenta as microestruturas observadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na seção fraturada do ensaio de fadiga de alto ciclo.

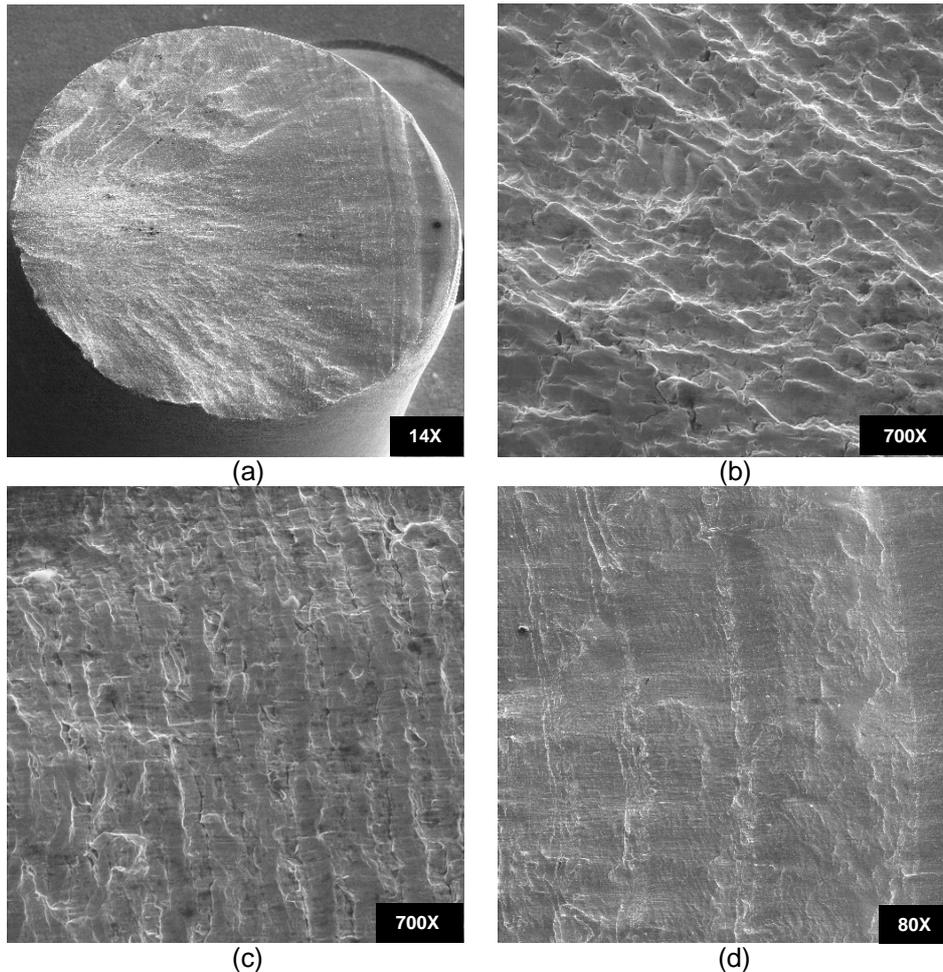


Figura 12 - Microestrutura da superfície fraturada no ensaio de fadiga de alto ciclo.

A Figura (12-a) apresenta uma vista geral da seção fraturada. Pode-se notar que do lado esquerdo, onde se inicia a fissuração, a fratura é do tipo dúctil. À medida que o processo de ruptura da seção avança para o lado direito, a fratura passa a ser do tipo frágil. A Figura (12-b) mostra a região dúctil da fratura, caracterizando zonas com deformação plástica e a presença de microtrincas. A Figura (12-c) ilustra as bandas de avanço da fratura (estrias). Nota-se que o espaçamento é relativamente constante, pois o ciclo de tensões aplicadas é fixo. Finalmente, a Fig. (12-d) mostra a região de fratura frágil da seção (lado direito), que apresenta uma superfície menos irregular, devido à rápida propagação da ruptura. Em relação ao processo de fratura no ensaio de fadiga de baixo ciclo, este ocorreu de forma semelhante ao ensaio de tração, apresentando uma significativa estricção da seção.

7. ANÁLISE BIOMECÂNICA

Os valores obtidos para as propriedades mecânicas do nióbio puro mostram que este material pode ser bem adaptado para aplicações em implantes médicos. Isto confirma estudos internacionais que apontam neste sentido (Bever, 1986; Lemons & Natiella, 1986; Schider, 1986; Skalak, 1983). Embora as propriedades de tração do nióbio puro sejam inferiores às propriedades do titânio ($\sigma_r = 550$ MPa, $\sigma_e = 450$ MPa, $E = 110$ GPa) (Saha, 1986), elas são compatíveis com os níveis de esforços da maioria das aplicações em biomecânica. As propriedades de tração estão próximas às propriedades dos aços com baixo teor de carbono.

Em relação aos resultados obtidos nos estudos de biocompatibilidade e osseointegração, as conclusões preliminares indicam que (Barbosa, 1997) : não foram encontrados sinais de inflamação na área implantada, o que confirma a compatibilidade biológica; foi verificada uma grande tendência à deposição de tecido ósseo na superfície dos implantes, atestando a possibilidade de que o material seja incorporado ao osso, permitindo ancoragem diretamente em osso vital.

8. CONCLUSÃO

Os resultados e discussões apresentados neste trabalho são preliminares e devem ser aprofundados. Estes resultados indicam que o nióbio possui boas propriedades mecânicas e biológicas que podem viabilizar a sua utilização no meio orgânico. A possível aplicação do nióbio como material de ancoragem para implantes dentais é um projeto em desenvolvimento (Barbosa, 1997). Com relação aos ensaios de tração, as propriedades obtidas evidenciaram um comportamento bastante dúctil do material. Na fase plástica, a identificação dos parâmetros de Ramberg-Osgood foi melhorada quando se utilizou a técnica de otimização.

Os ensaios de fadiga de alto ciclo mostraram que o processo de ruptura do material é composto de duas fases bem distintas de fratura dúctil e frágil. A fadiga de baixo ciclo mostrou que o comportamento tensão-deformação cíclico tende a uma indefinição. Outras análises do comportamento cíclico devem ser investigadas, como o efeito da tensão média, os danos cumulativos, etc.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CBMM (Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração), pelo fornecimento do material, à FAPEMIG (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais), pelo suporte financeiro, e ao aluno de Iniciação Científica Emanuel M. Raszl, pela colaboração.

REFERÊNCIAS

- American Society of Materials, 1983, ASM Metals Reference Book, Second Edition, ASM.
- Araújo, J.A., 1996, Resistência à fadiga sob carregamentos combinados de flexão e torção em fase com tensões médias superpostas, Dissertação de Mestrado em Eng. mecânica, UNB.
- Bever, M.B., 1986, Encyclopedia of materials science and engineering - tantalum and niobium as biomedical material, Pergamon Press, New York.

- Barbosa, D.Z., Duarte L.G. e Gondim, C.D., 1997, O nióbio como material para próteses implanto-suportadas, Relatório Universidade Federal de Uberlândia.
- Chaboche, J.-L. et Lemaitre, J., 1985, Mécanique des matériaux solides, Bordas.
- Giordani, E.J., Pinto, T.B., Ferrandini, P., V.A., Guimarães e Ferreira, I., 1997, Propriedades mecânicas monotônicas e cíclicas de um aço microligado ao TI e NB nas condições como fornecido e normalizado”, XIV Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, Bauru-SP.
- Lemons, J. and Natiella, J., 1986, Biomaterials, biocompatibility and peri-Implant considerations, Dental Clinics of North America, Vol. 30, N° 1.
- Lyakishev, N. P., Tulin, N.A. and Pliner, Y. L., 1984, Niobium in steels and alloys, CBMM.
- Madayag, A. F., 1969, Metal fatigue : theory and design, John Wiley & Sons.
- Saha, R.L. and K. T., Jacob, 1986, Casting of titanium and its alloys, Def. Sci J., Vol. 36, n.2, pp 121-141.
- Schider, S., 1986, High strength dispersion hardened niobium for implants, The Int. Journal of Powder Metallurgy, Vol. 22, N° 1.
- Skalak, R., 1983, Biomechanical considerations in osseointegrated protheses, Journal Prosthet. Dent. 49:843.

EXPERIMENTAL CHARACTERIZATION OF THE MONOTONIC AND CYCLIC BEHAVIOR OF PURE NIOBIUM FOR BIOMEDICAL APPLICATIONS

***Abstract.** The main objective of this work is to raise the mechanical properties related to the monotonic and cyclic behavior of pure niobium. The study is enclosed in the biomechanics context in order to analyze the materials that are used in implant devices for living beings. The monotonic tensile curves were raised and classical properties such as Young's modulus, yield strength and ultimate strength were determined. The hardening parameters related to Ramberg-Osgood law were identified and we also verified the influence of deformation rates in the monotonic behavior. The Strength x Life curves (SxN diagram) were constructed from high cycle fatigue tests, using complete reversed tension and compression load. Several aspects of low cycle fatigue testes were observed: hysteresis loops; softening and hardening process and hardening cyclic law. Finally, we made complementary analysis like hardness tests and fracture characterization using Electronic Microscopy. The results have shown that pure niobium could be a good material for biomedical applications.*

***Key Words:** Niobium, Tension, Fatigue, Biomechanics.*