

ANÁLISE DE FRATURA DE ESTRUTURAS CELULARES DE TI-6AL-4V PRODUZIDAS POR MANUFATURA ADITIVA

Guilherme Arthur Longhitano

UNICAMP, BRAZIL, guilonghita@gmail.com

Leonardo Mendes Ribeiro Machado

CTI Renato Archer, BRAZIL, leonardo.machado@cti.gov.br

André Luiz Jardini Munhoz

UNICAMP, BRAZIL, ajardini@unicamp.br

Estela Kerstner Baldin

UFRGS, BRAZIL, estelakerstner@gmail.com

Pedro Bell Santos

UFRGS, BRAZIL, pedro.bell@acad.pucrs.br

Rubens Maciel Filho

UNICAMP, BRAZIL, maciel@feq.unicamp.br

Célia de Fraga Malfatti

UFRGS, BRAZIL, celia.malfatti@ufrgs.br

Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia

FEM/UNICAMP, BRAZIL, zavagl@fem.unicamp.br

INTRODUÇÃO

Sólidos celulares são materiais porosos com uma rede de estruturas mecânicas interconectadas (ASHBY, 1997). Essas estruturas podem apresentar porosidade aberta ou fechada e distribuição de poros estocástica (randômica) ou não-estocástica (ordenadas, reticuladas (MAHMOUD; ELBESTAWI, 2017). Dentre os sólidos celulares, as estruturas que apresentam porosidade aberta e distribuição de poros ordenada são chamadas de *lattice structures*, ou estruturas de treliças (MAHMOUD; ELBESTAWI, 2017; TAN et al., 2017). Essas estruturas são formadas por células unitárias, definidas pela unidade mínima que, ao ser replicada em três dimensões, gera geometrias maiores (VAN HOOREWEDER et al., 2017; ZADPOOR; HEDAYATI, 2016). Na área biomédica, sólidos celulares são comumente chamados de *scaffolds* (ARABNEJAD et al., 2016; TAN et al., 2017).

Neste contexto, a manufatura aditiva pode ser utilizada para se otimizar e customizar as propriedades mecânicas e a resposta celular de sólidos celulares de materiais metálicos. Na ortopedia, para promover proliferação celular e crescimento ósseo, mantendo a rigidez próxima do osso humano para evitar o fenômeno de reabsorção óssea, poros entre 100 e 1200 μm e porosidades entre 50 e 80% mostraram-se adequados (LI et al., 2015; WIEDING et al., 2015). Dessa forma, as propriedades mecânicas de estruturas celulares metálicas são fundamentais para uma boa utilização como materiais de implantes ortopédicos.

Embora a literatura para ensaios de compressão em estruturas celulares metálicas seja rica (AMIN YAVARI et al., 2013; HEDAYATI et al., 2017; KADKHODAPOUR et al., 2015), ainda há poucos estudos à respeito de mecanismos de fratura.

Neste trabalho, estruturas celulares metálicas foram produzidas por manufatura aditiva visando a aplicação em implantes ortopédicos. Três tipos de células unitárias foram projetados e replicados para a produção de estruturas celulares. As estruturas foram produzidas em Ti-6Al-4V ELI pela técnica de Sinterização Direta de Metais por Laser (DMLS). As amostras foram fraturadas em ensaios de compressão e análise de fratura foi conduzida. Por fim, análises por elementos finitos (FEA) foram conduzidas.

METODOLOGIA

Três modelos distintos de células unitárias – cúbico, octaédrico e hexagonal – foram projetados via Desenho Assistido por Computador (CAD). Os modelos foram desenhados de maneira a se obterem distintas respostas mecânicas para cada um. Após a replicação das células unitárias, estruturas celulares cilíndricas de 5 mm de diâmetro por 10 mm de altura foram obtidas e salvas em formato .STL.

As amostras cilíndricas foram produzidas por DMLS utilizando-se pó comercial da liga Ti-6Al-4V ELI (EOS GmbH) e uma máquina EOS GmbH EOSINT M270. Após produção, as amostras foram submetidas ao tratamento térmico de alívio de tensões a 650 °C por 3 h em atmosfera protegida de gás argônio, com resfriamento em forno. Por fim, para remoção de partículas de pó aderidas às superfícies das amostras, uma etapa de polimento químico foi adotada, submergindo as amostras por 2 minutos em uma solução de 1:4:5 em volume de HF (40%), HNO₃ (68%) e H₂O, respectivamente.

Ensaio de compressão foram realizados em uma máquina universal de ensaios mecânicos com uma pré-carga de 50 N e em modo de controle de deslocamento (1 mm/min). A tensão de escoamento foi calculada utilizando-se um deslocamento de 0,2%.

Análise microestrutural foi realizada após preparação metalográfica e ataque químico com reagente Kroll (5% HNO₃ e 10% HF em água) por 45 segundos. Microestrutura e fraturas foram observadas nos microscópios eletrônicos de varredura (MEV) FEI Inspect F50 e TESCAN MIRA 3 XMU.

Por fim, a FEA foi conduzida utilizando-se o software HyperMesh® da Altair®. Foram conduzidas análises estáticas lineares não-transientes nas geometrias criadas em CAD simulando-se os esforços mecânicos do ensaio mecânico de compressão. As propriedades mecânicas foram baseadas na literatura (LONGHITANO et al., 2017).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As estruturas celulares foram produzidas com sucesso, gerando amostras com porosidade interconectada e boa fidelidade com relação ao projeto em CAD. A etapa de polimento químico teve como efeito a remoção das partículas remanescentes do processo de

DMLS. Em processos de fusão em leito de pó, processo ao qual a DMLS se enquadra (ISO/ASTM, 2015), partículas da matéria prima em pó ficam remanescentes na superfície das amostras devido à falta de fusão ou fusão incompleta (DAMBORENEA et al., 2017; SALLICALEVA; JARDINI; FOGAGNOLO, 2013). Para o uso em implantes, essas partículas podem se desprender e serem liberadas na corrente sanguínea, gerando efeitos sistêmicos (ASTM, 2020; LONGHITANO et al., 2019). Dessa forma, a remoção dessas partículas se faz mandatória. Entretanto, como resultado secundário, o polimento químico reduz a espessura das paredes das estruturas (LONGHITANO et al., 2015; PYKA et al., 2012), causando aumento da porosidade projetada e redução na resistência mecânica. Dessa forma, se faz necessário realizar estudos prévios dos efeitos no polimento químico quando valores de porosidade e espessura de parede específicas são desejadas, de maneira a se projetar as estruturas com sobremetal que será removido durante a etapa de polimento químico.

A microestrutura obtida para as amostras foi a de grãos primários de fase β com martensita hexagonal (α') e nanocristais de fase β entre as placas de martensita. Essa microestrutura é resultante do processo de fusão por laser da DMLS. Durante o processamento do material, um laser de alta energia varre o leito de pó de material metálico, criando uma poça de fusão da ordem de 100 μm . Devido ao pequeno tamanho da poça de fusão, rápida interação do laser com o material e à grande quantidade de material na vizinhança para remoção de calor, ocorrem altas taxas de resfriamento no material fundido, resultando em estruturas metaestáveis (LONGHITANO et al., 2017).

Para os ensaios de compressão, foram obtidos valores de rigidez de $2,6 \pm 0,4$, $2,2 \pm 0,3$ e $2,4 \pm 0,2$ GPa para as células unitárias cúbica, octaédrica e hexagonal, respectivamente. Os valores encontram-se compatíveis com a rigidez do osso trabecular, possibilitando contornar o fenômeno de reabsorção óssea (DABROWSKI et al., 2010; DALLAGO et al., 2018). Os valores de tensão de escoamento e deformação na fratura foram, respectivamente, de $54,6 \pm 1,4$ MPa e $4,7 \pm 0,3\%$ para a célula unitária cúbica, $59,0 \pm 7,7$ MPa e $8,9 \pm 1,1\%$ para a octaédrica, e de $101,9 \pm 7,0$ MPa e $10,8 \pm 1,5\%$ para a hexagonal. Os resultados sugerem que as células unitárias apresentam grande influência no comportamento mecânico das estruturas celulares.

A análise de fratura das amostras falhadas nos ensaios de compressão mostra diferentes mecanismos de fratura para as células unitárias. As estruturas celulares de célula cúbica tiveram falhas nas paredes verticais de um mesmo plano perpendicular à direção da carregamento. As falhas obtidas apresentaram ângulos de fratura de 45°, com bandas de cisalhamento e alvéolos nas superfícies de fratura, resultantes de tensões de cisalhamento máximas geradas em um ângulo de 45° (DA SILVA; RAMESH, 1997; KAILAS; PRASAD; BISWAS, 1994; LONGHITANO et al., 2017). Por outro lado, as estruturas de célula octaédrica apresentaram uma morfologia de alvéolos distinta da anterior. Neste caso, a superfície de fratura se assemelha a superfície de fratura de ensaios de tração (FACCHINI et al., 2010; LONGHITANO et al., 2017). Por fim, as estruturas de célula hexagonal falharam de maneira similar às de célula cúbica.

Neste contexto, análises de tensão de Von Mises e de 1ª e 3ª tensões principais por FEA foram realizadas para se entender a distribuição de tensões e os mecanismos de falha na geometria complexa das amostras de estrutura celular. A estrutura de célula cúbica mostrou concentração de tensão nas paredes verticais, constituída praticamente apenas por tensões de compressão, sendo as tensões de tração irrelevantes. Desta forma, a falha por cisalhamento a 45° nas estruturas verticais está de acordo com o observado nos ensaios mecânicos. A estrutura de célula octaédrica, com estruturas diagonais em relação à aplicação de carga, apresentou tensões de compressão e tração nas extremidades opostas de cada parede, indicando a presença de flexão, e gerando uma superfície de fratura por cisalhamento em tração. Por fim, a estrutura de célula hexagonal apresentou concentração de tensões de compressão nas paredes verticais e tensões mistas em estruturas diagonais com relação à aplicação de carga. Neste caso, a melhor distribuição de tensões acarretou valores de ductilidade e resistência mecânica superiores às demais.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste trabalho, três tipos de estruturas celulares – cúbica, octaédrica e hexagonal - de Ti-6Al-4V ELI foram produzidas pela técnica de DMLS. A técnica de polimento químico removeu partículas de pó

aderidas à superfície das amostras, evitando a sua possível liberação na corrente sanguínea. A microestrutura da liga é composta de martensita hexagonal com nanocristais de fase β . Todas as estruturas celulares apresentam rigidez compatível ao osso trabecular humano. Diferentes mecanismos de fratura foram observados para as estruturas, acarretando propriedades mecânicas variadas. estrutura celular de célula hexagonal apresenta a maior ductilidade e resistência mecânica devido à sua arquitetura que permite uma melhor distribuição de tensões. Os resultados sugerem que a utilização da ferramenta de FEA na fabricação de estruturas celulares é fundamental para a otimização de propriedades mecânicas e predição de mecanismos de fratura.

Palavras-chave: Estruturas celulares; Manufatura aditiva; Ti-6Al-4V; Ensaios mecânicos; Análise de fratura.

AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer os processos 2019/15441-9 e 2020/05612-8, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP); ao LME do Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano), CNPEM, pelo apoio ao uso do FEI Inspect F50 FEG- SEM (proposta SEM-C1-25109); e ao Laboratório aberto de impressão 3D (LApri) e ao Laboratório aberto de impressão 3D (LAimage) do Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer pelo apoio com o uso de recurso computacional e do MEV TESCAN MIRA 3 XMU.

REFERÊNCIAS

AMIN YAVARI, S. et al. Fatigue behavior of porous biomaterials manufactured using selective laser melting. **Materials Science and Engineering C**, v. 33, n. 8, p. 4849–4858, 2013.

ARABNEJAD, S. et al. High-strength porous biomaterials for bone replacement: A strategy to assess the interplay between cell morphology, mechanical properties, bone ingrowth and manufacturing constraints. **Acta Biomaterialia**, v. 30, p. 345–356, 2016.

ASHBY, G. AND. **Cellular Solids**. [s.l.: s.n.].

ASTM. ASTM F3335 Standard Guide for Assessing the Removal of Additive Manufacturing Residues in Medical Devices Fabricated by Powder Bed Fusion. v. i, p. 1–7, 2020.

DA SILVA, M. G.; RAMESH, K. T. The rate-dependent deformation and localization of fully dense and porous Ti-6Al-4V. **Materials Science and Engineering: A**, v. 232, n. 1–2, p. 11–22, 1997.

DABROWSKI, B. et al. Highly porous titanium scaffolds for orthopaedic applications.

Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials, v. 95, n. 1, p. 53–61, 2010.

DALLAGO, M. et al. Fatigue and biological properties of Ti-6Al-4V ELI cellular structures with variously arranged cubic cells made by selective laser melting. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 78, n. December 2017, p. 381–394, 2018.

DAMBORENEA, J. J. et al. Corrosion of Ti6Al4V pins produced by direct metal laser sintering. **Applied Surface Science**, v. 393, p. 340–347, 2017.

FACCHINI, L. et al. Ductility of a Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting of prealloyed powders. **Rapid Prototyping Journal**, v. 16, n. 6, p. 450–459, 2010.

HEDAYATI, R. et al. How does tissue regeneration influence the mechanical behavior of additively manufactured porous biomaterials? **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 65, n. May 2016, p. 831–841, 2017.

ISO/ASTM. INTERNATIONAL STANDARD ISO / ASTM 52900 Additive manufacturing — General principles — Terminology. **International Organization for Standardization**, v. 5, p. 1–26, 2015.

KADKHODAPOUR, J. et al. Failure mechanisms of additively manufactured porous biomaterials: Effects of porosity and type of unit cell. **Journal**

of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, v. 50, p. 180–191, 2015.

KAILAS, S. V.; PRASAD, Y. V. R. K.; BISWAS, S. K. Flow Instabilities and fracture in Ti-6Al-4V deformed in compression at 298 K to 673 K. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 25, n. October, p. 2173–2179, 1994.

LI, F. et al. Fabrication, pore structure and compressive behavior of anisotropic porous titanium for human trabecular bone implant applications. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 46, p. 104–114, 2015.

LONGHITANO, G. A. et al. Surface Finishes for Ti-6Al-4V Alloy Produced by Direct Metal Laser Sintering. **Materials Research**, v. 18, n. 4, p. 838–842, ago. 2015.

LONGHITANO, G. A. et al. Correlation between microstructures and mechanical properties under tensile and compression tests of heat-treated Ti-6Al-4V ELI alloy produced by additive manufacturing for biomedical applications. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 252, n. November 2016, p. 202–210, 2017.

LONGHITANO, G. A. et al. Influence of unit cell and geometry size on scaffolds electrochemical response. **Journal of Electroanalytical Chemistry**, v. 853, n. July, 2019.

MAHMOUD, D.; ELBESTAWI, M. Lattice Structures and Functionally Graded Materials Applications in Additive Manufacturing of Orthopedic Implants: A Review. **Journal of Manufacturing and Materials Processing**, v. 1, n. 2, p. 13, 2017.

PYKA, G. et al. Surface Modification of Ti6Al4V Open Porous Structures Produced by Additive Manufacturing. **Advanced Engineering Materials**, v. 14, n. 6, p. 363–370, 17 jun. 2012.

SALLICA-LEVA, E.; JARDINI, A. L.; FOGAGNOLO, J. B. Microstructure and mechanical behavior of porous Ti-6Al-4V parts obtained by selective laser

melting. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 26, p. 98–108, 2013.

TAN, X. P. et al. Metallic powder-bed based 3D printing of cellular scaffolds for orthopaedic implants: A state-of-the-art review on manufacturing, topological design, mechanical properties and biocompatibility. **Materials Science and Engineering C**, v. 76, p. 1328–1343, 2017.

VAN HOOREWEDER, B. et al. Improving the fatigue performance of porous metallic biomaterials produced by Selective Laser Melting. **Acta Biomaterialia**, v. 47, p. 193–202, 2017.

WIEDING, J. et al. Biomechanical stability of novel mechanically adapted open- porous titanium scaffolds in metatarsal bone defects of sheep. **Biomaterials**, v. 46, p. 35–47, 2015.

ZADPOOR, A. A.; HEDAYATI, R. Analytical relationships for prediction of the mechanical properties of additively manufactured porous biomaterials. **Journal of Biomedical Materials Research - Part A**, v. 104, n. 12, p. 3164–3174, 2016.