

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

BRUNO XAVIER DE FREITAS

Processamento e caracterização de ligas à base de magnésio bioabsorvíveis

Lorena

2020

BRUNO XAVIER DE FREITAS

Processamento e caracterização de ligas à base de magnésio bioabsorvíveis

Tese apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de Doutor em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais na área de concentração de Materiais Convencionais e Avançados

Orientador: Prof. Dr. Carlos Angelo Nunes

Versão Original

Lorena  
2020

NÃO AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, SERÁ DISPONIBILIZADO AUTOMATICAMENTE APÓS 2 ANOS DA PUBLICAÇÃO

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado  
da Escola de Engenharia de Lorena,  
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Freitas, Bruno Xavier de

Processamento e caracterização de ligas à base de magnésio bioabsorvíveis / Bruno Xavier de Freitas; orientador Prof. Dr. Carlos Angelo Nunes - Versão Original. - Lorena, 2020.

94 p.

Tese (Doutorado em Ciências - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais na Área de Materiais Convencionais e Avançados) - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. 2020

1. Ligas de magnésio. 2. Laminação a quente. 3. Disprósio. 4. Gadolíneo. 5. Citotoxicidade. I. Título. II. Nunes, Prof. Dr. Carlos Angelo, orient.

## AGRADECIMENTOS

Ao *CNPq*, pelo auxílio financeiro para a realização deste trabalho

Ao *Prof. Dr. Carlos Angelo Nunes*, pela orientação, comprometimento, amizade e pela confiança depositada.

Aos professores e profissionais do DEMAR, em especial ao *Prof. Dr. Gilberto Coelho*, *Prof. Dr. Paulo Suzuki*, *Prof. Dr. Luiz Eleno*, *Prof. Dra. Célia Tomachuk*, *Carlos Dainesi*, *Francisco Paiva*, *Rodolfo Lopes*, *Bento Ferreira*, *Sergio Luiz*, *Valdir Marcolino*, *Sebastião Barbosa*, *Jairo Luiz*, *Giseli Azevedo* e *Maria Alice* pelo auxílio experimental e administrativo dado a este trabalho

A *Dra. Sizue Ota Rogero* do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) pela realização dos experimentos de citotoxicidade.

Aos meus amigos de DEMAR, em especial ao *Lucas*, *Caju*, *Fred*, *Diego*, *Leandro Saimon*, *Léo*, *Paula*, *Viviane*, *Marcus Vinicius*, *Nabil*, *Luciano*, *Thiago*, *Fulop*, *Thomas*, *Danilo*, *Júlio*, *Denis* e *Manuel* pelas discussões e colaboração neste trabalho.

À minha família, em especial aos meus irmãos *Rodrigo* e *Elaine* por sempre estarem comigo nos momentos importantes.

À minha esposa *Lívia*, pelo companheirismo, paciência, incentivo e amor.



## RESUMO

FREITAS, B. X. **Processamento e caracterização de ligas à base de magnésio bioabsorvíveis.** 2020. 94 p. Tese (Doutorado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2020.

Nesta tese, realizou-se o processamento e a caracterização de ligas à base de magnésio biodegradáveis para a obtenção de chapas com 2,5 milímetros de espessura. Iniciou-se este estudo com a fabricação de uma *glovebox* com um forno acoplado para a fusão de lingotes com ~150 g. As ligas produzidas foram Mg-3,3Gd-0,2Zn-0,4Zr (%massa)(GK30) e Mg-3,4Dy-0,2Zn-0,4Zr (%massa)(DK30). Para as duas ligas a microestrutura bruta de fusão era constituída de matriz da fase  $\alpha$ (Mg) com segregação rica em Gd/Dy. O tratamento térmico de homogeneização a 525 °C por 12 horas foi o escolhido para se dissipar a estrutura bruta de fusão. A partir dos lingotes homogeneizados realizou-se o processamento por meio de laminação a quente a 450 °C para a obtenção de chapas com 2,5 milímetros de espessura. A microestrutura laminada era constituída de grão equiaxiais recristalizados com tamanho de médio de  $76 \pm 15 \mu\text{m}$  para a liga com Gd e  $20 \pm 2 \mu\text{m}$  com Dy. Tratamentos térmicos de envelhecimento em 180 °C não foram eficazes para promover o endurecimento por precipitação das ligas, o tempo de 100 horas para liga com Gd quanto para a com Dy foi o que obteve maior valor de dureza com  $63 \pm 3 \text{HV}$  e de  $64 \pm 2 \text{HV}$ , respectivamente. A liga DK30 laminada e envelhecida por 100 h apresentou os melhores resultados de propriedades mecânicas com limite de escoamento de  $225 \pm 3 \text{MPa}$ , limite de resistência de  $234 \pm 4 \text{MPa}$  e deformação específica de  $8 \pm 2 \%$  em relação a direção de laminação. Ambas as ligas se apresentam não tóxicas após ensaios *in vitro* evidenciando o potencial de aplicação dessas ligas para implantes biodegradáveis.

Palavras-chave: Ligas de magnésio. Laminação a quente. Disprósio. Gadolínio. Citotoxicidade.

## ABSTRACT

FREITAS, B. X. **Processing and characterization of bioabsorbable magnesium alloys.** 2020. 94 p. Thesis (Doctoral of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2020.

In this work, the processing and characterization of biodegradable magnesium alloys was carried out to produce plates with thickness of 2.5 mm. A glovebox with an attached furnace was manufactured to melt ingots with ~ 150 g. The alloys produced were Mg-3.3Gd-0.2Zn-0.4Zr (wt.%) (GK30) and Mg-3.4Dy-0.2Zn-0.4Zr (wt.%) (DK30). For both alloys, the as-cast microstructure showed a matrix of  $\alpha$  (Mg) phase with segregation rich in Gd / Dy. Homogenization heat treatments at 525 ° C for 12 h was chosen to dissipate the as-cast microstructure. From the homogenized ingots, hot rolling process was carried at 450 ° C to obtain plates with thickness of 2.5 mm. The rolled microstructure exhibited recrystallized equiaxial grains with an average size of  $76 \pm 15 \mu\text{m}$  for the alloy with Gd and  $20 \pm 2 \mu\text{m}$  with Dy. Aging at 180 °C were not effective to promote precipitation hardening of the alloys, moreover, 100 hours for alloy with Gd and for that with Dy was the one that obtained the highest hardness value with  $63 \pm 3 \text{HV}$  and  $64 \pm 2 \text{HV}$ , respectively. The DK30 alloy rolled and aged for 100 h showed the best results of mechanical properties with yield strength of  $225 \pm 3 \text{MPa}$ , ultimate tensile strength of  $234 \pm 4 \text{MPa}$  and elongation of  $8 \pm 2\%$  in relation to the rolling direction. Both alloys are non-toxic after in vitro tests, exhibiting the potential application of these alloys for biodegradable implants.

Keywords: Magnesium alloys. Hot rolling. Dysprosium. Gadolinium. Cytotoxicity.