

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

LUCIANE MONTEIRO ELIAS

**Avaliação microestrutural e mecânica das ligas
Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta para aplicação biomédica**

Lorena
2008

LUCIANE MONTEIRO ELIAS

**Avaliação microestrutural e mecânica das ligas
Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta para aplicação biomédica**

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos.

Orientadora: Prof^ª Dra. Sandra Giacomini Schneider

Lorena
2008

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha Catalográfica

Elaborada pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais
USP/EEL

Elias, Luciane Monteiro

Avaliação microestrutural e mecânica das ligas Ti- 41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta para aplicação biomédica. / Luciane Monteiro Elias; orientador: Sandra Giacomini Schneider -- Lorena, 2008.
98 f.: il.

Dissertação (Mestre em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo.

1. Biomaterias 2. Ligas de titânio 3. Fase β 4. Tratamentos térmicos
I. Título.

CDU 61: 62-4

DEDICATÓRIA

Aos meus pais César e Fátima, com amor, admiração e gratidão por sua compreensão, carinho, incentivo e incansável apoio ao longo do período de elaboração deste trabalho. Esta realização é, sobretudo, uma vitória deles próprios.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar a Deus, pois o coração do homem planeja o seu caminho, mas é o Senhor quem lhe dirige os passos.

Aos meus irmãos, Amanda e Vinícius que mesmo distantes me incentivaram e trocaram idéias, enriquecendo este trabalho.

À amiga e orientadora Sandra Giacomini Schneider que com carinho, paciência e atenção me ensinou um pouco mais sobre como seguir vencendo os desafios da vida com alegria e amor.

Aos amigos e professores Miguel, Batista, Claudinei e Sergio, que sempre me incentivaram, me apoiaram e me trataram com carinho, mesmo nos dias ruins.

A todo o corpo técnico do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR).

Aos membros da banca.

Ao Samuel que tem sido meu companheiro para todos os momentos.

Ao novo amigo Michel, pela grande ajuda nos momentos finais.

Aos amigos que já tinha e aos que ganhei neste caminho.

Aos amigos da Chocolates Garoto S.A., principalmente a Vanessa que também divide comigo as alegrias e tristezas do dia-a-dia

Aos amigos Fabio Battistella e Marcos Spinardi, que sempre me apoiaram, mesmo nas horas mais difíceis e viabilizaram a concretização deste trabalho.

E finalmente, ao corpo de profissionais da Santa Casa de São Paulo, pois sem seus conhecimentos, cuidados e carinhos eu não estaria aqui para contar essa história.

Obrigada!

EPÍGRAFE

*"E assim, depois de muito esperar, num dia como outro qualquer, decidi triunfar...
Decidi não esperar as oportunidades e sim, eu mesmo buscá-las.
Decidi ver cada problema como uma oportunidade de encontrar uma solução.
Decidi ver cada deserto como uma possibilidade de encontrar um oásis.
Decidi ver cada noite como um mistério a resolver.
Decidi ver cada dia como uma nova oportunidade de ser feliz.
Naquele dia descobri que meu único rival não era mais que minhas próprias
limitações e que enfrentá-las era a única e melhor forma de as superar.
Naquele dia, descobri que eu não era o melhor e que talvez eu nunca tivesse sido.
Deixei de me importar com quem ganha ou perde.
Agora me importa simplesmente saber melhor o que fazer.
Aprendi que o difícil não é chegar lá em cima, e sim deixar de subir.
Aprendi que o melhor triunfo é poder chamar alguém de "amigo".
Descobri que o amor é mais que um simples estado de enamoramento, "o amor é
uma filosofia de vida".
Naquele dia, deixei de ser um reflexo dos meus escassos triunfos passados e passei
a ser uma tênue luz no presente.
Aprendi que de nada serve ser luz se não iluminar o caminho dos demais.
Naquele dia, decidi trocar tantas coisas...
Naquele dia, aprendi que os sonhos existem para tornar-se realidade.
E desde aquele dia já não durmo para descansar... simplesmente durmo para
sonhar."*

Walt Disney

RESUMO

ELIAS, L. M. **Avaliação microestrutural e mecânica das ligas Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta para aplicação biomédica.** 2008. 98 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena. 2008.

A seleção de materiais para diferentes componentes em dispositivos para aplicação biomédica depende especialmente de vários fatores. Primeiro, os materiais para implante devem possuir uma excelente biocompatibilidade. Além disso, eles devem ter uma excelente resistência à corrosão e propriedades mecânicas apropriadas. O módulo de elasticidade deve apresentar valores próximos ao módulo do osso humano, para que haja uma transferência adequada de tensão mecânica no osso adjacente ao implante. Biomateriais metálicos tais como aços inoxidáveis, ligas a base de Co, Titânio e suas ligas têm sido extensamente utilizados em aplicações médicas. Entretanto, eles podem causar alguns problemas à saúde por causa da liberação de íons metálicos tóxicos e eles também podem levar a uma reabsorção nos tecidos ósseos adjacentes ao implante devido a grande diferença entre seus módulos. Titânio e suas ligas são bem aceitos como biomateriais para uso clínico em razão de suas propriedades biológicas, mecânicas e físicas desempenharem papel importante na longevidade das próteses e implantes. A liga Ti-6Al-4V foi desenvolvida para as indústrias aeroespacial e naval; e foi um dos primeiros materiais introduzidos como dispositivos biomédicos. Entretanto, devido ao efeito citotóxico causado pelos elementos Al e V e ao alto módulo de elasticidade dessa liga, novas ligas que apresentam módulo de elasticidade menor e não contêm esses elementos estão recebendo uma grande atenção. Pesquisas recentes em biomateriais têm focado sua atenção para as ligas de Titânio porque suas variáveis de processamento podem ser controladas para levar a resultados desejados. Estudos de reação dos tecidos aos implantes identificaram Ti, Nb, Zr e Ta como elementos não tóxicos já que eles não causam nenhuma reação adversa ao corpo humano. Além disso, Nb e, em menor escala, Ta, atuam como estabilizadores da fase β para formar uma solução sólida homogênea, enquanto o Zr atua como um elemento neutro para formar uma solução sólida homogênea nas fases α e β . Além disso, Nb e Ta levam a uma redução no módulo de elasticidade quando ligados ao Titânio em determinadas quantidades. Estudos sobre o sistema Ti-Nb-Ta-(Zr) têm mostrado que as transformações de fases são sensíveis tanto à razão de resfriamento quanto à composição química da liga. Nesse estudo, para propor uma nova liga de Titânio do tipo β para aplicação biomédica, o objetivo é verificar se a liga Ti-41,1Nb-7,1Zr apresenta características microestruturais e mecânicas semelhantes as da liga Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr, cujas características são adequadas a essa aplicação. Considerando que o Ta e Nb têm o mesmo raio atômico, o Ta pode ser substituído pelo Nb na liga quaternária (%peso) resultando em uma liga ternária (%peso) mais acessível devido a uma menor densidade, menor ponto de fusão e menor custo do Nb em comparação ao Ta.

Palavras-chave: Biomateriais. Ligas de Titânio. Titânio β . Tratamentos térmicos.

ABSTRACT

ELIAS, L. M. **Microstructural and mechanical characterization of Ti-41,1Nb-7,1Zr and Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta alloys for biomedical application.** 2008. 98 f. Dissertação (Máster of Science in Materials Engineering) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena. 2008.

Selecting materials for different components in biomedical devices depends especially on several factors. First, the implant materials must possess an excellent biocompatibility. Moreover, it must have an excellent corrosion resistance and appropriate mechanical properties. Low elastic modulus is required to be close to that of a human bone, in order to transfer the adequate mechanical stress to the surrounding bone. Metallic biomaterials such as stainless steels, Co-based alloys, titanium and titanium alloys have been extensively used in the medical applications. However, they can cause some health problems because of the release of toxic metal ions, and they can also lead to resorption of adjacent bone tissues due to great difference in modulus between the implant device and adjacent bone tissues. Titanium and titanium alloys are well-suited as clinically used biomaterials because their biological, mechanical and physical properties play significant roles in the longevity of the prostheses and implants. The Ti-6Al-4V alloy had been developed for aerospace and naval industries; it was one of the first titanium biomaterial introduced in implantable components and devices. Nevertheless, due to toxicity effects caused by Al and V and high elastic modulus, new alloys that present lower elastic modulus and do not contain these elements are receiving a great deal of attention. Recent biomaterials research has been focused on β -titanium alloys because processing variables can be controlled to lead selected results. Tissue reaction studies have identified Ti, Nb, Zr and Ta as non-toxic elements as they do not cause any adverse reaction in human body. In addition, Nb and, to a lesser extent, Ta, both act as β -stabilizers, to form homogeneous solid solutions, while Zr acts as a neutral element for forming a homogeneous solid solution in the α and β phases. Furthermore, Nb and Ta are found to reduce the elastic modulus when alloyed with titanium in certain preferred quantities. Studies about Ti-Nb-Ta-(Zr) system have shown that phase transformations are sensitive to both cooling rate and chemical composition. In this study, in order to propose a new β Titanium alloy for biomedical application, the goal is to verify if the Ti-41,1Nb-7,1Zr show Microstructural and mechanical characteristics near equal of the Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr. Considering that Ta and Nb have the same atomic radius, Ta can be replaced for Nb in the quaternary alloy (wt%) resulting in a ternary alloy (wt%) more available due to the lower density, lower melting point and lower cost of the Nb in comparison of the Ta.

Key-words: Biomaterials. Titanium alloys. β -Titanium. Heat treatments.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Transformação de fase do titânio.....	30
Figura 2. Diagrama de fase estimado do Nb-Ti para 13% em peso de Zr a partir do diagrama de fases ternário Ti-Nb-Zr.....	32
Figura 3. Diagrama de fase esquemático de um pseudo-binário do titânio e um estabilizador da fase β	33
Figura 4. Representação da variação do módulo de elasticidade com a razão e/a para sistemas binários Ti-MT.....	40
Figura 5. Representação do diagrama de transformação de fases para ligas do sistema Ti-Nb-Zr-(Ta)	41
Figura 6. Representação da mudança de mecanismos de deformação de acordo com a % de estabilizadores da fase β	45
Figura 7. Lingote fundido: (a) no cadinho depois do resfriamento; (b) fora do forno; (c) desenho esquemático.....	48
Figura 8. Desenho esquemático dos corpos de prova para ensaio de tração....	52
Figura 9. Micrografia óptica da estrutura bruta de fusão da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr: (a) região de contato com o cadinho (base), (b) região do topo.....	56
Figura 10. Micrografia óptica da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 900°C por 30 min e 1h com posterior resfriamento em água (WQ).....	57
Figura 11. Micrografia óptica da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C por 30 min e 1h com posterior resfriamento em água (WQ).....	57
Figura 12. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C por 2h com posterior resfriamento em água: (a) microscopia óptica e (b) microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	58
Figura 13. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/1h, forjada e recristalizada a 1000°C/2h WQ, obtidas por: (a) microscopia óptica e (b) microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	60
Figura 14. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/1h, forjada e recristalizada a 1100°C/2h WQ, obtidas por: (a) microscopia óptica e (b) microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	60

Figura 15. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C/2h, forjada e recristalizada a 900°C/1h resfriada em água, obtidas por: (a) microscopia óptica e (b) microscopia eletrônica de varredura (MEV)	61
Figura 16. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C/2h, forjada e recristalizada a 1000°C/1h WQ, obtidas por: (a) microscopia óptica e (b) microscopia eletrônica de varredura (MEV)	61
Figura 17. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C/2h, forjada e recristalizada a 1000°C/2h WQ, obtidas por: (a) microscopia óptica e (b) microscopia eletrônica de varredura (MEV)	62
Figura 18. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/1h, forjada e recristalizada a 1000°C/2h AC, obtidas por: (a) microscopia óptica e (b) microscopia eletrônica de varredura (MEV)	62
Figura 19. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/1h, forjada e recristalizada a 1100°C/2h AC, obtidas por: (a) microscopia óptica e (b) microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	63
Figura 20. Difratoograma de raios X da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/2h WQ e recristalizada nas duas condições: 900°C/1h WQ e 1000°C/1h WQ.....	65
Figura 21. Curvas representativas de tensão versus deformação para a liga Ti-41,1 Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/1h WQ, forjada e recristalizada a: 1100°C/1h WQ e 1100°C/2h AC; e solubilizada 1000°C/2h WQ, forjada e recristalizada a: 900°C/1h WQ e 1000°C/2h WQ.....	66
Figura 22. Micrografia óptica da estrutura bruta de fusão da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta: a) região topo, b) região intermediária topo-base.....	69
Figura 23. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta solubilizada a 1000°C e 1100°C, para os tempos de 2, 6 e 96h, e resfriada em água.....	70
Figura 24. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada a 1200°C/2h AC.....	71
Figura 25. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada a 1200°C/2h AC.....	71
Figura 26. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada a 1200°C/24h AC.....	72
Figura 27. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada a 1200°C/24h AC.....	72
Figura 28. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada a 1200°C/24h AC .e solubilizada 1200°C/2h WQ.....	73

Figura 29. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada a 1200°C/24h AC.e solubilizada 1200°C/2h WQ.....	73
Figura 30. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr forjada após as condições de solubilização: (A) 1100°C/2h e (B) 1100°C/6h.....	74
Figura 31. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr forjada após solubilização a 1100°C/96h.....	74
Figura 32. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr recristalizada WQ: (A) 1000°C/2h; (B) 1000°C/6h; (C) 1000°C/96h; (D) 1100°C/2h; (E)1100°C/6h; (F)1200°C/2h (homogeneizada 24h, solubilizada 2h).....	75
Figura 33. Micrografia óptica da liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr recristalizada: a 1200°C/2h C.....	76
Figura 34. Difratograma de raios X da liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Ta homogenizada 1200°C/24h AC, solubilizada 1200°C/2h WQ e recristalizada a 1200°C/1h AC.....	78
Figura 35. Curvas tensão versos deformação representativas das propriedades mecânicas da liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr submetida a diferentes rotas de processamento termomecânico.....	79

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -Propriedades físicas dos elementos Ti, Nb, Ta e Zr.....	35
Tabela 2 -Relação entre o papel na formação de solução sólida e estabilização de fases de alguns elementos utilizados na confecção de ligas de Ti.....	36
Tabela 3 -Ligas desenvolvidas para aplicação biomédica.....	37
Tabela 4 -Novas ligas desenvolvidas para aplicação biomédica.....	38
Tabela 5 -Condições de tratamentos termomecânicos empregados na liga Ti-41,1Nb-7,1Zr.....	49
Tabela 6 -Condições de tratamentos termomecânicos empregados na liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr.....	50
Tabela 7 -Valores médios de microdureza da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr na condição solubilizada.....	58
Tabela 8 -Valores médios de Microdureza Vickers da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr para cada condição de recristalização.....	63
Tabela 9 - Valores médios das propriedades mecânicas da liga Ti-41,1 Nb-7,1Zr forjada tratada: 900°C/1h e 1000°C/2h seguida de resfriamento em água.....	67
Tabela 10 -Valores médios de microdureza Vickers da liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr submetida a diferentes rotas de processamento termomecânico.....	77
Tabela 11 -Valores médios das propriedades mecânicas da liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr submetida a diferentes rotas de processamento termomecânico.....	80

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
2 OBJETIVOS	21
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
3.1 OS BIOMATERIAIS E CONSIDERAÇÕES GERAIS PARA SUA SELEÇÃO	22
3.2 MATERIAIS METÁLICOS UTILIZADOS COMO BIOMATERIAIS	26
3.3 O TITÂNIO, SUAS LIGAS E SUAS TRANSFORMAÇÕES DE FASES	29
3.4 LIGAS DO SISTEMA Ti-Nb-Zr-(Ta)	38
3.5 O EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS E DO PROCESSAMENTO NA FABRICAÇÃO DE UM BIOMATERIAL	41
3.5.1 Tratamentos térmicos	42
3.5.2 Processos de conformação plástica	44
4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	47
4.1 OBTENÇÃO DAS LIGAS Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr	47
4.2 PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO DAS LIGAS Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr	48
4.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DAS LIGAS Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr	51
4.3.1 Caracterização microestrutural da ligas Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr	51
4.3.2 Caracterização mecânica das ligas Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr	52
4.3.3 Caracterização microestrutural por difração de raios X das ligas Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr	53
4.3.3.1 Preparação dos pós das ligas Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr	53
4.3.3.2 Medidas de raios X	54
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	55
5.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL DA LIGA TI-41,1Nb-7,1Zr	55
5.1.1 Estrutura bruta de fusão da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr	56
5.1.2 Microestruturas da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada	56

5.1.3 Microestrutura da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr recristalizada.....	59
5.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X DA LIGA Ti-41,1Nb-7,1Zr.....	64
5.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA Ti-41,1Nb-7,1Zr.....	65
5.4 ANÁLISE MICROESTRUTURAL DA LIGA Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta.....	68
5.4.1 Estrutura bruta de fusão da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta.....	68
5.4.2 Microestrutura da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta solubilizada.....	69
5.4.3 Microestrutura da liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr forjada.....	74
5.4.4 Microestrutura da liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr recristalizada.....	75
5.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS X DA LIGA Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr.....	77
5.6 PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr.....	79
6 CONCLUSÕES.....	82
REFERÊNCIAS.....	84
ANEXO 1.....	89

1 INTRODUÇÃO

Alguns materiais apresentam características físicas, mecânicas, químicas e biológicas apropriadas à reposição de partes do corpo humano em substituição a ossos e dentes, ou em próteses e implantes que restaurem total ou parcialmente as funções originais do corpo humano (HENCH,1997). Estes são os biomateriais, que são definidos como materiais não vivos utilizados em um dispositivo médico, com o objetivo de interagir com o sistema biológico (WILLIANS,1993).

Há mais de um século muitos pesquisadores vêm dedicando esforços para encontrar materiais com características adequadas à restauração e substituição dos tecidos ósseos no corpo humano. Em uma fase inicial, os materiais utilizados eram de origem biológica e eram classificados como autógenos (onde o doador é o próprio receptor), alógenos (onde o doador e o receptor são da mesma espécie) e xenógenos (onde o doador é de origem animal). Posteriormente, com o desenvolvimento científico e tecnológico, materiais sintéticos com características adequadas que permitissem diminuir e, em alguns casos, eliminar o uso de materiais de origem biológica tornaram-se objetivos de muitos trabalhos (WILLIANS,1993).

A utilização de materiais sintéticos, para a substituição ou aumento dos tecidos biológicos, sempre foi uma grande preocupação nas áreas médica e dental. Os diversos dispositivos encontrados com este objetivo, são confeccionados a partir de metais, cerâmicas, polímeros e, mais recentemente, compósitos. Na realidade, nem sempre são novos materiais no sentido estrito da palavra, são materiais dos quais se utilizam novas propriedades obtidas mediante diferentes composições químicas ou processos de fabricação (WILLIANS,1993).

O titânio e suas ligas são materiais relativamente novos em engenharia, cuja produção industrial teve início na década de 50. Possuem uma extraordinária combinação de propriedades, tais como resistência mecânica, ductilidade e resistência à corrosão. Tais características favorecem a utilização dessas ligas em diversos setores das indústrias química, petrolífera, naval e aeroespacial. Por apresentarem excelente relação resistência/peso estão entre os materiais mais adequados ao emprego estrutural, especialmente em situações em que a redução de peso de um componente é um fator crítico. Outras aplicações compreendem as áreas de equipamentos esportivos e implantes (EYLON *et al.*, 1993; CALLISTER, 2002; HENRIQUES, 2001). O início da década de 70 pode ser considerado o período em que o titânio e suas ligas começaram a ser difundidas para aplicações como material de implante com destaque no mercado internacional (OKAZAKI *et al.*, 1993).

As ligas de titânio podem ser classificadas em α , *near- α* , $\alpha+\beta$, β metaestável e β estável, dependendo das composições e processamentos térmico e mecânico. As composições α/β ricas em β também são comumente designadas como ligas Ti- β (Margolin *et al.*, 1980; Seagle *et al.*, 1999). Os elementos de liga conhecidos como estabilizadores da fase α são Al, O, N e C; os estabilizadores da fase β são classificados como isomorfos e eutetóides. Os isomorfos são Mo, V, Nb, Ta e W e os eutetóides são Fe, Cr, Si, Ni, Co, Cu e Mn (BANIA, 1994).

As ligas Ti- α e *near- α* apresentam superior resistência à corrosão e resistência mecânica relativamente baixa em temperatura ambiente. Por outro lado, as ligas Ti- $\alpha+\beta$ possuem valores de resistência mecânica mais elevados e suas propriedades dependem, além da fração volumétrica de cada uma das fases

α/β , das condições impostas por processamentos termomecânicos (LONG, 1998; WEISS AND SEMIATIN, 1998 e MURTHY AND SUNDARESAN, 1998).

As ligas Ti- β podem ser obtidas com maiores níveis de resistência mecânica, melhor usinabilidade e tenacidade à fratura do que as ligas Ti- $\alpha+\beta$. Estas ligas são projetadas contendo elementos de liga tais como molibdênio, zircônio, nióbio, tântalo e ferro, podendo exibir módulo de elasticidade menor que o da liga Ti-6Al-4V, do tipo $\alpha+\beta$, e, portanto, mais próximo ao do osso visando aplicações na área biomédica (EYLON *et al.*, 1994 e WANG, 1996).

É conhecido, de resultados apresentados na literatura, que nas ligas de titânio existem duas fases estáveis, conhecidas como alfa (α) e beta (β) e três fases fora do equilíbrio, ou metaestáveis, conhecidas como alfa linha (α'), alfa dupla linha (α'') e ômega (ω). A fase ω , de estrutura hexagonal compacta, pode ser formada de duas maneiras: por têmpera a partir do campo de fase β ou durante envelhecimento das ligas de titânio temperadas. A primeira, chamada de matriz, é designada fase ômega atérmica (ω_{ath}), e a segunda, fase ômega isotérmica (ω_{iso}). As fases α' e α'' , de solução super saturada, são formadas por resfriamento acelerado a partir do campo da fase β e são conhecidas como martensitas. A formação martensítica vai depender da composição da liga e da razão de resfriamento. As temperaturas de início e de final de formação martensítica (M_s e M_f) diminuem com o aumento da concentração de soluto. Quando a M_f cai abaixo da temperatura ambiente, a fase β original é transformada parcialmente e quando a M_s cai abaixo da temperatura ambiente, a transformação martensítica é completamente suprimida e a fase β é inteiramente retida (ZHOU *et al.*, 2004 A).

Os valores do módulo de elasticidade têm sido avaliados com relação à presença de fases α' , α'' , ω e β . A presença da fase ω está associada a maiores valores de

módulo de elasticidade. Já a fase α'' apresenta menores valores de módulo de elasticidade quando comparados àqueles apresentados pela fase α' . No entanto, é a fase β que demonstra ter maior influência na obtenção dos menores valores dentre todos os encontrados. Existem resultados que conflitam com essa teoria e apresentam como possíveis causas efeitos intrínsecos no módulo dos diferentes elementos de liga, como por exemplo, Hao *et al.* reportaram que as fases α'' e β têm, aproximadamente, o mesmo módulo de elasticidade na liga Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr (HAO *et al.*, 2003; ZHOU *et al.*, 2004 A).

O Módulo de elasticidade, uma propriedade de natureza intrínseca do material, é determinado pelas forças de ligação entre os átomos. Essas forças de ligação não são relacionadas apenas à estrutura cristalina, mas também, com as distâncias entre os átomos, e podem ser afetadas por adição de elementos de liga, tratamento térmico e deformação plástica, mas não são sensíveis ao tamanho de grão nem à morfologia dos materiais (ZHOU *et al.*, 2004 A).

A seleção e avaliação de um material ou dispositivo para implante envolve um estudo detalhado das propriedades microestruturais, mecânicas e biológicas do mesmo. A avaliação biológica encontra-se descrita na norma ISO 10993-1 (1993), onde os testes são classificados como iniciais, “in vitro”, e complementares, “in vivo”. As propriedades mecânicas devem ser consideradas como uma questão importante na seleção e especificação de componentes, sejam essas propriedades estáticas ou dinâmicas. As propriedades estáticas podem ser obtidas, comumente, através de ensaios de tração, em condições uniaxiais. Destes ensaios, pode-se determinar uma série de parâmetros tais como limite de resistência à tração, limite de escoamento, alongamento percentual (ductilidade), redução em área e módulo de elasticidade (BRESCIANI E GOMES, 1992).

De forma complementar, uma análise das causas de falhas, feita através de interpretação e caracterização da superfície da fratura, apresenta-se como um mapa topográfico que freqüentemente revela a história dos eventos que precederam a falha. A fractografia permite alguma revelação sobre as condições de tensões, efeito da temperatura, direção de propagação da trinca, a fim de se poder inferir sobre a causa da fratura (SILVA, 1970). Entretanto, este aspecto não foi abordado neste trabalho.

2 OBJETIVOS

1 - Pretende-se avaliar se a nova liga Ti-41,1Nb-7,1Zr reunirá características próximas às apresentadas pela liga Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr para ser proposta como sua substituta na área biomédica. Considerando que os elementos Ta e Nb possuem o mesmo raio atômico, o tântalo pode ser substituído pelo nióbio na liga Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr (% em peso), de modo que a nova liga Ti-41,1Nb-7,1Zr (% em peso) torna-se mais promissora, já que o nióbio possui menor densidade, menor temperatura de fusão e custo mais baixo, da ordem de 9 vezes menor que do tântalo.

2 - O principal objetivo deste trabalho é a caracterização microestrutural e mecânica das ligas Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta como parte integrante do desenvolvimento de novas ligas de Ti para aplicação como biomaterial.

3 - Investigar uma rota de processamento para essas ligas tendo como orientação a estabelecida para a liga Ti-13Nb-13Zr, sabendo-se que a seleção de uma liga de Ti para aplicação em um setor específico considera suas características mecânicas e tendo em vista que elas são dependentes das condições de processamento térmico e mecânico.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 OS BIOMATERIAIS E CONSIDERAÇÕES GERAIS PARA SUA SELEÇÃO

De acordo com a definição de Park, denomina-se biomaterial tudo que, de modo contínuo ou intermitente, entra em contato com fluído corpóreo, mesmo que esteja localizado fora do corpo (BOSCHI, 2006).

É notório que uma das áreas de maior relevância no estudo de “novos materiais” refere-se aos biomateriais. Essa importância torna-se ainda mais evidente quando se considera que a expectativa de vida da população, em termos globais e também no Brasil, tem sido continuamente elevada nas últimas décadas e de forma relativamente rápida. Tal fato intensifica a necessidade, seja motivada por acidentes ou moléstias, de substituir tecidos no corpo humano por biomateriais. Estatísticas demonstram que 90% da população com idade acima de 40 anos sofre de problemas relacionados às articulações (WILLIANS, 1994).

A substituição e recuperação de partes do corpo humano por materiais, sejam eles poliméricos, metálicos, cerâmicos ou compósitos, englobam alguns aspectos como (WILLIANS, 1994):

- ✓ Reação do tecido ao implante;
- ✓ Corrosão do implante;
- ✓ Capacidade funcional e de projeto;
- ✓ Propriedades mecânicas e
- ✓ Implicações cirúrgicas.

Todos esses aspectos considerados na seleção de qualquer material para ser utilizado no corpo humano podem ser resumidos, segundo BOSCHI (2006), na necessidade que ele seja compatível com o meio no qual será implantado e que permita a recuperação da função perdida. É do cumprimento de cada um desses requisitos que se tem o conceito de biocompatibilidade e biofuncionalidade.

Biocompatibilidade é a capacidade de um material ter um desempenho satisfatório em uma aplicação específica quando estiver inserido em um meio biológico (WILLIAMS, 1981). A biocompatibilidade refere-se à situação criada quando o material é implantado num organismo vivo, no qual não deve exercer nenhuma influência negativa e nem ser influenciado pelo meio que o cerca. É grande o número de variáveis que afetam a compatibilidade entre um determinado material e o meio biológico no qual está inserido, dificultando a sua definição e mensuração (BOSCHI, 2006). Existem diferentes níveis de biocompatibilidade, enfatizando o fato de que nenhum material é completamente aceito pelo ambiente biológico. Os materiais podem ser classificados, quanto a resposta biológica, em:

- ✓ Biotolerantes, ou seja, não necessariamente serão rejeitados quando implantados em tecidos vivos, mas serão envolvidos por uma camada fibrosa no formato de uma cápsula;
- ✓ Bioinertes, ou seja, permitem aposição próxima do osso em suas superfícies, levando ao contato osteogênico;
- ✓ Bioativos, ou seja, permitem a formação de um novo osso em sua superfície, como os bioinertes, e, além disso, a troca iônica estabelecida com o tecido hospedeiro leva a formação de uma ligação química juntamente com a interface (ligação osteogênica).

Materiais bioinertes e bioativos são também chamados de osteocondutivos, ou seja, permitem o crescimento ósseo em suas superfícies (SYKARAS *et al.*, 2000).

Ainda, quando se fala em biocompatibilidade, deve-se comentar um aspecto importante na interação entre o implante e os tecidos (ósseos ou não) que irão abrigá-lo. Normalmente, forma-se uma camada de tecido fibroso envolvendo o implante. A espessura dessa cápsula depende da taxa de liberação de íons (provenientes do implante utilizado) e da atividade fisiológica dos mesmos, ou seja, da sua difusividade no tecido, da sua capacidade de ligação a proteínas e da sua citotoxicidade. Utilizam-se metais que permitam a formação de um filme passivo de óxido em suas superfícies para se evitar a corrosão no meio fisiológico. Quando a ionização é pequena, a cápsula de tecido fibroso tende a ter pequena espessura. Quanto maior a corrosão, maior a espessura da camada de tecido fibroso, o que é interpretado como sendo função da maior capacidade de ionização do metal e de maior citotoxicidade. Essa reação do tecido vivo ao processo corrosivo produz uma inflamação estéril, também chamada inflamação eletrolítica, que pode causar reabsorção óssea, osteorrielite química e descoloração dos tecidos adjacentes. (MARIOLANI *et al.*, 1994).

Por muito tempo acreditou-se ser inevitável a formação da cápsula de tecido fibroso ao redor de um implante metálico, mesmo quando introduzido no tecido ósseo. Entretanto, sempre havia o esforço pela busca de materiais que propiciassem a formação de cápsulas cada vez mais finas. Porém, BRANEMARK e colaboradores observaram pela primeira vez, em 1969, contato direto, sem interposição de tecido fibroso, entre tecido ósseo e titânio comercialmente puro, fenômeno que mais tarde veio a ser chamado de osteointegração. Mais recentemente, foram obtidos

resultados semelhantes com zircônio, tântalo, as ligas de Ti, Al, V, Co, Cr e aço inoxidável. (MARIOLANI *et al.*, 1994)

Biofuncionalidade é um conjunto de propriedades que deve apresentar um dispositivo para que esse possa desenvolver a função desejada. Está relacionada com as propriedades mecânicas, físicas, químicas e biológicas que permitem ao implante o desempenho de sua função (BOSCHI, 2006; BLACK, 1992).

Uma propriedade importante que deve ser ressaltada na seleção de biomateriais, no que diz respeito a interação mecânica, é o módulo de elasticidade desses materiais. Esta é uma propriedade de natureza intrínseca do material e está relacionada às forças e à densidade de ligações entre os átomos, ou seja, a magnitude deste módulo representa uma medida da resistência à separação de átomos adjacentes. Essas forças de ligação não são relacionadas apenas à estrutura cristalina, mas também com as distâncias entre os átomos, e podem ser afetadas por adição de elementos de liga, tratamento térmico e deformação plástica, mas não são sensíveis ao tamanho de grão nem à morfologia dos materiais (ZHOU *et al.*, 2004). Em sistemas metálicos binários, Ti-MT (metal de transição), o módulo de elasticidade pode ser estimado em função da razão elétron/átomo (e/a) relacionada ao limite de estabilidade da fase ccc (β) (HAO *et al.*, 2007).

Em termos biológicos, quanto menor o módulo de elasticidade de um biomaterial, melhor será seu desempenho junto ao osso no que diz respeito a esforços mecânicos sofridos pelo sistema. Este é um fator determinante na estabilização do osso visto que o problema de incompatibilidade mecânica entre ambos é minimizado (módulo de elasticidade do osso varia entre 17 e 35 Gpa). Uma grande diferença entre os módulos de elasticidade dos tecidos vivos e dos implantes faz com que ocorra uma resposta a tensão diferente. Assim, as duas estruturas

tenderão a se deformar de maneira diferente e, conforme a direção das tensões aplicadas, poderá ocorrer movimento relativo entre elas. A influência dos fatores mecânicos na interface se faz sentir de duas maneiras inter-relacionadas: a ação direta das tensões sobre os tecidos e a ação dos movimentos provocados por estas tensões (MARIOLANI *et al*, 1994).

Portanto, a seleção de um material para aplicação biomédica inicia-se com a identificação e avaliação das propriedades requeridas para a aplicação em questão. A avaliação dessas propriedades engloba o estudo mais amplo de diversas características do material, dentre as quais se destacam as propriedades mecânicas e as características microestruturais que são sensíveis a variações da composição e processos térmicos e mecânicos compreendidos na fabricação do material. Também pesam nessa seleção, fatores como a tecnologia envolvida na produção da matéria prima e do componente, a disponibilidade e o custo dos insumos, entre outros, que influem no preço final da peça.

Entretanto, na área biomédica, a exemplo do que ocorre em áreas que exigem elevada segurança, como a aeronáutica e a aeroespacial, o custo individual não é, ou não deveria ser o fator primordial na escolha do biomaterial a ser utilizado como implante.

3.2 MATERIAIS METÁLICOS UTILIZADOS COMO BIOMATERIAIS

Os diversos materiais atualmente estudados são confeccionados a partir de metais, cerâmicas, polímeros e, mais recentemente, compósitos. Os materiais

metálicos são usados como implantes desde o século XVI. Em busca de materiais que não fossem nocivos e que não sofressem rejeição pelo corpo humano, chegou-se em 1947, a um consenso quanto à utilização de aços austeníticos a base de Ni-Cr (BOSCHI, 2006). Durante as duas grandes guerras, as pesquisas nesse sentido se intensificaram, sendo que os materiais mais utilizados atualmente compreendem o aço inox AISI 316L, ligas Co-Cr e as ligas de Ti, principalmente a liga Ti-6Al-4V ELI. Entretanto, segundo KAWAHARA (1987), há uma relação teórica entre a citotoxicidade de um elemento e sua tendência de liberar íons conforme a sua posição na tabela periódica. Dessa forma, os elementos do grupo II da tabela periódica (berílio, magnésio, cálcio, cádmio, estrôncio, bário, zinco e mercúrio) poderiam apresentar alta citotoxicidade, o que não ocorreria normalmente com os elementos dos grupos III (alumínio, índio e gálio), IV (silício, titânio, zircônio e estanho) e VI (cromo, molibdênio e tungstênio). Nos outros grupos, a citotoxicidade seria determinada pelo peso atômico. Assim, no grupo I, o cobre seria citotóxico, enquanto que o ouro, com peso atômico maior, não. O mesmo ocorreria nos grupos V e VIII, nos quais o vanádio, arsênio e antimônio (V), ferro, cobalto e níquel (VIII) seriam citotóxicos, enquanto que o tântalo (V), paládio e platina (VIII), com pesos atômicos maiores não (MARIOLANI *et al.*, 1994).

No Brasil, o uso de ligas de titânio na confecção de implantes ortopédicos é restrito, em função de seu alto custo, tendendo a melhorar do ponto de vista técnico e econômico. Nas camadas menos favorecidas, quando necessário, utiliza-se o aço inoxidável austenítico, que tem custo bem menor e desempenho claramente inferior. Não é rara a necessidade de cirurgias para substituir próteses em aço que foram degradadas pelo uso, causando grande sofrimento e transtorno ao paciente (WILLIAMS, 1994). Segundo dados da ANVISA, existem 12 fabricantes

nacionais registrados atendendo à área de artroplastia, um no Paraná e os demais em São Paulo. Os produtos fabricados são em sua maioria de aço inoxidável, principalmente os aços 316L, sendo a "Villares Metals" o maior fornecedor dessa matéria prima. As matérias primas mais indicadas para a fabricação próteses permanentes - ligas de titânio e ligas cobalto-cromo-molibdênio - apresentam a desvantagem de serem importadas e caras. Este fato gera uma disparidade no preço das próteses, com as importadas a um custo de cerca de US\$ 4,5 mil, enquanto as de aço inoxidável saem por US\$ 600,10. A consulta à base de patentes do INPI indica que existiram, especialmente na década de 90, iniciativas brasileiras na área de design, projeto ou material, mas a maioria dos processos, após tramitação de 5-10 anos, acabaram sendo arquivados (SOARES, 2005).

Em 2004, os gastos do SUS com ortopedia totalizaram cerca de 60 milhões de reais, com 6.337 itens (exceto insumos) fornecidos por 39 empresas e preços de lista variando entre R\$ 3,17 e R\$ 48.000,007. Somente o procedimento de artroplastia total de quadril gerou - no âmbito do SUS - quase 10 mil internações e um gasto total de quase R\$ 30 milhões para a compra de próteses. Somado a isso, houve - somente em 2004 - cerca de 1500 cirurgias de revisão, responsáveis por um gasto adicional de quase R\$ 7 milhões em próteses. Estes números não refletem a demanda real por estes serviços, uma vez que com o aumento continuado da longevidade do brasileiro, haverá necessidade de se ampliar a oferta desta tecnologia (SOARES, 2005).

3.3 O TITÂNIO, SUAS LIGAS E SUAS TRANSFORMAÇÕES DE FASES

O titânio e suas ligas têm se destacado para a produção de implantes, devido à sua superior biocompatibilidade e resistência à corrosão quando comparadas com outros materiais metálicos convencionais (LONG, 1998 e WANG, 1996). Essa superior biocompatibilidade está relacionada com a excelente interação com o fluido biológico através de sua camada de óxido estável (TiO_2). Este fato é devido à alta passividade dessa camada, sua espessura controlada, formação rápida, habilidade em se reparar instantaneamente se danificada, resistência ao ataque químico, atividade catalítica para um número de reações químicas e módulo elástico da camada de óxido compatível com o do osso (SYKARAS *et al.*, 2000).

As ligas de titânio, por também apresentarem excelente relação resistência/massa específica, estão entre os materiais mais adequados ao emprego estrutural, especialmente em situações em que a redução de peso de um componente é um fator crítico. O titânio puro possui peso específico de $4,51 \text{ g/cm}^3$ que é aproximadamente metade daqueles dos demais metais de implante. Além disso, suas notáveis características de biocompatibilidade e excelente resistência à corrosão favorecem seu emprego em diversos setores da indústria química e em implantes cirúrgicos (SEAGLE *et al.*, 1999).

Na temperatura ambiente, o Ti puro apresenta-se na fase α com estrutura cristalina hexagonal compacta (hc), a qual se transforma alotropicamente na fase β , cúbica de corpo centrado (ccc), a 883°C , conforme ilustra a Figura 1.

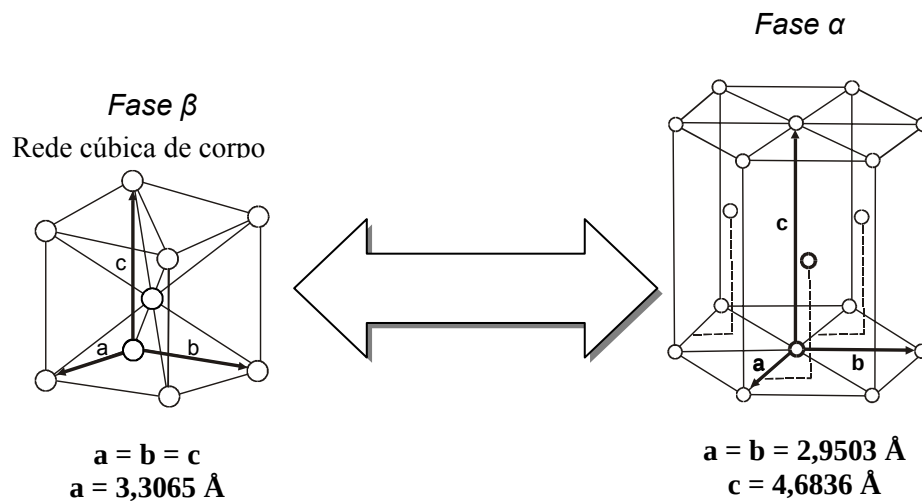


Figura 1. Transformação de fase do titânio.

A adição de elementos de liga ao titânio visa basicamente à manutenção da fase α ou β . A manipulação microestrutural das ligas de titânio por meio de tratamentos térmicos baseia-se na nucleação e crescimento da fase α a partir da fase β ao se resfriar o material (MURAKAMI, 1980).

As ligas de titânio podem ser divididas em categorias baseadas nas fases presentes em suas microestruturas. Os tipos de liga são: α , $\alpha+\beta$ e β . Além disso, existem as ligas classificadas como próximo de α (*near- α*), transição entre as ligas α e $\alpha+\beta$ e as ligas classificadas como próximo de β (*near- β*), transição entre as ligas $\alpha+\beta$ e β . Estas categorias estão definidas em função da quantidade de estabilizador presente na composição da liga. Os estabilizadores α são Al, O, N e C e os estabilizadores β classificam-se como isomorfos (Mo, V, Nb, Ta e W) e eutetóides (Fe, Cr, Si, Ni, Co, Cu e Mn) (BANIA, 1994).

Resultados apresentados na literatura por ZHOU (2004) e LI (2007) e seus colaboradores, descrevem que nas ligas de titânio, tanto a fase α quanto a fase β

são estáveis, e que existem três fases fora do equilíbrio, ou metaestáveis, conhecidas com α' , α'' e ω .

A fase ω , de estrutura hexagonal compacta (hc), é frágil, o que garante um aumento na resistência da liga e alto módulo de elasticidade. Pode ser formada de duas maneiras: por têmpera a partir do campo de fase β ou durante envelhecimento das ligas de titânio temperadas. A primeira é designada fase ω atômica (ω_{at}) e a segunda, fase ω isotérmica (ω_{iso}) (ZHOU *et al.*, 2004). Geralmente a fase ω é formada pelo colapso de um par de planos (111) devido a instabilidade elástica do cristal ccc, mantendo-se os planos adjacentes estáveis. Em ligas de Ti- β metaestáveis devido à lenta transformação $\beta \rightarrow \alpha$ a precipitação dessa fase é favorecida. A sua formação pode ser adiada pela adição de elementos de liga (Zr, Al e Sn) ou intersticiais (O) (LI *et al.*, 2007). Entretanto, devido a sua rápida formação, o controle da quantidade dessa fase no sistema de trabalho fica dificultado (MURAKAMI, 1980).

As fases α' (hc) e α'' (ortorrômbica), de solução supersaturada, são formadas por resfriamento acelerado a partir do campo da fase β e são conhecidas como martensitas. A formação martensítica vai depender da composição da liga e da razão de resfriamento. As temperaturas de início e de final de formação martensítica (M_s e M_f respectivamente) diminuem com o aumento da concentração de soluto. Quando a M_f cai abaixo da temperatura ambiente, a transformação martensítica é completamente suprimida e a fase β é inteiramente retida (ZHOU *et al.*, 2004), conforme se observa na Figura 2. Deve-se mencionar que a martensita, quando formada, desintegra-se em envelhecimento subsequente, formando finos precipitados β , que aumentam sensivelmente a resistência da liga. Entretanto, essa martensita forma-se com mais dificuldade em ligas espessas de Titânio, por causa

da baixa condutividade térmica do Titânio. Também é dificultada a formação da martensita em ligas de Titânio pobres em estabilizadores da fase β por causa da cinética da transformação e nucleação por Widmānstätten e seus mecanismos de crescimento mais rápidos (BORRADAILE, 1980).

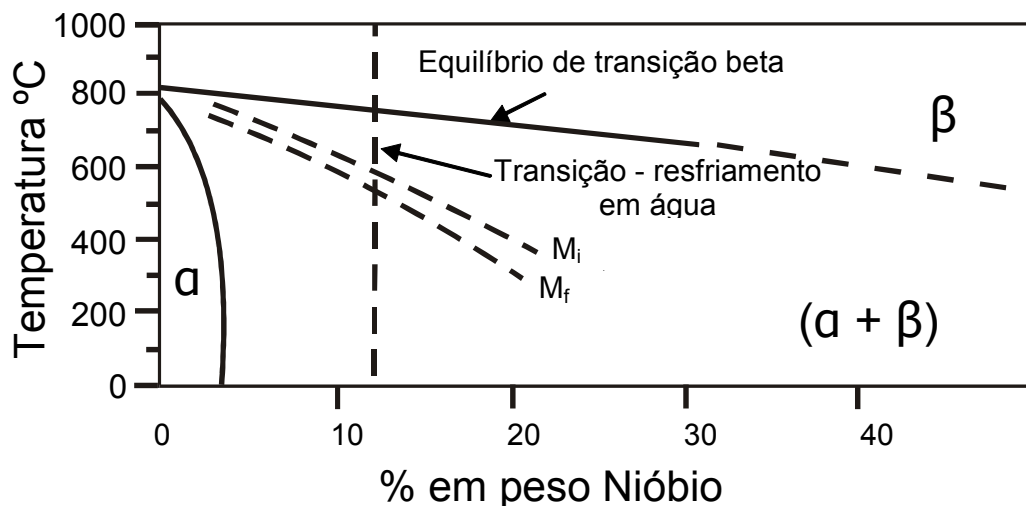


Figura 2. Diagrama de fase estimado do Nb-Ti para 13% em peso de Zr a partir do diagrama de fases ternário Ti-Nb-Zr (adaptado de DAVIDISON *et al.*, 1994).

Como mencionado anteriormente, as ligas do tipo β podem ser classificadas como metaestáveis ou estáveis, de acordo com a quantidade do estabilizador. Quando estas se encontram entre nível mínimo de quantidade β (β_c) e o ponto estável (β_s) as ligas são consideradas metaestáveis, pois uma outra fase pode ser precipitada após tratamento térmico de envelhecimento. Enquanto que, as ligas são tidas como estáveis quando a quantidade do estabilizador é maior que β_s , ou seja, não há precipitação de nenhuma outra fase após tratamento de envelhecimento ou de longo tempo de utilização das ligas (transformação martensítica induzida por tensão). A Figura 3 apresenta um diagrama de fases esquemático de um pseudo-binário do titânio e um estabilizador da fase β (MURAKAMI, 1980).

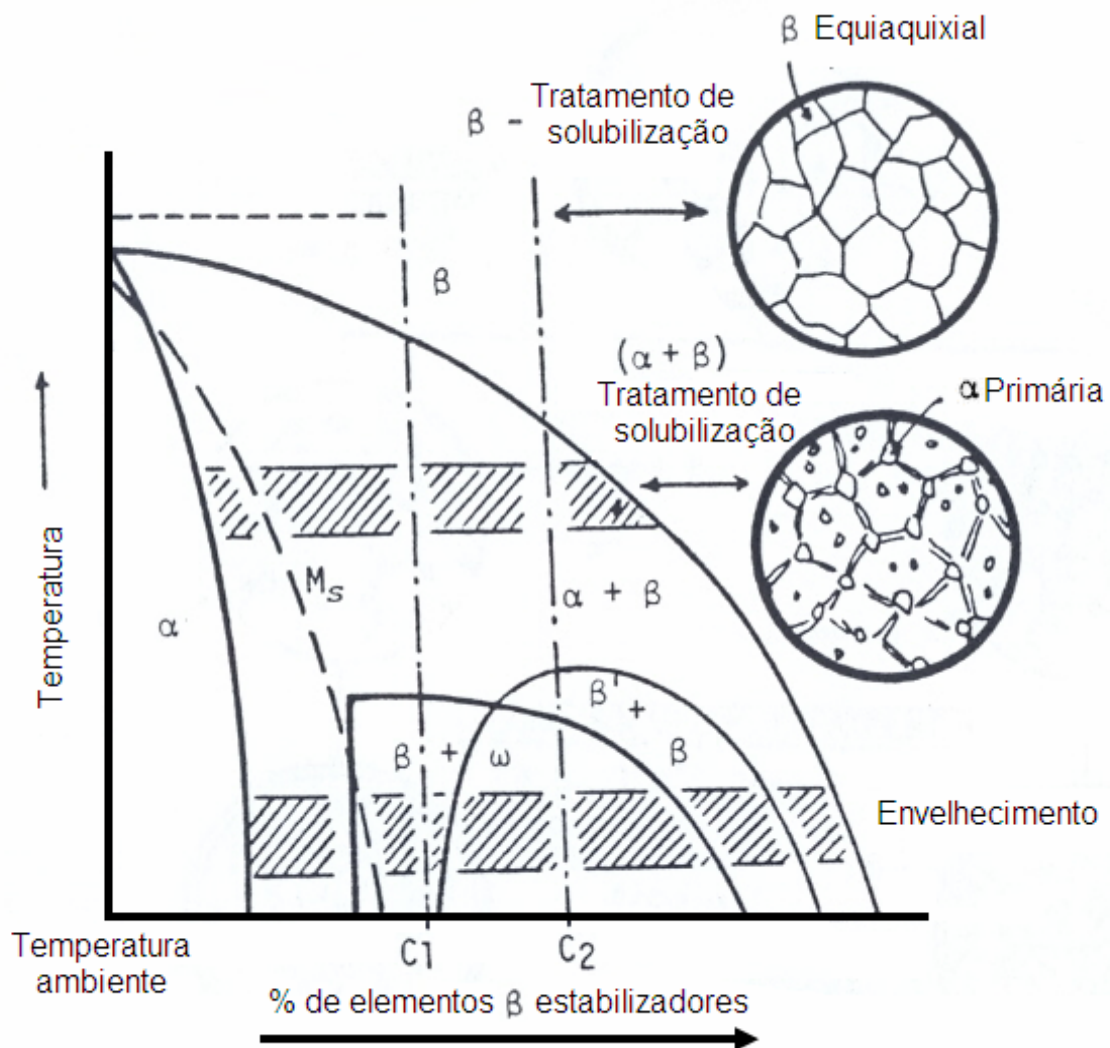


Figura 3. Diagrama de fase esquemático de um pseudo-binário do titânio e um estabilizador da fase β (adaptada de MURAKAMI, 1980).

O titânio puro, apesar de sua excelente resistência à corrosão, não apresenta propriedades mecânicas consideradas ideais para implantes sujeitos a elevados esforços mecânicos (WEISS, 1998).

As ligas de titânio tipo $\alpha+\beta$, apresentam à temperatura ambiente microestruturas com as fases hexagonal compacta e cúbica de corpo centrado e uma das ligas mais conhecidas dessa classe é a Ti-6Al-4V (% em peso), que exibe ótima trabalhabilidade à quente, ótimas propriedades mecânicas em baixa

temperatura e grande disponibilidade e por isso, é largamente utilizada na confecção de próteses ortopédicas. Entretanto, dispositivos para implantes constituídos por essa liga formam em suas superfícies óxido de vanádio. Como este óxido é termodinamicamente instável, há discussões sobre sua toxicidade quando presente no organismo, que, segundo algumas pesquisas, pode irritar o sistema respiratório. Por outro lado, o alumínio também é citado por provocar perturbações biológicas, causando inflamações locais (ZAFFE, 2004; LONG, 1998).

Associado ao desenvolvimento de ligas de titânio com alto grau de biocompatibilidade está a necessidade da obtenção de um material com módulo de elasticidade inferior aos valores das ligas de titânio do tipo $\alpha+\beta$, como por exemplo a Ti-6Al-4V que apresenta um valor da ordem de 110 GPa (ANKEN, 1999). Dentro deste contexto, ligas de titânio do tipo β estão se tornando uma importante classe de materiais por possuírem alta resistência mecânica, baixa densidade e, como já foi mencionado anteriormente, excelente resistência à corrosão devido à formação de camadas passivadoras altamente protetoras. São tratáveis termicamente, endurecíveis, podendo ser trabalhadas a quente e a frio. Finalmente, por serem constituídas por elementos definidos como bioinertes, como o Zr, Ta e o Nb, as ligas tipo β são biocompatíveis (WILLIAMS, 1994).

Os elementos Zr, Ta e o Nb foram selecionados para projetos de novas ligas de titânio do tipo β com base nos resultados de citotoxicidade e na relação entre biocompatibilidade e resistência de polarização de metais puros e materiais de implante cirúrgico apresentados por KAWAHARA (1963) e STEINEMANN (1980). A Tabela 1 mostra as propriedades físicas destes elementos.

Tabela 1 – Propriedades físicas dos elementos Ti, Nb, Ta e Zr.

Elemento	Temperatura de fusão (°C)	Massa específica (g/cm ³)	Raio atômico (p.m.)	Massa atômica (g/mol)
Titânio	1660	4.5	144,8	47,9
Nióbio	2468	8.6	142,9	92,9
Tântalo	2996	16.7	143	180,9
Zircônio	1852	6.5	155	91,2

Relata-se, ainda, que a presença do Nb em ligas de Ti reduz o módulo de elasticidade das mesmas. A adição de Zr, que tem propriedades isomórficas tanto da fase α quanto da fase β , leva ao endurecimento por solução sólida, com conseqüente aumento da resistência da liga e que resulta em alta compatibilidade sanguínea quando usada em implantes cardiovasculares e conduz a uma melhor resistência à corrosão devido à formação de óxido estável (ZrO_2). Enquanto que a presença do Ta garante maior resistência mecânica e reduz o módulo de elasticidade (GEETHA *et al.*, 2004 A, EISENBARTH *et al.*, 2004). O Nb e o Ta são estabilizadores da fase β nas ligas de Ti, atuando na formação de uma solução sólida homogênea, como elementos substitucionais, enquanto o Zr age como elemento neutro na formação de solução sólida das fases α e β (BANIA, 1994; OKAZAKI *et al.*, 1993). Tabela 2 a seguir apresenta os elementos relacionados ao papel na formação de solução sólida e estabilização de fases no Titânio:

Tabela 2 – Relação entre o papel na formação de solução sólida e estabilização de fases de alguns elementos utilizados na confecção de ligas de Ti.

Age como	Estabilizador α	Estabilizador β	Neutro
Substitucional	Alumínio Galio Germânio	Cromo Ferro Nióbio Silício Níquel Manganês Paládio Molibdênio Tântalo Vanádio	Estanho Zircônio
Intersticial	Oxigênio Carbono	Hidrogênio	

Considerando que o sistema Ti-Nb-Zr-(Ta) é a melhor opção para fabricação de implantes, é essencial obter-se a quantidade ótima dos elementos constituintes da liga visando garantir excelentes propriedades mecânicas (GEETHA *et al.*, 2004 A). No entanto, a literatura sugere que o estudo de sistemas complexos (Ti-Nb-Zr-Ta e Ti-Mo-Zr-Fe) torna-se inviável, pois requer muito tempo de investigação além de ser dispendioso em custo (NAG *et al.*, 2007).

NIINOMI (1998) apresentou a relação de ligas de Ti utilizadas para aplicação como material de implante cirúrgico e suas propriedades mecânicas, conforme mostra a Tabela 3.

Tabela 3 – Ligas desenvolvidas para aplicação biomédica (NIINOMI, 1998).

Denominação	Tipo	Limite de resistência (MPa)	Limite de Escoamento (MPa)	Alongamento (%)	Módulo de Elasticidade (Gpa)
Ti puro grau 1	α	240	170	24	102,7
Ti puro grau 2	α	345	275	20	102,7
Ti puro grau 3	α	450	380	18	103,4
Ti puro grau 4	α	550	485	15	104,1
Ti-6Al-4V ELI	$\alpha+\beta$	860-965	795-875	15	101-110
Ti-6Al-4V	$\alpha+\beta$	895-930	825-869	6	110-114
Ti-6Al-7Nb ^a	$\alpha+\beta$	900-1050	880-950	8,1-15	114
Ti-5Al-2,5Fe ^a	$\alpha+\beta$ rica em β	102	895	15	112
Ti-5Al-3Mo-4Zr ^a	$\alpha+\beta$	925-1080	820-930	15-17	110
Ti-15Sn-4Nb-2Ta-0,2Pd ^a	$\alpha+\beta$	860-1109	790	21	89-103
Ti-13Nb-13Zr ^a	$\alpha+\beta$	715-919	1020	28-18	94-99
Ti-12Mo-6Zr-2Fe ^a	Próximo β	973-1037	693-806	16	79-84
Ti-12Mo-6Zr-2Fe ^a	β	1060-1100	836-908	18-22	74-85
Ti-15Mo ^a	β	874	1000-1060	21	78
Ti-16Nb-10Hf ^a	β	851	544-736	10	81
Ti-15Mo-5Zr-3Al	β	852-1100	838-1060	25-22	80
Ti-15Mo-2,8Nb-0,2Si ^a	β	979-999	945-987	16-18	83
Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr ^a	β	596,5	547,1	19	55
Ti-29Nb-4,6Zr ^a	β	911	864	13,2	80

Onde ^a refere-se às ligas desenvolvidas para aplicação biomédica.

Mais recentemente, as ligas de titânio reportadas como potenciais para aplicação biomédica são as dos sistemas Ti-Zr, Ti-Mo, Ti-Ta, Ti-Ta-Zr, Ti-Nb-Hf, Ti-Nb-Zr, Ti-Nb-Sn, Ti-Nb-Ta-Zr, Ti-Fe-Ta, Ti-Mo-Zr-Sn, Ti-Sn-Nb-Ta, Ti-Mo-Zr-Fe, Ti-Mo-Nb-Si, Ti-Mo-Ga, Ti-Mo-Ge e Ti-Mo-Al. Muitas dessas ligas contêm uma grande quantidade dos elementos Nb, Ta, Zr, Mo e Sn (NIINOMI, 2003), com destaque para as descritas na Tabela 4 a seguir:

Tabela 4 – Novas ligas desenvolvidas para aplicação biomédica
(Retiradas de OKASAKI, 2001; MELLO *et al.*, 2003; ABDEL-HADY *et al.*, 2007; HAO *et al.*, 2007;)

Denominação (% peso)	Tipo	Módulo de Elasticidade (Gpa)
Ti-36,6Zr-11,1Nb-16,8Ta-2,7V-2,5Mo	β	85
Ti-32,1Zr-19,7Nb-7,7Ta-4Mo	β	78
Ti-17,8Zr-32,9Ta-10Mo	β	80
Ti-46Ta-5,8Zr-4,7Nb	β	95
Ti-24Nb-4Zr-7,9Sn	β	42
Ti-35Nb-2,5Ta	β	72
Ti-35Nb-5Ta	β	71
Ti-35Nb-7,5Ta	β	53
Ti-25Nb-5Ta-7Zr	β	85
Ti-15Zr-4Nb-4Ta	β	97

3.4. LIGAS DO SISTEMA Ti-Nb-Zr-(Ta)

Informações da literatura sobre os sistemas Ti-Nb, Ti-Ta, Ti-Nb-Zr e Ti-Nb-Zr-Ta demonstram que as transformações de fases são sensíveis à taxa de resfriamento e a composição química (TANG *et al.*, 2000).

Para ligas do sistema binário Ti-Nb encontra-se que o resfriamento em água a partir do campo da fase β pode resultar na formação de duas estruturas martensíticas dependendo da quantidade de Nb. Em ligas com teor de Nb menor que 13% em peso, encontram-se a martensita hexagonal compacta α' (hc) e para quantidades maiores é encontrada a martensita ortorrômbica α'' (ZHANG *et al.*, 2001; HAO *et al.*, 2007). Além do que, para teores de Nb entre 24 e 50% em peso

têm sido observadas as seguintes fases: $\beta + \omega_{\text{iso}}$ (isotérmica) ou $\beta + \omega_{\text{at}}$ (atérmica) (SASS, 1969; MOFFAT, LARBALESTIER, 1988; ANKEN *et al.*, 1999; TANG *et al.*, 2000; OHMORI *et al.*, 2001 e MATLAKHOVA *et al.*, 2005).

Para ligas do sistema Ti-Ta, solubilizadas acima da temperatura de transição β e resfriadas em água, foi verificado que com aumento de Ta a microestrutura muda de uma martensita α' (em forma de ripa) para a martensita α'' (acicular - em forma de agulha), para uma condição em que β está totalmente solubilizada (NAG *et al.*, 2007). NAG (2007), em investigações recentes do sistema Ti-20Nb-XTa (X entre 0 e 10% em peso), mostrou que o aumento de Ta tem efeito principal em termos da morfologia da fase α , da variação da composição (segregação) dentro dos precipitados na fase α e da fração volumétrica de β . O efeito dessas observações foi uma variação na microdureza dessas ligas, onde ocorre uma queda inicial e posterior aumento. No entanto, os valores do módulo de elasticidade apresentaram uma redução constante. A razão para isso é a lenta difusividade do Ta no Ti, sendo que os melhores resultados foram obtidos para quantidade de 5% em peso de Ta na liga (NAG *et al.*, 2007).

A estrutura ccc (β) do Ti, em alta temperatura, pode ser estabilizada a temperatura ambiente pela adição de metais de transição (MT) como elementos de liga resultando em menores módulos de elasticidade. O parâmetro eletrônico e/a (razão elétron por átomo) que representa a relação entre as fases e o valor do módulo de elasticidade é usado em projetos de desenvolvimento de novas ligas Ti-MT, e os resultados encontrados apontam aproximadamente 4,15 como valor crítico (HAO *et al.*, 2007). A Figura 4 ilustra esquematicamente a variação do módulo de elasticidade com a razão e/a para as ligas Ti-MT.

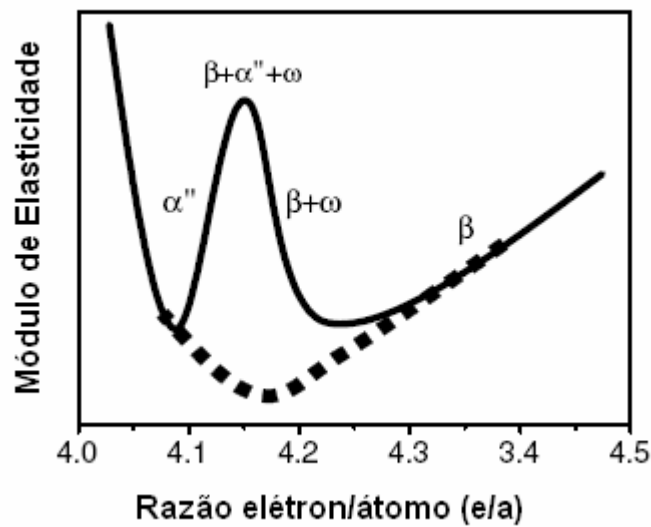


Figura 4. Representação da variação do módulo de elasticidade com a razão e/a para sistemas binários Ti-MT (adaptado de HAO *et al.*, 2007).

Os valores do módulo de elasticidade têm sido avaliados com relação à presença de fases α' , α'' , ω e β . A presença da fase ω está associada a maiores valores de módulo de elasticidade. Já a fase α'' apresenta menores valores de módulo quando comparados àqueles apresentados pela fase α' . No entanto, é a fase β que demonstra ter maior influência na obtenção dos menores valores dentre todos os encontrados (HAO *et al.*, 2003 e ZHOU *et al.*, 2004 A). O fato é que o módulo de elasticidade de uma liga multifásica é determinado pelo módulo de cada fase individualmente e por suas frações volumétricas (ZHOU *et al.*, 2004 B).

A Figura 5 ilustra uma representação esquemática do diagrama de transformação de resfriamento contínuo para ligas quaternárias contendo aproximadamente 7% em peso de Zr (TANG *et al.*, 2000).

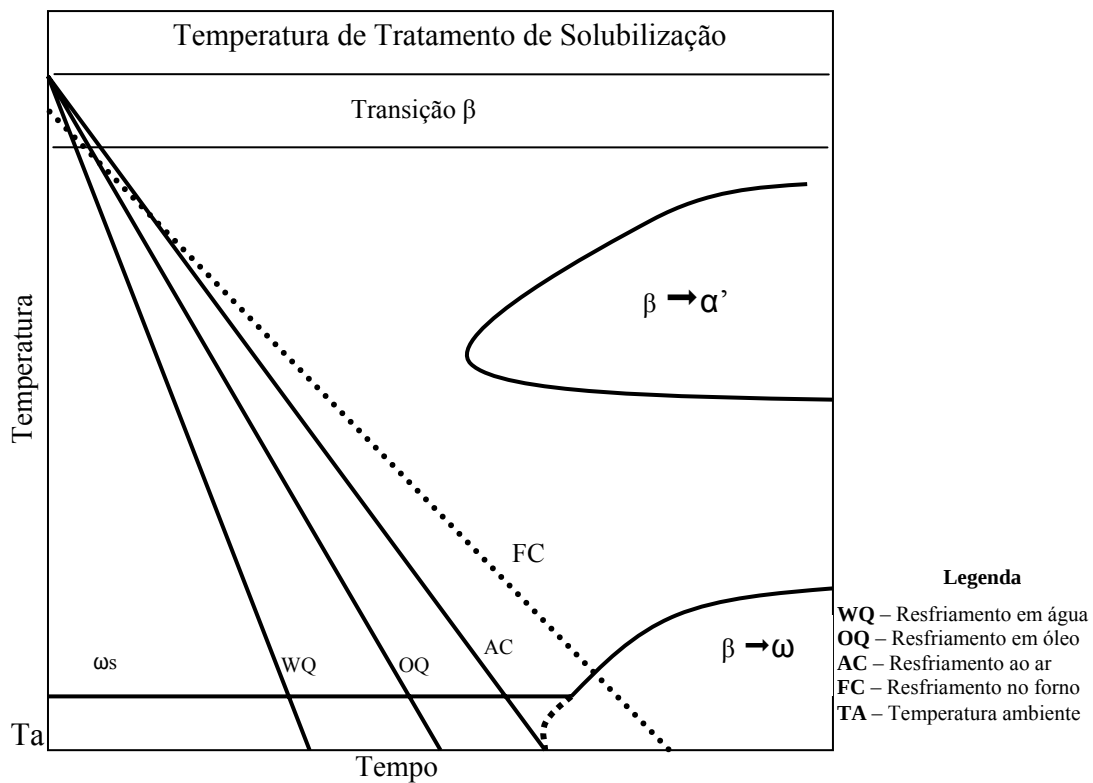


Figura 5. Representação do diagrama de transformação de fases para ligas do sistema Ti-Nb-Zr-(Ta) (TANG *et al.*, 2000).

3.5 O EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS E DO PROCESSAMENTO NA FABRICAÇÃO DE UM BIOMATERIAL

Os biomateriais, quando implantados, estão sujeitos a cargas e, por esse motivo, é necessário conhecer as características do material, a fim de projetá-lo de tal forma que qualquer deformação resultante não seja excessiva e não conduza a um processo de fratura.

As propriedades mecânicas e microestruturais de ligas de titânio são fortemente dependentes do histórico do processamento e tratamento térmico.

3.5.1 Tratamentos térmicos

O método mais comum de se alterar microestruturas é através dos vários tratamentos térmicos, cada qual destinado a produzir uma estrutura específica e, como consequência, as características mecânicas também são alteradas. Os tratamentos térmicos mais comuns são: recristalização, normalização, têmpera, revenimento, solubilização e envelhecimento (VAN VLACK, 1985 e CALLISTER, 2002).

Para o titânio e suas ligas os tratamentos térmicos são utilizados para reduzir tensões residuais oriundas de processo de fabricação (alívio de tensões residuais), para produzir uma combinação de excelente ductilidade, usinabilidade e estabilidade dimensional e estrutural (recristalização), para aumentar a resistência (tratamento de solubilização e envelhecimento) e para melhorar propriedades especiais tais como resistência à fratura, a fadiga e a fluência (GILBERT *et al.*, 1995).

A resposta do titânio e ligas ao tratamento térmico depende da composição do metal e dos efeitos dos elementos de liga da transformação α para β do titânio. Além disso, nem todos os ciclos de tratamento térmico são aplicáveis para todas as ligas de titânio, pois as várias ligas são projetadas para diferentes propósitos. Os diferentes tipos de ligas apresentam as seguintes respostas (GILBERT *et al.*, 1995):

- Ligas do tipo α : podem sofrer alívio de tensões residuais e solubilização, mas não podem ser desenvolvidas altas resistências nessas ligas por qualquer tipo de tratamento térmico;
- Ligas do tipo β comerciais: são, na verdade, ligas β metaestáveis, ou seja, uma outra fase pode ser precipitada após tratamento térmico de

envelhecimento ou longo tempo de utilização da liga. Assim, quando essas ligas são expostas a altas temperaturas, a fase retida β se decompõe e ocorre um aumento de resistência por precipitação da fase α . Os tratamentos para essas ligas se referem a alívio de tensões residuais, tratamento de solubilização e envelhecimento, podendo ser combinados para produzir propriedades mecânicas melhoradas; e

- Ligas do tipo $\alpha+\beta$: podem ter sua composição de fases, tamanho e distribuição dos grãos ou das fases modificados por tratamento térmico, dentro de certos limites, para ganhar propriedades específicas ou para atingir níveis diferentes de resistência.

A seguir serão apresentados com mais detalhes dois desses tratamentos: solubilização e recristalização, os quais serão empregados no presente trabalho.

O tratamento térmico por solubilização é aquele no qual todos os átomos de soluto são dissolvidos para formar uma solução sólida monofásica. Esse procedimento é seguido de um resfriamento rápido, ou têmpera, e como resultado, com frequência, a solução sólida está supersaturada e é metaestável sob condições ambientes (CALLISTER, 2002).

A recristalização é o processo de formação de um novo conjunto de grãos livres de deformação e que são equiaxiais, com baixa densidade de discordâncias, que voltam a apresentar as características anteriores ao processo de trabalho a frio a que o material tenha sido submetido (CALLISTER, 2002).

Durante a recristalização, as propriedades mecânicas que foram alteradas, como resultado do trabalho a frio, são restauradas aos seus valores pré-existent, isto é, o metal torna-se mais macio, menos resistente, porém mais dúctil (CALLISTER, 2002).

3.5.2 Processos de conformação plástica

Os processos de conformação plástica dos metais visam atribuir formas desejadas aos materiais, seja por remoção metálica ou usinagem (quando há retirada de material para que se obtenha a forma desejada), seja por deformação plástica (quando o volume e a massa do metal são conservados). Os biomateriais para implante geralmente são submetidos a deformações plásticas, cujos principais processos são o forjamento e a laminação. Em ambos os processos, uma força é aplicada à superfície do material e este escoia perpendicularmente à direção de compressão (BRESCIANI E GOMES, 1992).

Quando se fala em forjamento, deve-se lembrar que a geometria do equipamento é cilíndrica onde as matrizes (martelos) induzem deformações compressivas no sentido radial do material durante o processo. As tensões induzem deformações homogêneas, em todas as direções da liga processada (DIETER, 1981). O fluxo do material durante o forjamento não está confinado a uma direção, mais metal se move para fora do cone na direção oposta à direção de alimentação do que na direção certa. Essa ação do metal se mover contra a direção de alimentação é denominada *feedback*, e é resultado do escorregamento da peça na matriz cônica (DESTEFANI *et al.*, 1995).

Já na laminação, o processo é realizado essencialmente em condição de estado plano de deformação, ou seja, as deformações ocorrem somente na direção da espessura e do comprimento sem variação significativa da largura (DIETER, 1981). O fluxo do material acontece na direção da espessura e do comprimento (DESTEFANI *et al.*, 1995).

Em geral, os mecanismos de deformação das ligas de Titânio do tipo β mudam de acordo com a estabilidade dessa fase, que será comandada pela quantidade de elementos estabilizadores da mesma. Os principais mecanismos de deformação das ligas de Titânio do tipo β são os seguintes (SAKAGUCHI, 2005 A SAKAGUCHI, 2005 B):

- ✓ Transformação martensítica induzida por tensão (*SIM*);
- ✓ Maclação (*Twinning*);
- ✓ Escorregamento (*Slip*).

A sequência de transformação desses mecanismos de acordo com a % de estabilizadores da fase β , pode ser melhor visualizada de acordo com a Figura 6 a seguir:

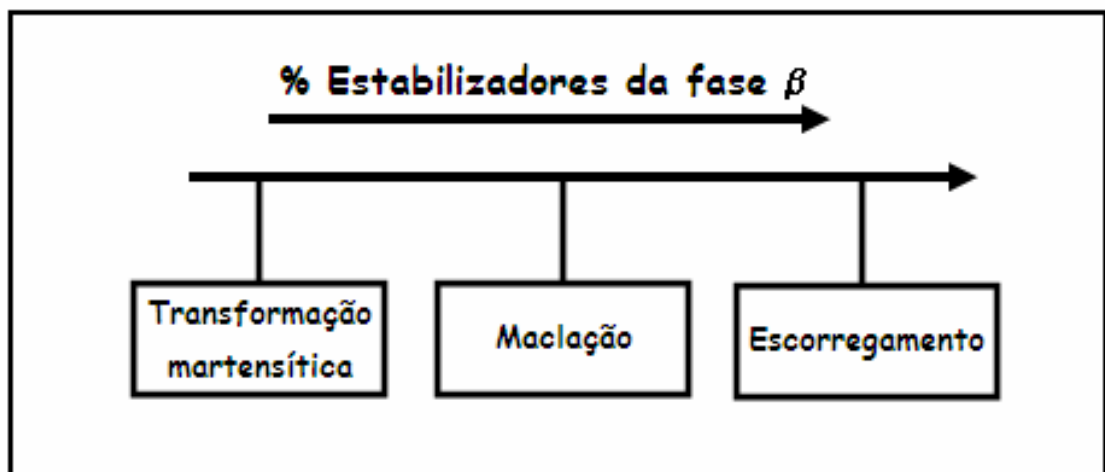


Figura 6. Representação da mudança de mecanismos de deformação de acordo com a % de estabilizadores da fase β .

As propriedades mecânicas das ligas são fortemente influenciadas pelo mecanismo de deformação sofrido. Para deformações ocorridas por transformação martensítica induzida por tensão (*SIM*), as ligas apresentam grande deformação

plástica e seu módulo de elasticidade apresenta-se baixo. Nas deformações comandadas por escorregamento (*Slip*) as ligas apresentam pequena deformação plástica e seu módulo de elasticidade apresenta-se maior. As propriedades de ligas cuja deformação foi comandada por maclação (*Twinning*), apresentam valores intermediários entre as outras duas (SAKAGUCHI, 2005 A; SAKAGUCHI, 2005 B).

4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A seguir serão descritas as etapas de obtenção das ligas Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr compreendendo a preparação do material de partida, o procedimento de fusão e a preparação dos lingotes para posteriores tratamentos térmicos. Em seguida, serão descritos o processamento térmico e mecânico, além da caracterização microestrutural e caracterização mecânica por meio de ensaio de tração e de microdureza.

4.1 OBTENÇÃO DAS LIGAS Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr

As ligas estudadas neste trabalho foram produzidas em forno a arco com eletrodo não consumível de tungstênio e atmosfera de argônio. Como material de partida, foram empregadas chapas de titânio, nióbio, zircônio e tântalo, de pureza comercial, com espessura de 2 e 3 mm. Os materiais, previamente cortados e decapados (HF e HNO₃), foram pesados nas proporções adequadas à obtenção de lingotes de aproximadamente 160 g. A fusão do material foi realizada em múltiplas etapas (5 fusões e 8 passes) para garantir sua homogeneidade. Foi utilizado, na fusão, argônio de alta pureza sob pressão de 150Torr, e a corrente empregada foi de aproximadamente 400 A. Além disso, as ligas foram pesadas antes e depois da fusão para apurar possíveis perdas de massa.

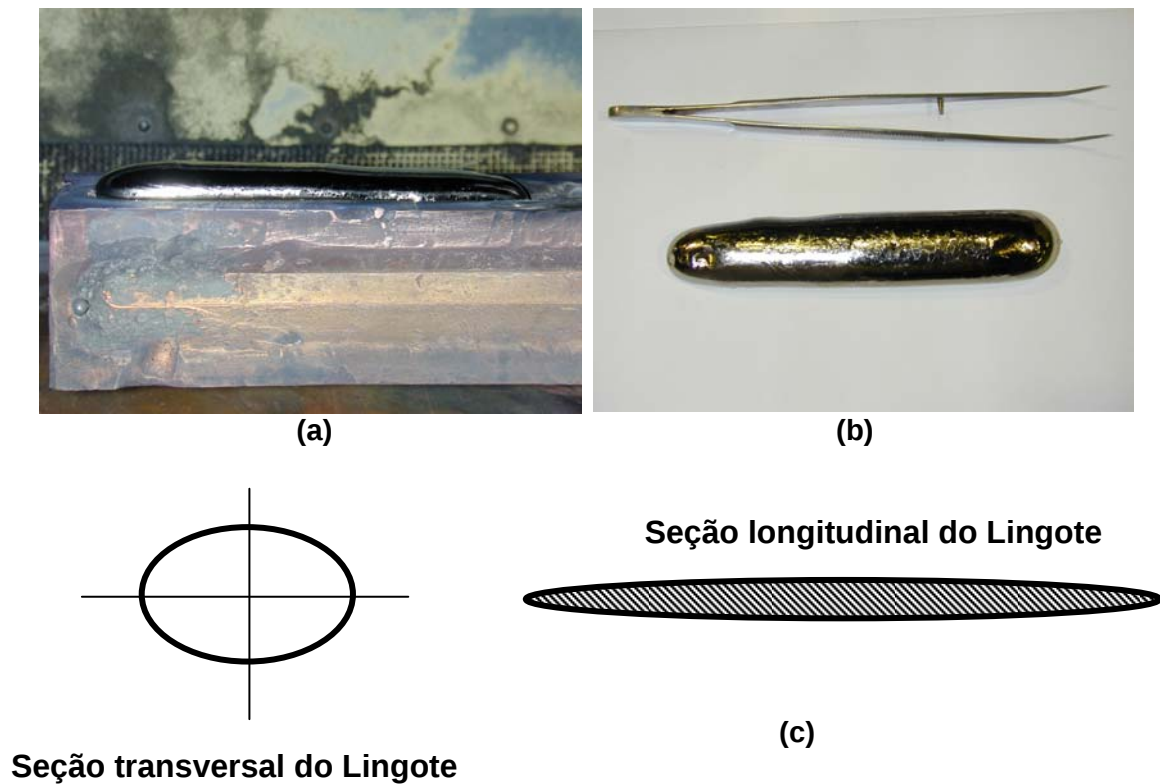


Figura 7 – Lingote fundido: **(a)** no cadinho depois do resfriamento; **(b)** fora do forno; **(c)** desenho esquemático.

4.2 PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO DAS LIGAS Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr

Inicialmente foram retiradas amostras das ligas na direção transversal na região central do lingote fundido, empregando-se disco de diamante, as quais foram submetidas a diferentes condições de tratamento térmico para identificar a melhor condição de tratamento de solubilização. Os lingotes produzidos foram decapados e encapsulados a vácuo em tubos de quartzo para o tratamento de solubilização.

Após a solubilização, todo o material foi forjado a frio até o diâmetro de 6 mm com comprimento útil de 30 cm, passando por novos tratamentos térmicos de recristalização.

Para a liga Ti-41,1Nb-7,1Zr, as condições de temperatura e tempo de solubilização e de recristalização, estão descritas na Tabela 5, considerando tratar-se de uma liga Ti- β cuja temperatura de transição $\alpha \rightarrow \beta$ pode ser estimada em 795°C (OKAZAKI, 2001),

Tabela 5 – Condições de tratamentos termomecânicos empregados na liga Ti-41,1Nb-7,1Zr

Tratamentos térmicos realizados na liga Ti-41,1Nb-7,1Zr
Solubilização 900°C/30min WQ
Solubilização 900°C/1h WQ
Solubilização 1000°C/30min WQ
Solubilização 1000°C/1h WQ
Solubilização 1000°C/2h WQ
Solubilização 1000°C/1h WQ recristalização 1000°C/2h AC
Solubilização 1000°C/1h WQ recristalização 1000°C/2h WQ
Solubilização 1000°C/1h WQ recristalização 1100°C/2h AC
Solubilização 1000°C/1h WQ recristalização 1100°C/2h WQ
Solubilização 1000°C/2h WQ recristalização 900°C/1h WQ
Solubilização 1000°C/2h WQ recristalização 1000°C/1h WQ
Solubilização 1000°C/2h WQ recristalização 1000°C/2h WQ

Para a liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta, são reportadas na literatura algumas condições envolvendo processamento termomecânico de ligas do sistema Ti-Nb-Zr - (Ta) compreendendo homogeneização a vácuo (900°C/96h), laminação a quente ou a frio, solubilização com temperaturas variando entre 900 e 1100°C em intervalos de tempo de 1 a 168 horas e em alguns casos, envelhecimento com temperaturas que

variam de 600 a 700°C em intervalos de tempo de 1 a 4 horas (TANG et al., 2000; BANERJEE et al., 2004; MORANT et al., 2003; GEETHA et al., 2004). Neste trabalho as amostras foram tratadas de acordo com as condições descritas na Tabela 6:

Tabela 6 – Condições de tratamentos termomecânicos empregados na liga Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr

Tratamentos térmicos realizados na liga Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr
Homogeneização 1200°C/2h AC
Homogeneização 1200°C/24h AC
Homogeneização 1200°C/2h AC Solubilização 1200°C/6h WQ
Solubilização 1000°C/2h WQ
Solubilização 1000°C/6h WQ
Solubilização 1000°C/96h WQ
Solubilização 1100°C/2h WQ
Solubilização 1100°C/6h WQ
Solubilização 1100°C/96h WQ
Solubilização 1000°C/2h WQ Recristalização 1000°C/2h WQ
Solubilização 1000°C/6h WQ Recristalização 1000°C/6h WQ
Solubilização 1000°C/96h WQ Recristalização 1000°C/96h WQ
Solubilização 1100°C/2h WQ Recristalização 1100°C/2h WQ
Solubilização 1100°C/6h WQ Recristalização 1100°C/6h WQ
Solubilização 1100°C/96h WQ Recristalização 1100°C/96h WQ

4.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DAS LIGAS Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr

Para caracterizar a microestrutura das ligas Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr utilizou-se técnicas de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), microdureza e difração de raios X.

A caracterização mecânica foi feita através de ensaios de tração para determinação, de acordo com o estabelecido na norma ASTM E8, do limite de resistência, do limite de escoamento 0,2% *off set*, do módulo de elasticidade e alongamento.

4.3.1 Caracterização microestrutural das ligas Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr

Foram retiradas amostras do material, nas duas composições propostas, nas diferentes etapas do processo (fundido, homogeneizado, solubilizado e recristalizado) para a realização de análise microestrutural empregando-se microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV). As amostras foram preparadas utilizando-se técnicas convencionais metalográficas, compreendendo o embutimento, o lixamento e o polimento. Após o polimento as amostras foram atacadas quimicamente com a solução “kroll” modificada (3ml HF + 8ml HNO₃ + 100ml H₂O) por imersão e em seguida secas com ar quente.

4.3.2 Caracterização mecânica das ligas Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina de ensaios mecânicos com atuador servo-hidráulico da MTS, modelo 810-23M, com capacidade de 250 kN. Os corpos de prova foram produzidos de acordo com a norma E8 ASTM, conforme mostra a Figura 8.

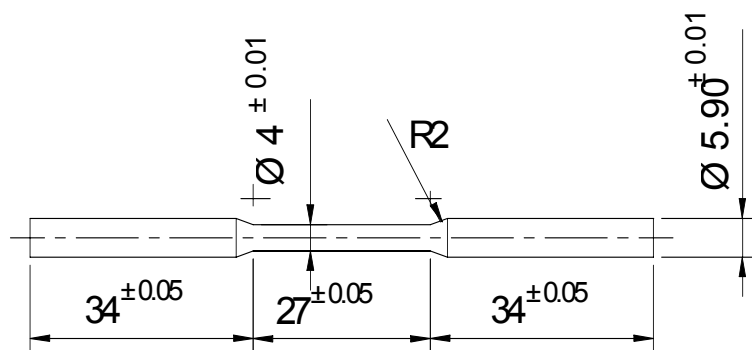


Figura 8. Desenho esquemático dos corpos de prova para ensaio de tração.

Após serem usinados, os corpos-de-prova foram lixados utilizando-se a seguinte seqüência de lixas de carbetto de silício: 180, 220, 320, 400, 600 e 800 μm , eliminando, assim, os riscos visíveis em um aumento de 20x no estereoscópio.

Durante os ensaios de tração, foi utilizado extensômetro modelo MTS 634.12F21 para aquisição dos dados de deformação, com limites de deformação de -10 a $+50\%$, possuindo especificação adequada para a temperatura ambiente.

As propriedades mecânicas obtidas por meio do ensaio de tração, de acordo com o estabelecido na norma ASTM E8, foram: limite de resistência, o limite de escoamento 0,2% *off set*, módulo de elasticidade, redução em área e alongamento.

Foram realizadas, também, medidas de microdureza Vickers utilizando equipamento MICROMET 2004 da BUEHLER, a carga adotada foi de 100g e o tempo de 30s. Foram tomadas, em média, 15 medidas para cada amostra.

4.3.3 Caracterização microestrutural por difração de raios X das ligas Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr e Ti-41,1Nb-7,1Zr

Os resultados de difração de raios X foram obtidos a partir de pó das ligas e apresentaram as seguintes dificuldades:

- a) o elemento predominante na amostra, o titânio, apresenta baixo espalhamento de raios X, devido ao baixo número atômico ($Z=22$), dificultando a análise;
- b) as fases α , α' , α'' , β e ω apresentam diversas reflexões coincidentes, o que dificulta a identificação precisa das fases;
- c) como essas fases não estão catalogadas na forma de ligas, para a análise da estrutura cristalina das ligas é necessário partir das estruturas do Ti.

4.3.3.1 Preparação do pó das ligas

O pó foi obtido pelo emprego de uma lima de ferro 8" da marca K&F; sendo que as partículas de ferro desprendidas da lima foram separadas com auxílio de um ímã. Em seguida, os pós passaram por uma peneira de 180 “*mesh*” e depois foram moídos em um *graal* de ágata até que obtivessem um tamanho máximo de partícula de 80µm. Os pós foram colocados em estufa a 100°C/2h para eliminar as tensões induzidas neste procedimento.

4.3.3.2 Medidas de raios X

A difratometria de raios X foi realizada em um equipamento da marca *Shimadzu* modelo XRD-6000 (DEMAR/EEL), com passo angular de 0,05°, partindo de 20 até 90°, empregando a voltagem no tubo de raios X de 40kV e amperagem de 30mA. A velocidade de varredura foi ajustada para 2°/min, com tempo de residência, em cada passo, de 3s.

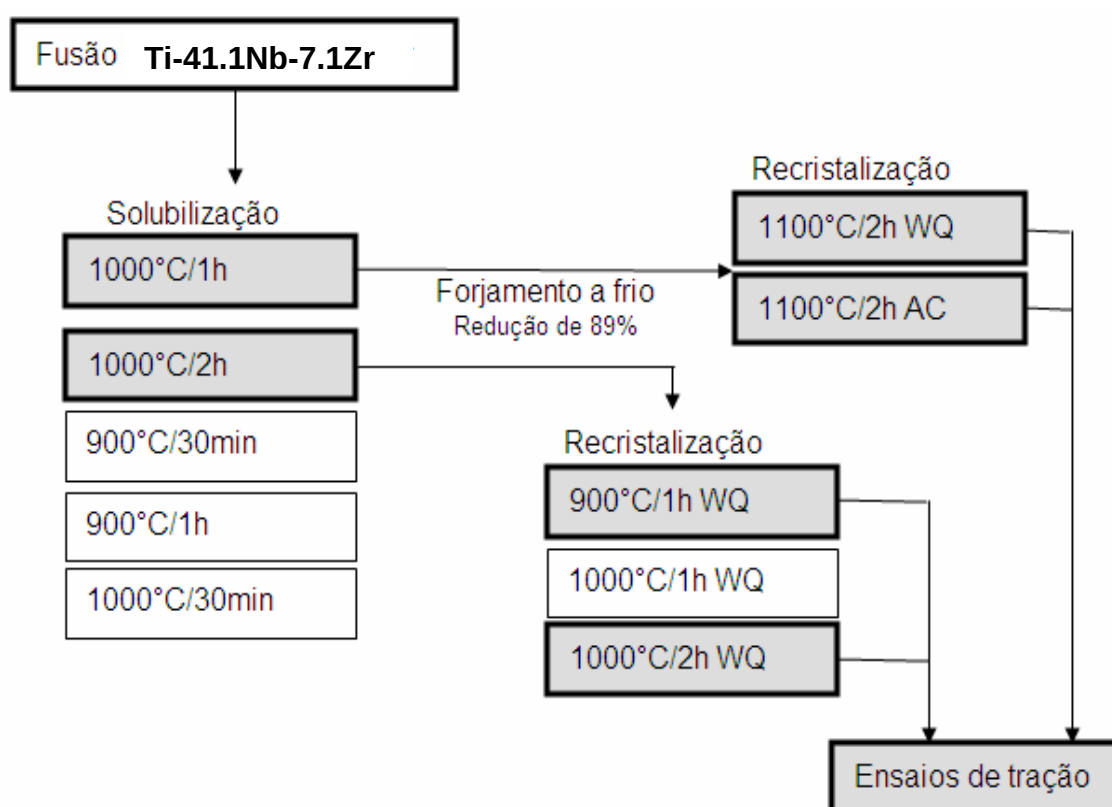
As medidas de difração de raios X dos pós foram realizadas à temperatura ambiente, utilizando-se radiação $\text{CuK}\alpha$, de comprimento de onda 1,540598 Å.

Os resultados de difração de raios X das ligas estudadas foram analisados considerando-se os dados da Tabela 4, que se encontra nas referências bibliográficas.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL DA LIGA TI-41,1Nb-7,1Zr

O fluxograma a seguir representa as condições de temperatura e tempo das etapas do presente estudo.



De todas as condições descritas no fluxograma acima, obteve-se análise microestrutural por meio de microscopia óptica e eletrônica de varredura, e respectivos valores de microdureza.

5.1.1 Estrutura bruta de fusão da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr

A Figura 9 apresenta a estrutura bruta de fusão da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr nas regiões base e topo obtidas por meio de microscopia óptica.

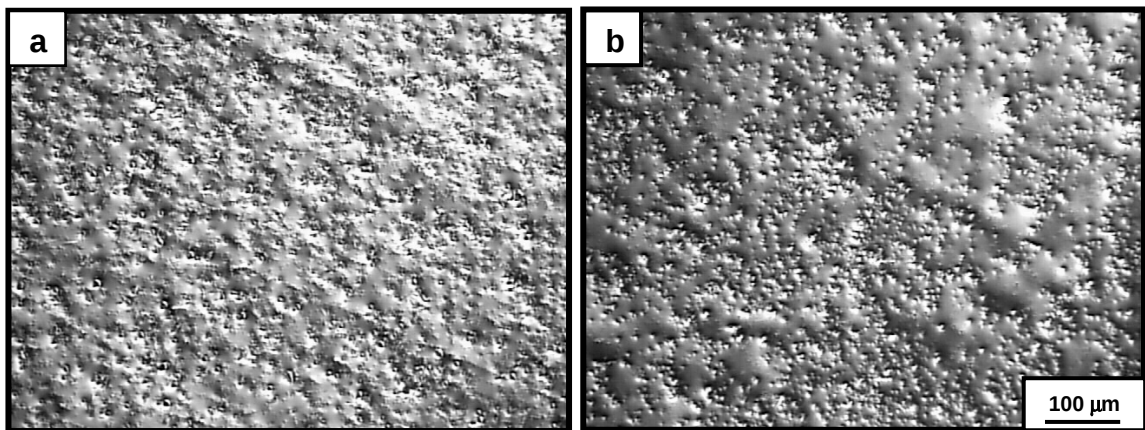
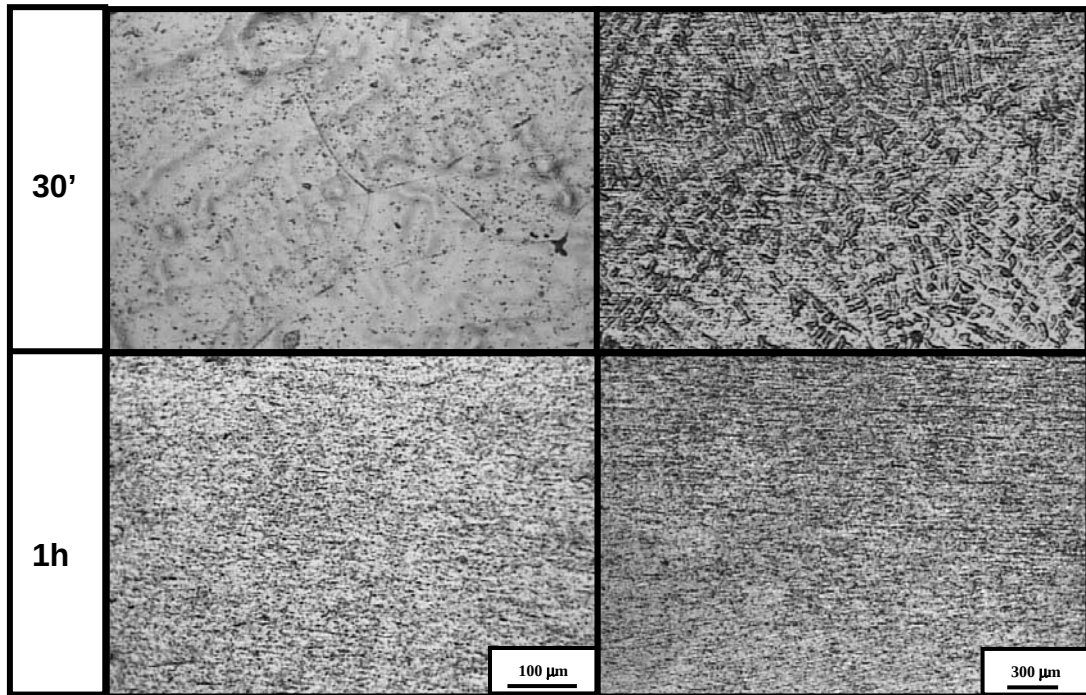


Figura 9. Micrografia óptica da estrutura bruta de fusão da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr: **(a)** região de contato com o cadinho (base), **(b)** região do topo.

Observa-se uma pequena variação morfológica que representa o efeito das diferentes velocidades de resfriamento do lingote imposto pelo fato do cadinho ser refrigerado a água. No topo, onde a taxa de resfriamento é menor, observa-se uma tendência de aglomeração dos precipitados, quando se compara com a região da base, que fica em contato com o cadinho refrigerado a água.

5.1.2 Microestruturas da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada

As microestruturas da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr obtidas por microscopia óptica após tratamento de solubilização e resfriamento em água, nas seguintes condições: 900°C/30min, 900°C/1h, 1000°C/30min, 1000°C/1h e 1000°C/2h, estão mostradas



nas Figuras 10 - 12 a seguir.

Figura 10. Micrografia óptica da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 900°C por 30 min e 1h com posterior resfriamento em água (WQ).

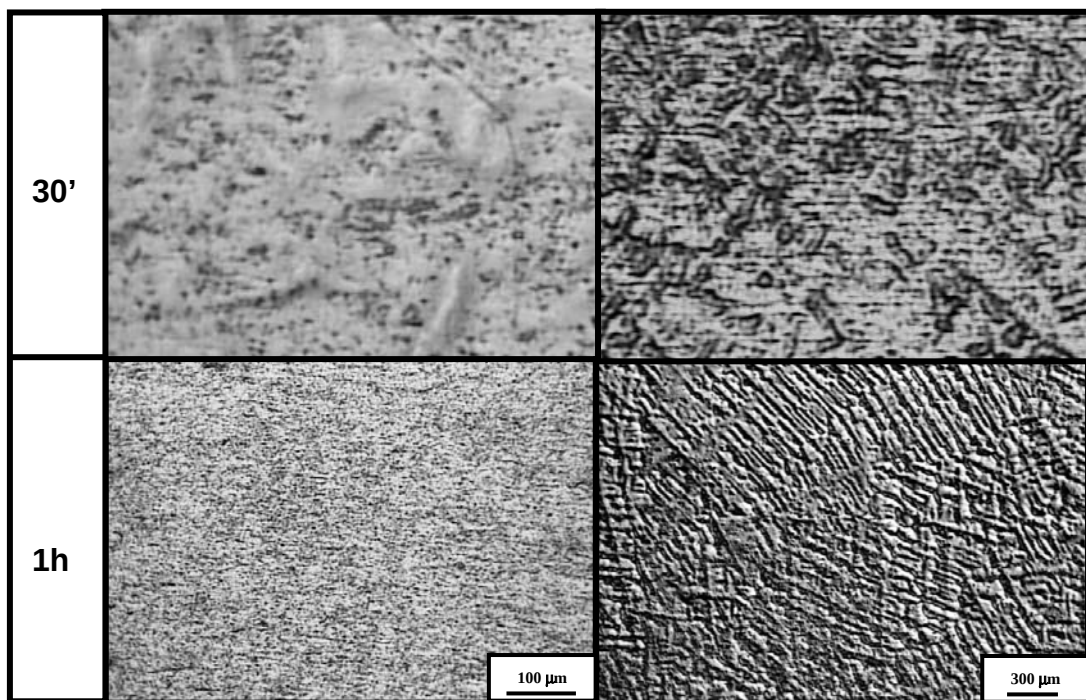


Figura 11. Micrografia óptica da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C por 30 min e 1h com posterior resfriamento em água (WQ).

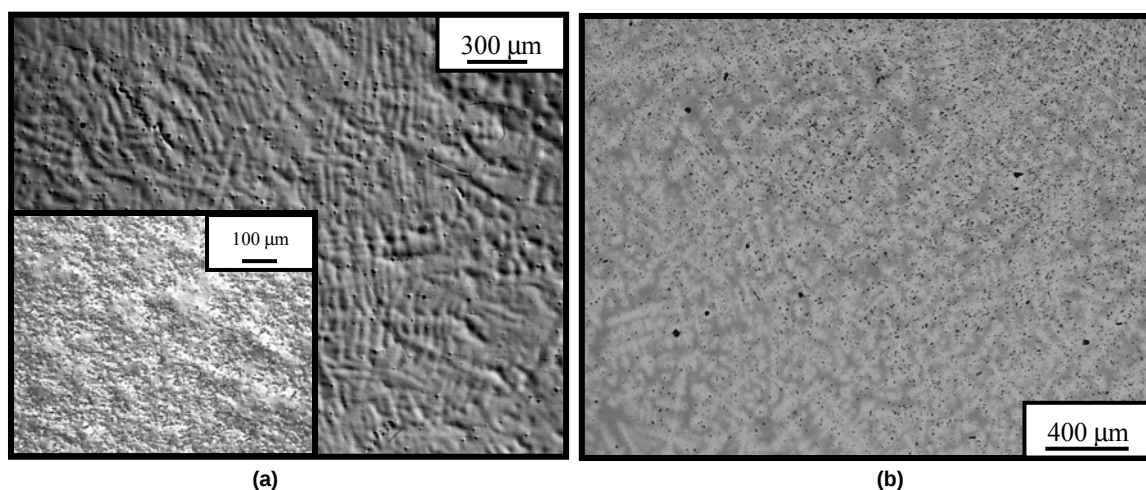


Figura 12. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C por 2h com posterior resfriamento em água: **(a)** microscopia óptica e **(b)** microscopia eletrônica de varredura (MEV).

A Tabela 7 apresenta os valores médios de microdureza da liga na condição bruta de fusão e após as seguintes condições de tratamento de solubilização e resfriamento em água: 900°C/30min, 900°C/1h, 1000°C/30min, 1000°C/1h e 1000°C/2h.

Tabela 7 – Valores médios de microdureza da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr na condição solubilizada.

Condição da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr	Microdureza (HV)	Desvio padrão
900°C/30min	204	14
900°C/1h	181	2
1000°C/30min	177	5
1000°C/1h	174	3
1000°C/2h	188	5

Comparando-se as micrografias das Figuras 10 – 12 e os valores de microdureza da Tabela 7, observa-se que, na condição de tratamento térmico a 900°C/30min, a solubilização não foi completa, havendo a ocorrência de precipitados, os quais foram responsáveis pelo maior valor de microdureza e desvio padrão obtidos. Para a liga solubilizada a 1000°C/2h e resfriada em água,

mostrada na Figura 12, a microestrutura apresenta-se constituída de uma matriz dendrítica contendo precipitados. Com base na discussão da Figura 5, apresentada anteriormente, e considerando o tipo de resfriamento empregado acredita-se que os precipitados sejam do tipo ω (hexagonal ou trigonal), não sendo observada a formação de martensitas α' e α'' (ANKEM *et al.*, 1999; TANG *et al.*, 2000; GEETHA *et al.*, 2001; ZHOU *et al.*, 2004). Pode-se dizer que houve uma maior solubilização para o tratamento a 1000°C/2h. Entretanto, como na seqüência do trabalho haverá deformação a frio, que poderá contribuir com a quebra dessa estrutura dendrítica remanescente, juntamente com uma posterior recristalização, foram escolhidas as condições de 1000°C/1h e 1000°C/2h, e posterior resfriamento em água, para seqüência do trabalho.

5.1.3 Microestrutura da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr recristalizada

As Figuras a seguir apresentam a microestrutura do material forjado a frio, com redução em área de 89%, e submetido a tratamento térmico de recristalização nas seguintes condições:

- a) Solubilizada 1000°C/1h WQ, forjada e:
 - recristalizada a 1000°C/2h WQ, Figura 13;
 - recristalizada a 1100°C/2h WQ, Figura 14;
- b) Solubilizada 1000°C/2h WQ, forjada e:
 - recristalizada a 900°C/1h WQ, Figura 15;
 - recristalizada a 1000°C/1h WQ, Figura 16;
 - recristalizada a 1000°C/2h WQ, Figura 17.

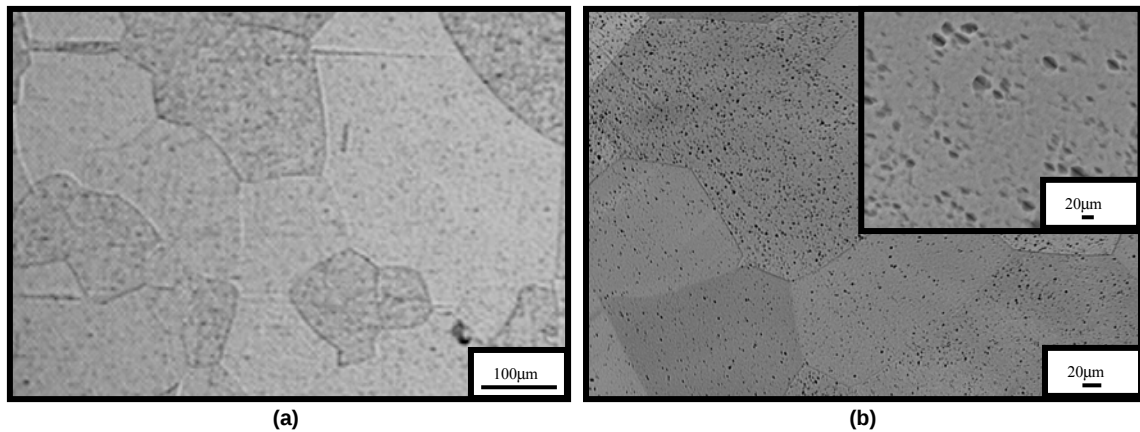


Figura 13. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/1h, forjada e recristalizada a 1000°C/2h WQ, obtidas por: **(a)** microscopia óptica e **(b)** microscopia eletrônica de varredura (MEV).

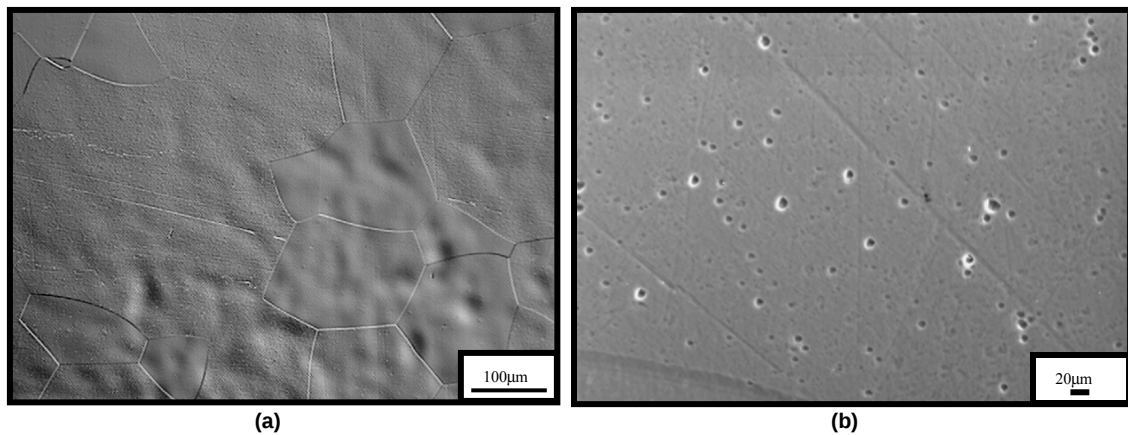


Figura 14. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/1h, forjada e recristalizada a 1100°C/2h WQ, obtidas por: **(a)** microscopia óptica e **(b)** microscopia eletrônica de varredura (MEV).

As microestruturas da liga solubilizada 1000°C/1h, forjada e recristalizadas a 1000°C e 1100°C (Figuras 13 e 14) são morfologicamente semelhantes sem a presença das marcas de deformação, com uma diferença na distribuição dos pontos escuros (possivelmente precipitados α'') na matriz, no entanto, não influenciaram nos valores de microdureza, 192 e 190 HV respectivamente.

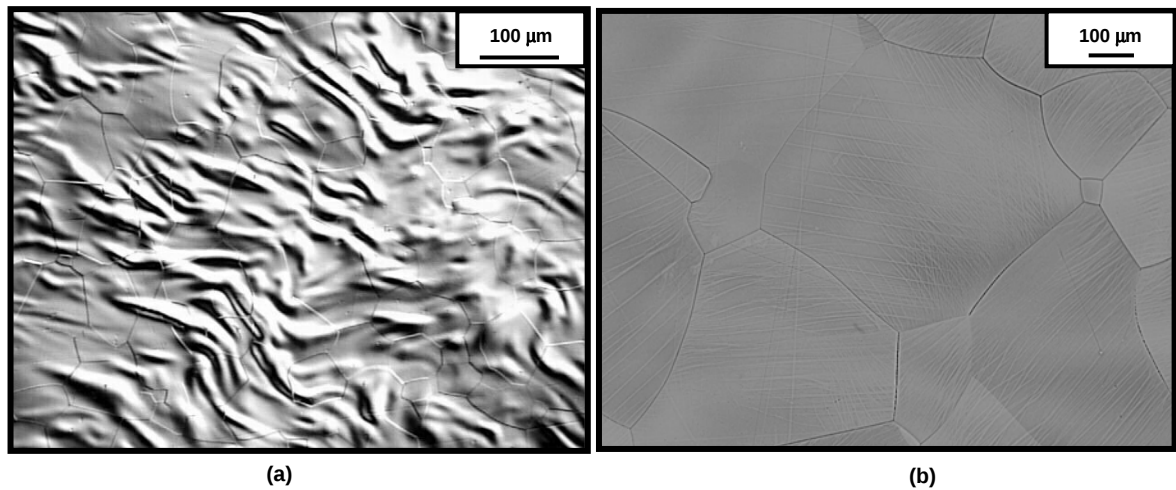


Figura 15. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C/2h, forjada e recristalizada a 900°C/1h resfriada em água, obtidas por: **(a)** microscopia óptica e **(b)** microscopia eletrônica de varredura (MEV).

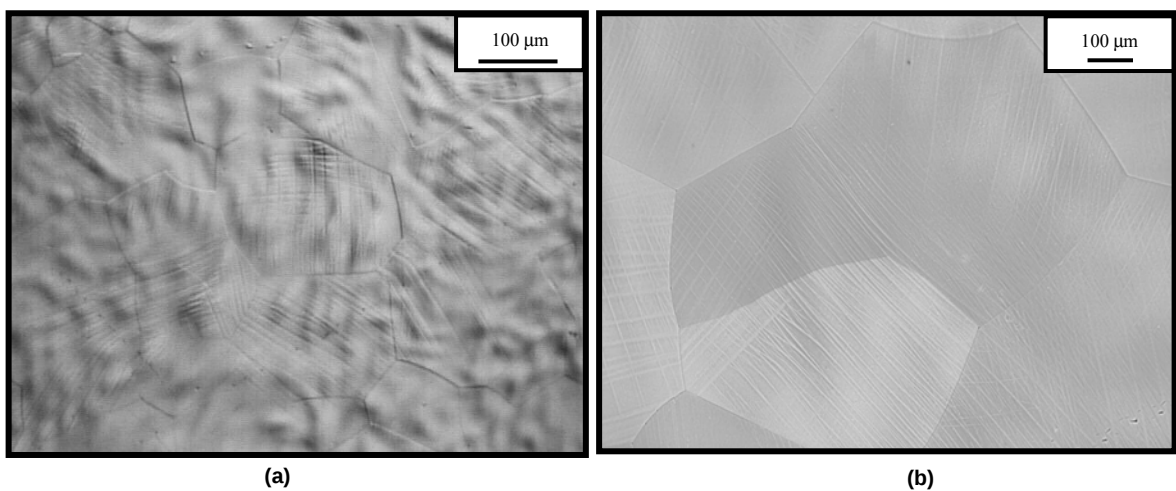


Figura 16. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C/2h, forjada e recristalizada a 1000°C/1h WQ, obtidas por: **(a)** microscopia óptica e **(b)** microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Observa-se, na Figura 15, que as marcas devido ao processo de acomodação da deformação imposta ao material estão presentes, indicando que a recristalização não foi concluída. Nota-se, na Figura 16, que o aumento da temperatura foi responsável por uma eliminação parcial destas marcas e também

por um relativo crescimento de grão. Uma completa recristalização foi obtida a partir da condição de tratamento a 1000°C/2h WQ, como mostra a Figura 17.

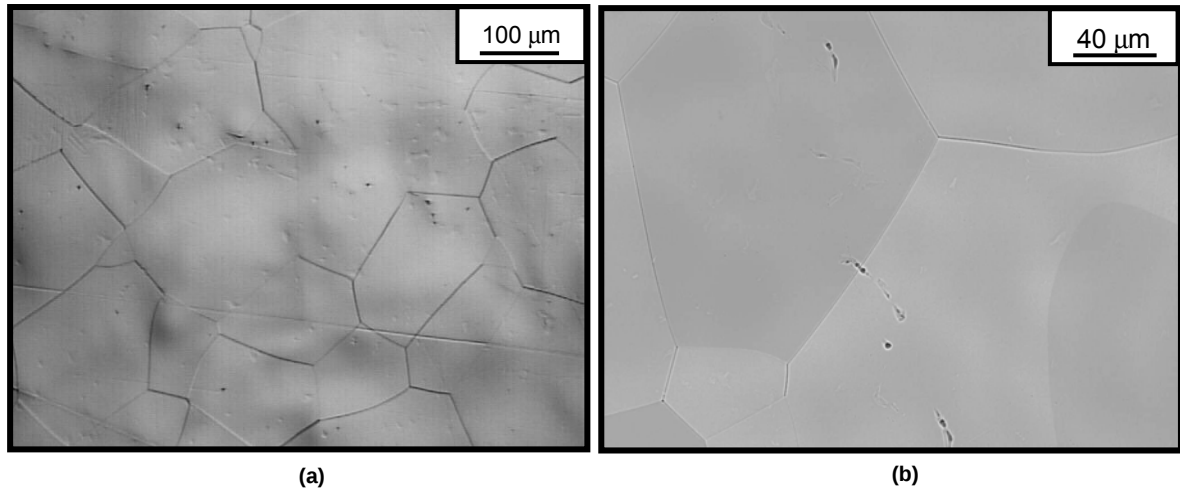


Figura 17. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C/2h, forjada e recristalizada a 1000°C/2h WQ, obtidas por: **(a)** microscopia óptica e **(b)** microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Foram avaliadas também as mudanças microestrutrais para a condição solubilizada 1000°C/1h WQ, forjada e recristalizada a 1000°C/2h e a 1100°C/2h, com resfriamento mais lento, ao ar (AC), conforme apresentado nas Figuras 18 e 19.

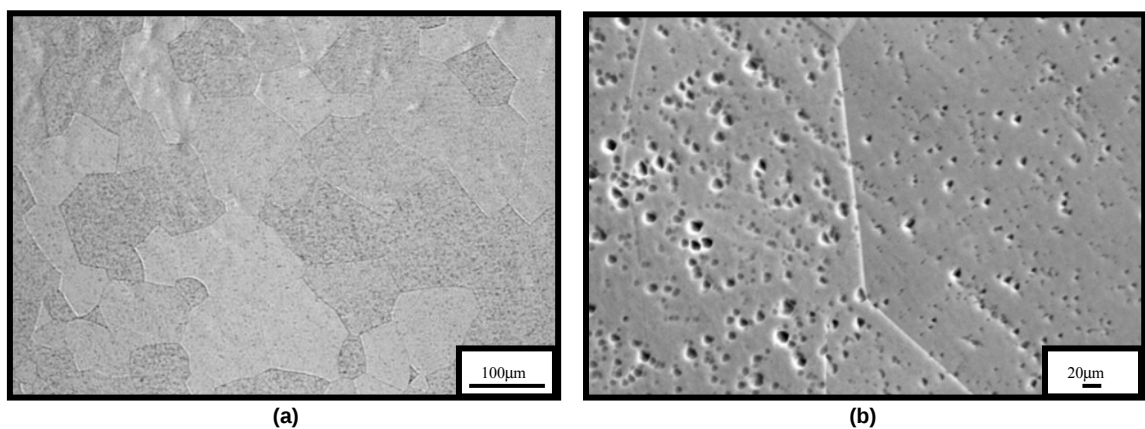


Figura 18. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/1h, forjada e recristalizada a 1000°C/2h AC, obtidas por: **(a)** microscopia óptica e **(b)** microscopia eletrônica de varredura (MEV).

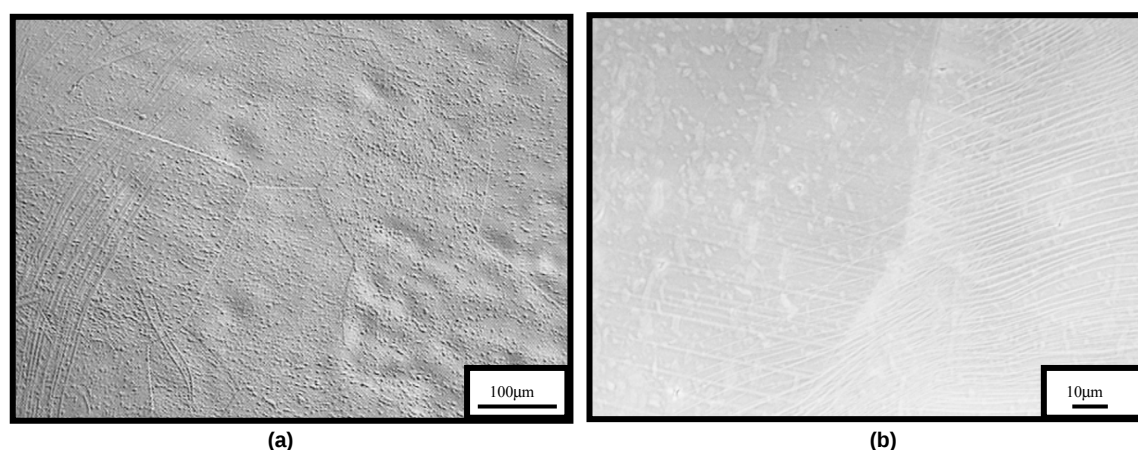


Figura 19. Micrografias da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/1h, forjada e recristalizada a 1100°C/2h AC, obtidas por: **(a)** microscopia óptica e **(b)** microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Os pontos escuros (possivelmente precipitados α'') distribuídos na matriz observados nas Figuras 14 e 15 foram eliminados sob a condição de resfriamento mais lento, ao ar (AC), para a temperatura de recristalização de 1100°C/2h. Observa-se, dos valores da Tabela 8, que as microdurezas foram reduzidas para ambas as temperaturas de recristalização sob resfriamento ao ar.

Tabela 8 – Valores médios de Microdureza Vickers da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr para cada condição de recristalização.

Condição da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr	Microdureza (HV)	Desvio padrão
Solubilizada 1000°C/1h (WQ)		
Recristalização 1000°C/2h AC	164	7
Recristalização 1000°C/2h WQ	192	12
Recristalização 1100°C/2h AC	167	8
Recristalização 1100°C/2h WQ	190	13
Solubilizada 1000°C/2h (WQ)		
Recristalização 900°C/1h (WQ)	166	27
Recristalização 1000°C/1h (WQ)	172	4
Recristalização 1000°C/2h (WQ)	169	4

Para a condição solubilizada, o maior valor de microdureza foi obtido a 1000°C/2h WQ (188 HV), que possivelmente encontra-se relacionada à presença dos precipitados da fase α'' , a qual está associada ao endurecimento de ligas de titânio, conforme observado na Figura 12. Para o material tratado após o forjamento, em diferentes condições, onde não se observou a presença de precipitados da fase α'' (Figuras 13 - 17), não foi verificada uma variação significativa dos valores de microdureza.

Foram realizadas microanálises para todas as condições de tratamento térmico descritas anteriormente e apesar das diferenças morfológicas os resultados reproduziram a composição nominal da liga.

5.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X DA LIGA Ti-41,1Nb-7,1Zr

Os resultados de difração de raios X da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/2h WQ e recristalizada nas duas condições: 900°C/1h WQ e 1000°C/1h WQ estão mostrados na Figura 20, a seguir. Os picos são relacionados apenas à fase β para ambas as condições de recristalização. Contudo, não se pode afirmar que outras fases não estejam presentes. Entretanto, esse resultado está de acordo com a teoria de que para maiores quantidades de elemento β estabilizador ocorrerá apenas a formação da fase β (SACAGUCHI, 2005; HAO *et al.*, 2007).

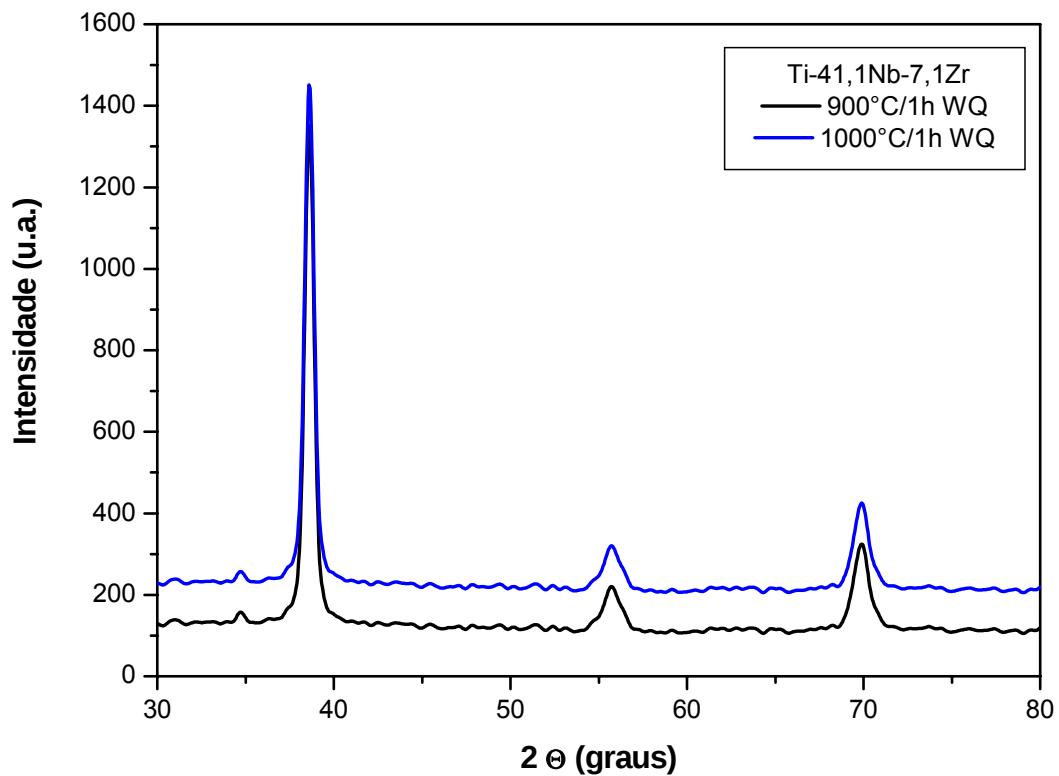


Figura 20. Difratoograma de raios X da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/2h WQ e recristalizada nas duas condições: 900°C/1h WQ e 1000°C/1h WQ.

Considerando os resultados parciais e as dificuldades relatadas anteriormente, como sobreposição de picos e falta de informação sobre fases de ligas, optou-se por não realizar maiores investigações para as demais condições desta liga.

5.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA Ti-41,1Nb-7,1Zr

Considerando os resultados das avaliações microestruturais, de raios X e de microdureza foram escolhidos as seguintes condições de tratamento para o estudo de propriedades mecânicas:

a) Solubilizada 1000°C/1h WQ:

- recristalizada a 1100°C/2h WQ;

- recristalizada a 1100°C/2h AC;

b) Solubilizada 1000°C/2h WQ:

- recristalizada a 900°C/1h WQ;

- recristalizada a 1000°C/2h WQ.

A Figura 21 ilustra as curvas representativas tensão versus deformação para estas condições. As curvas tensão deformação de todos os ensaios são apresentados no Anexo 1.

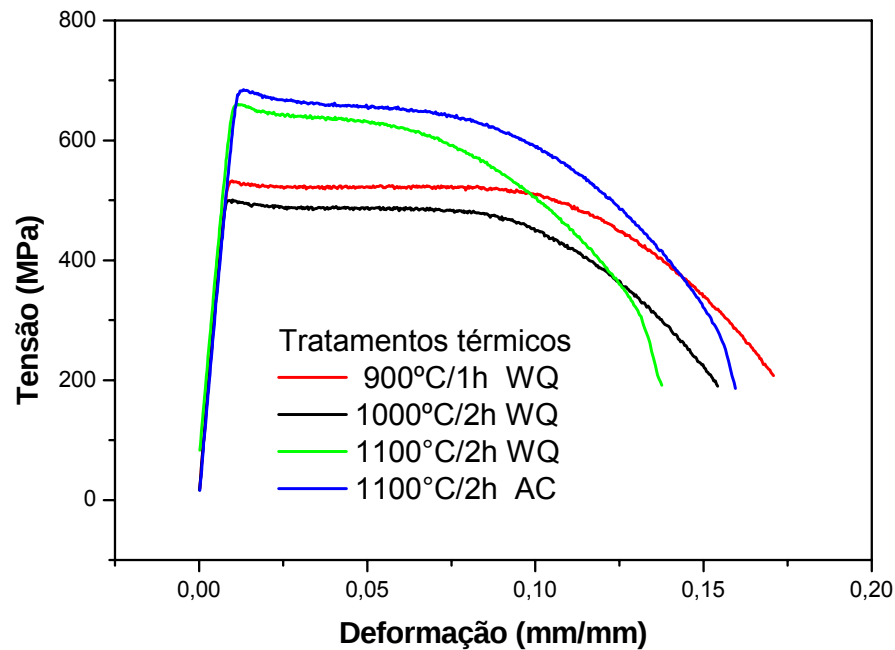


Figura 21. Curvas representativas de tensão versus deformação para a liga Ti-41,1 Nb-7,1Zr solubilizada 1000°C/1h WQ, forjada e recristalizada a: 1100°C/1h WQ e 1100°C/2h AC; e solubilizada 1000°C/2h WQ, forjada e recristalizada a: 900°C/1h WQ e 1000°C/2h WQ.

Observa-se que o material apresenta um comportamento dúctil com razoável capacidade de deformação sem capacidade de encruamento. Este fato confirma as observações microestruturais que mostram uma relativa facilidade de acomodação interna da deformação, observando-se as várias etapas de deformação. Isto demonstra que as possíveis barreiras internas, como precipitados e estruturas de defeitos, são superadas, conduzindo a um comportamento típico de um material elástico perfeitamente plástico.

A partir dos resultados dos ensaios de tração foram obtidos: o limite de resistência, de escoamento, módulo de elasticidade, redução em área e alongamento, conforme Tabela 9. Considerando que não foi observado o

fenômeno do encruamento, o limite de resistência foi assumido como sendo o limite de escoamento 0,2%.

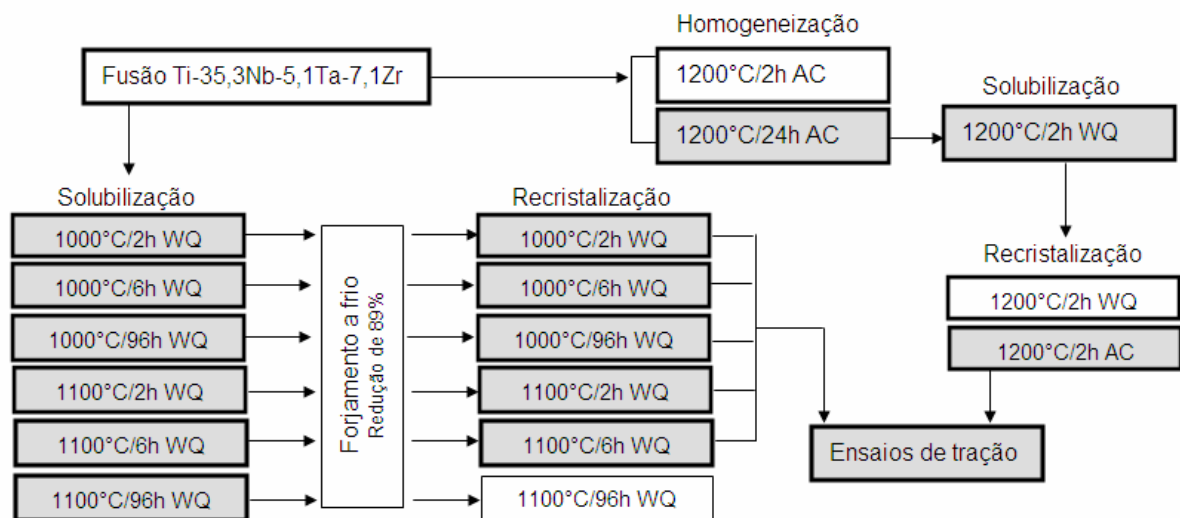
Tabela 9 – Valores médios das propriedades mecânicas da liga Ti-41,1 Nb-7,1Zr forjada tratada: 900°C/1h e 1000°C/2h seguida de resfriamento em água.

Propriedades Mecânicas	Ti-41,1Nb-7,1Zr			
	Solubilizada a 1000°C/1h WQ		Solubilizada a 1000°C/2h WQ	
	Rec. 1100°C/2h AC	Rec. 1100°C/2h WQ	Rec. 900°C/1h WQ	Rec. 1000°C/2h WQ
Limite de resistência (MPa)	680 ± 3	600 ± 2	515 ± 7	490 ± 27
Limite de escoamento 0,2% (MPa)	680 ± 3	600 ± 2	515 ± 7	490 ± 27
Módulo de elasticidade (GPa)	61 ± 1	63 ± 1	64 ± 1	65 ± 1
Redução em área (%)	70 ± 1	75 ± 1	56 ± 6	83 ± 4
Alongamento (%)	15 ± 1	13 ± 1	16 ± 2	16 ± 2

Para a liga solubilizada a 1000°C/1h e recristalizada a 1100°C/2h observa-se que a variação na razão de resfriamento (WQ ou AC) não altera as propriedades. Observa-se, também, que o aumento da temperatura de recristalização (900°C → 1100°C) aumenta as propriedades de resistência da liga sem comprometer significativamente a ductilidade, tanto em termos de alongamento quanto de redução de área.

5.4 ANÁLISE MICROESTRUTURAL DA LIGA Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta

O fluxograma a seguir representa as condições de temperatura e tempo das etapas do estudo da liga Ti-35,3Nb-7,1Ta-5,1Zr.



De todas as condições descritas no fluxograma acima, obteve-se análise microestrutural por meio de microscopia óptica e eletrônica de varredura, e respectivos valores de microdureza. Das condições destacadas em cinza obteve-se valores de propriedades mecânicas por meio de ensaios de tração.

5.4.1 Estrutura bruta de fusão da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta

A Figura 22 apresenta a estrutura bruta de fusão da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta obtida por meio de micrografia óptica.

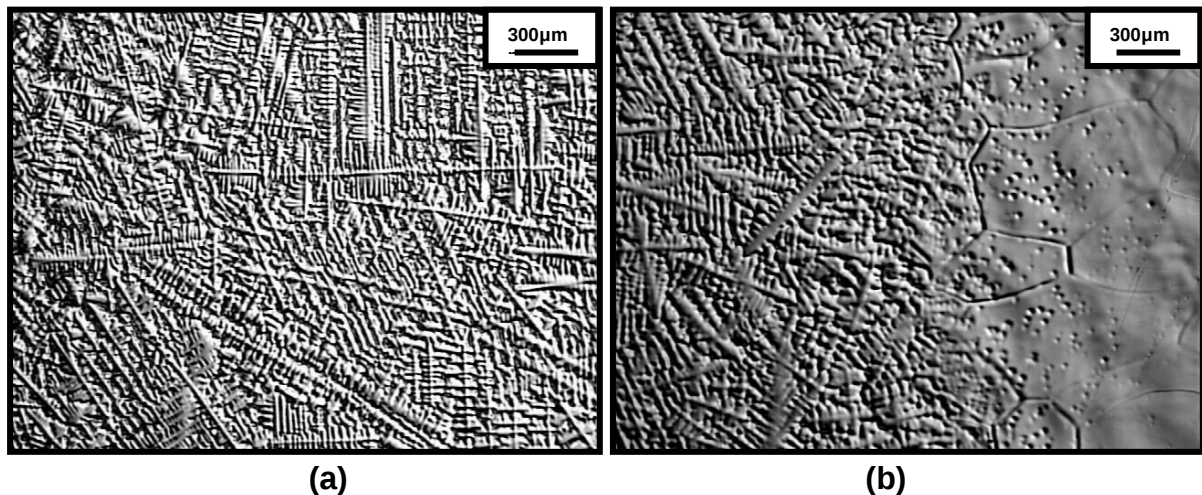


Figura 22. Micrografia óptica da estrutura bruta de fusão da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta: **(a)** região topo, **(b)** região intermediária topo-base.

A variação morfológica observada representa o efeito das diferentes velocidades de resfriamento impostas pelo fato do cadinho ser refrigerado a água. No topo, onde a taxa de resfriamento é menor, observa-se uma formação dendrítica, enquanto que na região da base, que fica em contato com o cadinho, a estrutura é mais próxima de uma tratada termicamente. Observa-se uma região de transição, conforme mostra a Figura 22 (b), entre a região de formação dendrítica e a tratada.

5.4.2 Microestrutura da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta solubilizada

A Figura 23 mostra as micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta nas diferentes condições de solubilização.

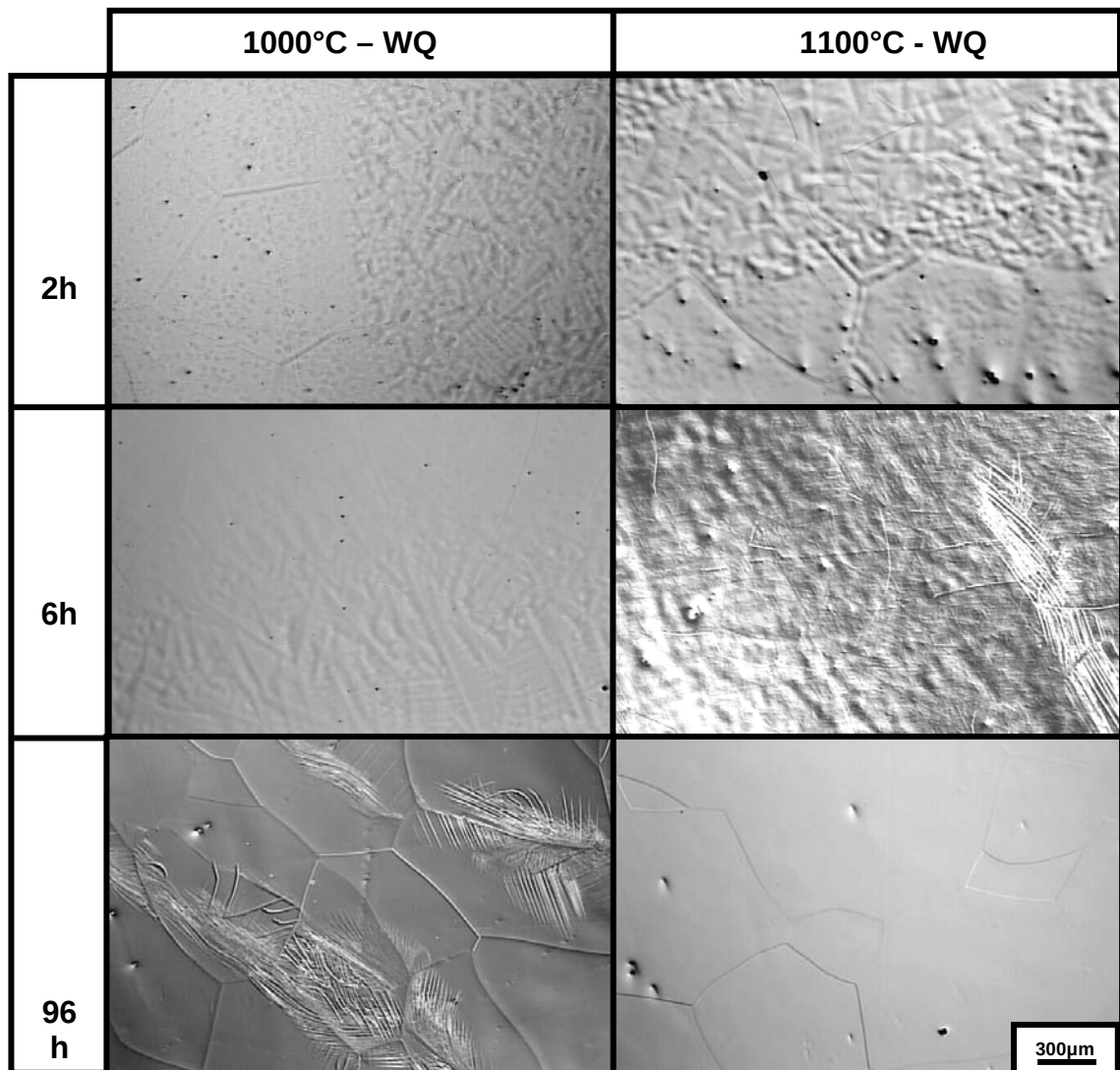


Figura 23. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta solubilizada a 1000°C e 1100°C, para os tempos de 2, 6 e 96h, e resfriada em água.

Considerando-se o tratamento de solubilização a 1000°C e 1100°C observou-se que as dendritas, típicas da estrutura bruta de fusão, foram parcialmente eliminadas para o tempo de 96h. Devido a isso, uma investigação alternativa foi realizada incluindo um tratamento térmico anterior à solubilização denominado homogeneização, cujo objetivo é auxiliar a busca por uma microestrutura uniforme. Mesmo apresentando microestruturas sem uma completa solubilização, nas demais condições, foi possível deformá-las a frio com uma redução em área de 89%.

A liga que foi homogeneizada a 1200°C/2h ainda apresenta marcas da matriz dendrítica da estrutura bruta de fusão (Figuras 24 e 25), indicando que o tempo de homogeneização não foi suficiente. Com esses resultados, optou-se por um tempo maior de homogeneização conforme mostram as Figuras 26 e 27.

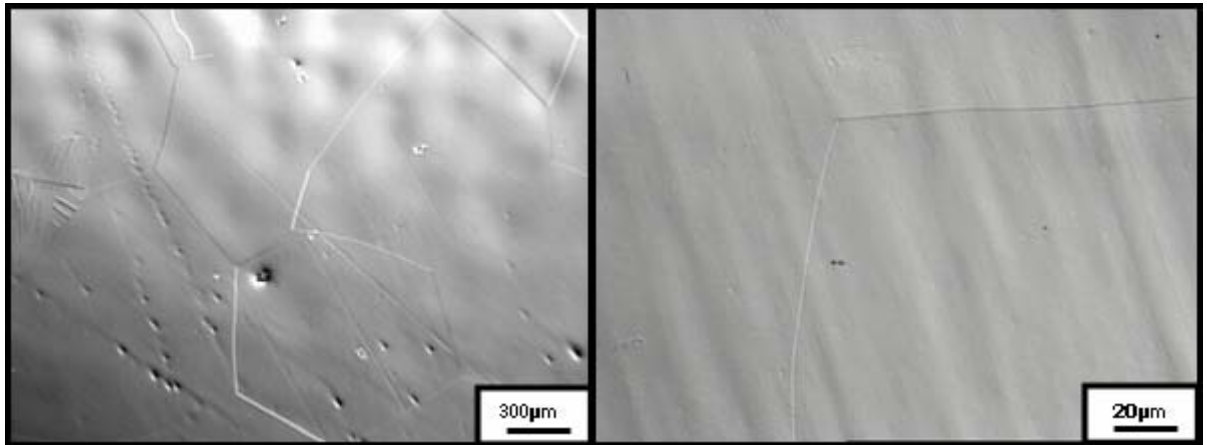


Figura 24. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada a 1200°C/2h AC

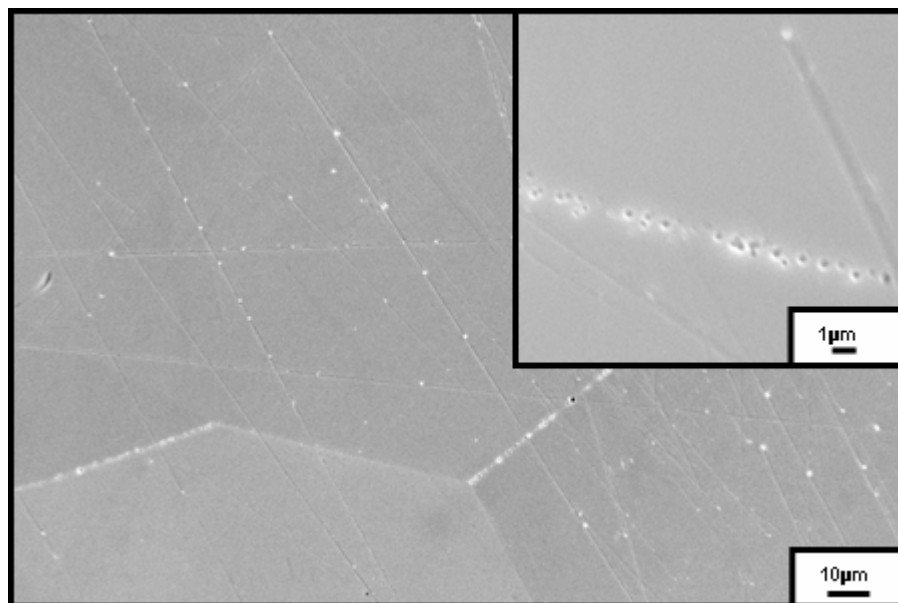


Figura 25. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada a 1200°C/2h AC.



Figura 26. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada a 1200°C/24h AC.

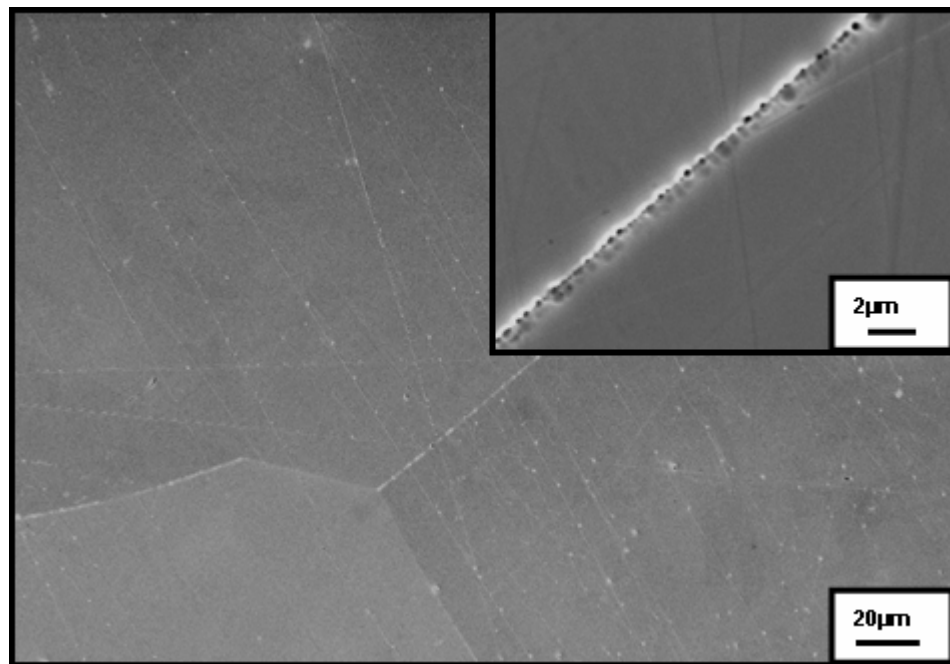


Figura 27. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada a 1200°C/24h AC.

Comparando-se as microestruturas da liga solubilizada (Figura 23) com as microestruturas da liga homogeneizada (Figuras 26 e 27), observa-se que esta última apresenta-se de forma mais regular, destacando-se uma possível nucleação de fase a partir do contorno de grão conforme mostra a Figura 27. A Figura 25 mostra o início dessa possível nucleação.

Após a homogeneização de 1200°C/24h AC a liga foi solubilizada 1200°C/2h resultando em uma microestrutura bastante uniforme, conforme se observa nas Figuras 28 e 29 a seguir.

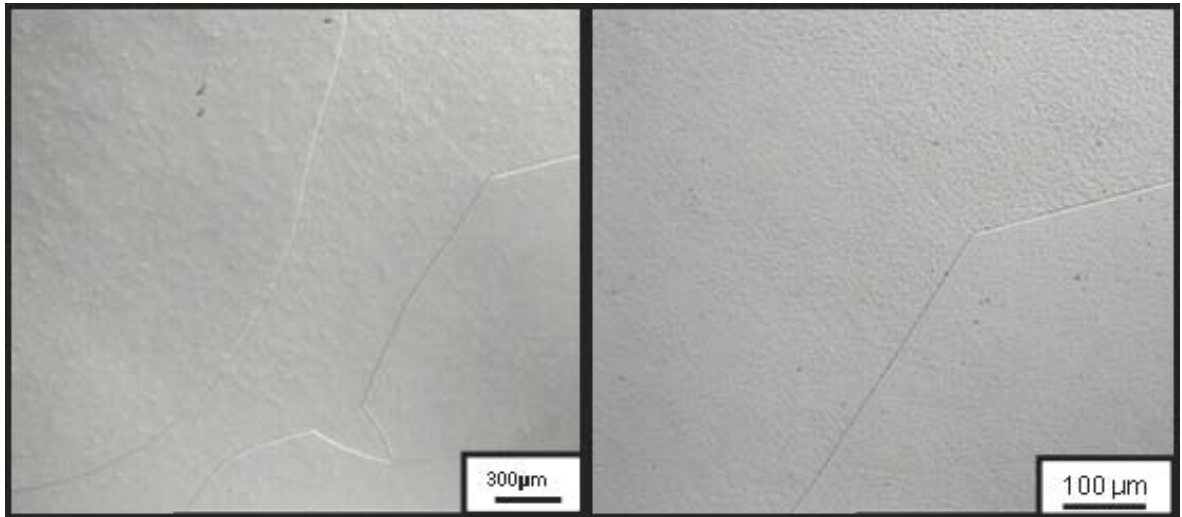


Figura 28. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada a 1200°C/24h AC.e solubilizada 1200°C/2h WQ

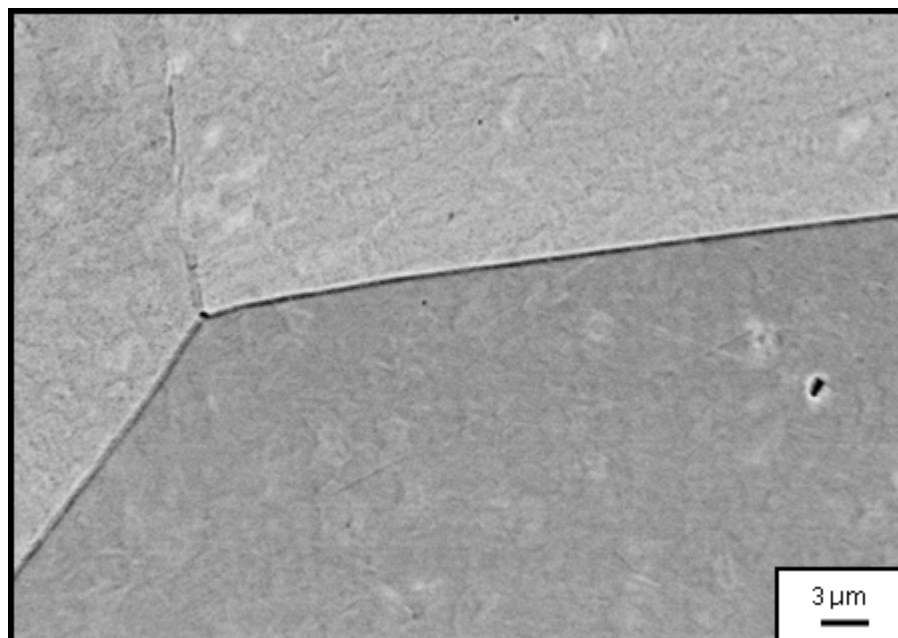


Figura 29. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada a 1200°C/24h AC.e solubilizada 1200°C/2h WQ.

5.4.3 Microestrutura da liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr forjada

As características microestruturais da liga nas diferentes condições de tratamento após forjamento rotativo a frio apresentaram uma distribuição não uniforme de tensões, originadas pelo processamento mecânico, traduzidas como linhas de deformação. A Figura 30 ilustra esse comportamento. Entretanto, conforme observa-se na Figura 31, para um tempo de solubilização mais longo a microestrutura apresenta uma distribuição mais uniforme e mais suavizada de tensões.

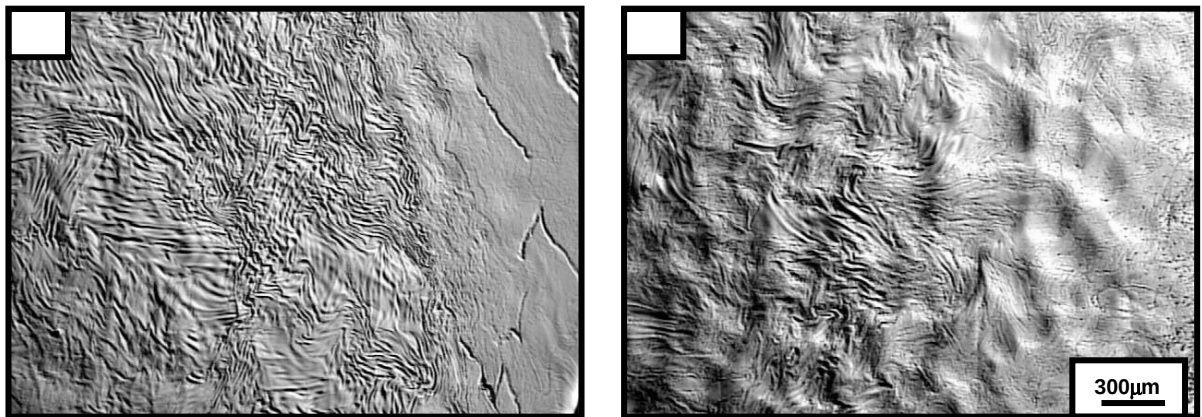


Figura 30. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3NbTi-7,1Zr-5,1Zr forjada após as condições de solubilização: **(a)** 1100°C/2h e **(b)** 1100°C/6h.

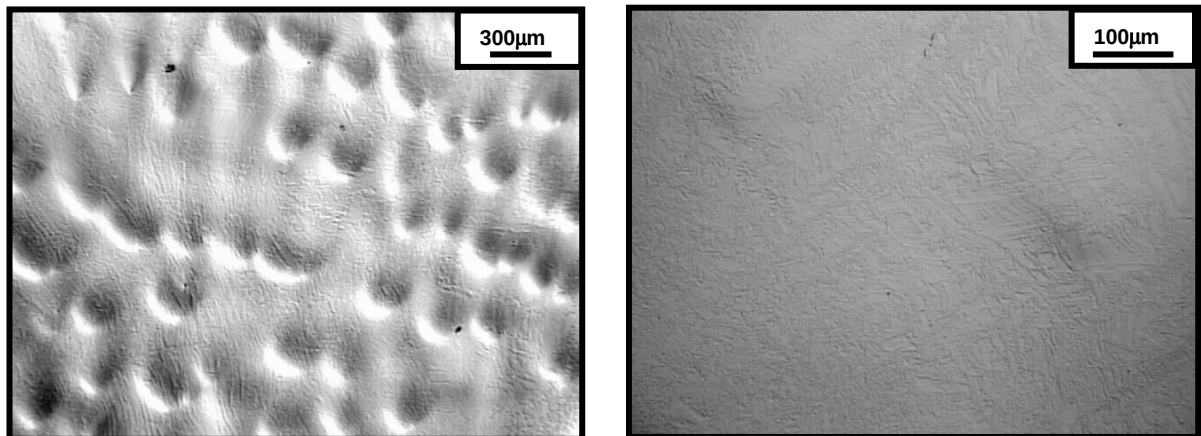


Figura 31. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta forjada após solubilização a 1100°C/96h.

5.4.4 Microestrutura da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta recristalizada

A Figura 32 apresenta as características microestruturais da liga nas diferentes condições de tratamento de recristalização.

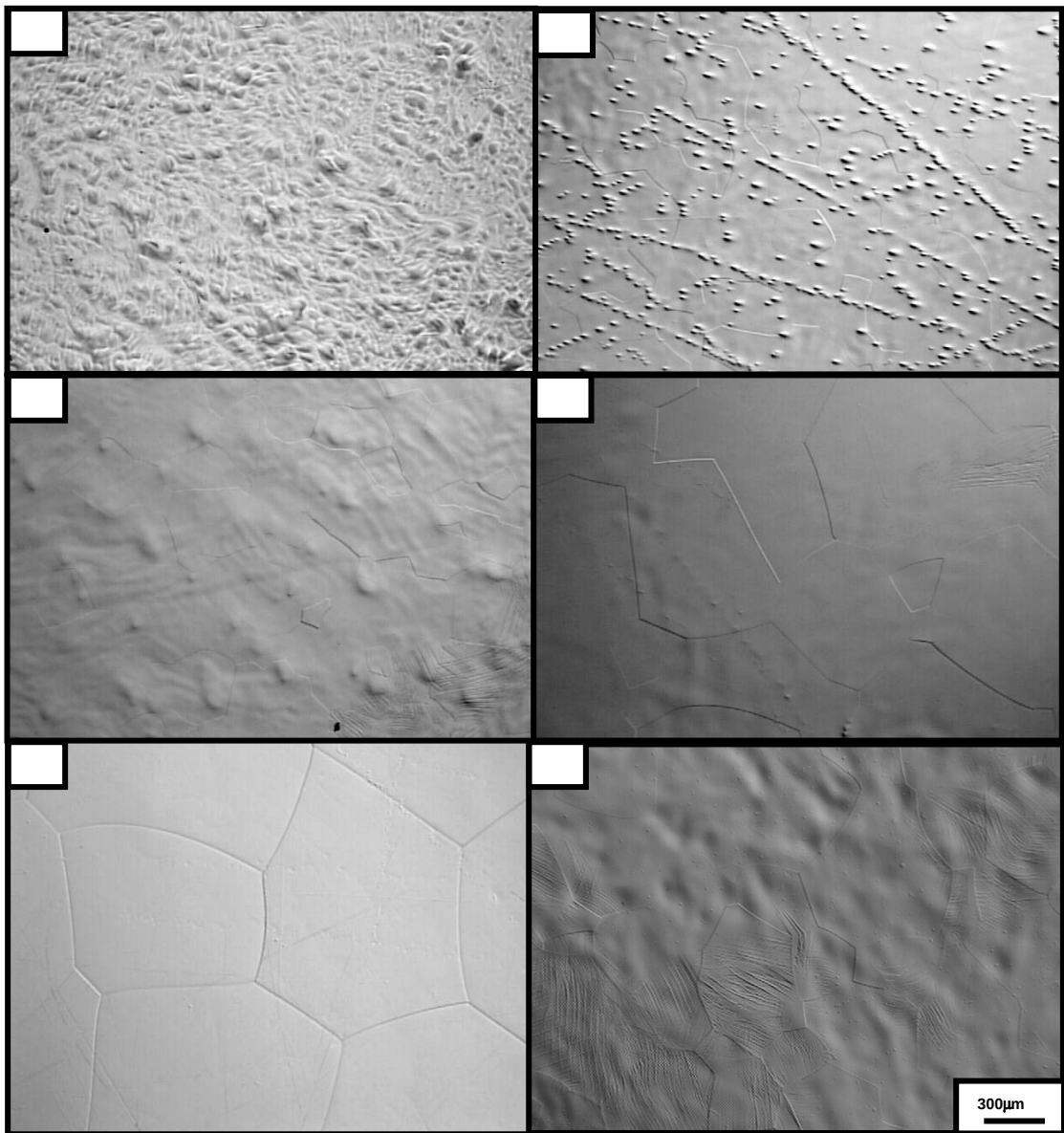


Figura 32. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta recristalizada WQ: **(a)** 1000°C/2h; **(b)** 1000°C/6h; **(c)** 1000°C/96h; **(d)** 1100°C/2h; **(e)** 1100°C/6h; **(f)** 1200°C/2h (homogeneizada 24h, solubilizada 2h).

Observando a Figura 32, percebe-se que para a temperatura de recristalização a 1000°C o aumento do tempo proporcionou uma completa recristalização para 96h, entretanto, ocorreu um aumento significativo no tamanho de grão, o mesmo acontecendo para a temperatura de 1100°C. Este é um fato que compromete a resistência mecânica. Para a temperatura de 1200°C observa-se que o tamanho de grão é semelhante àquele obtido para a temperatura de 1100°C/6h.

A Figura 33 apresenta uma microestrutura mais uniforme, devido a condição de resfriamento imposta ser mais lenta e possibilitar uma estrutura mais estável.

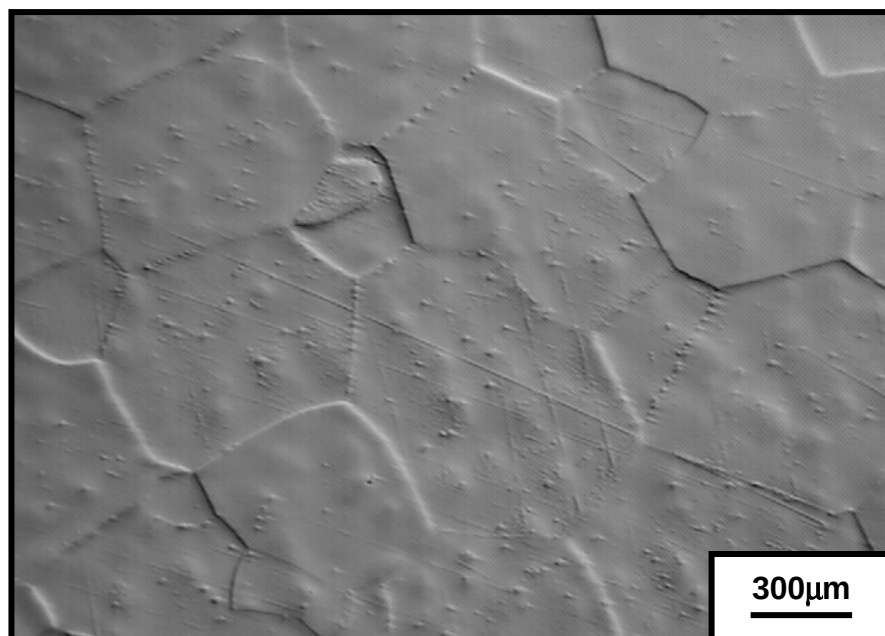


Figura 33. Micrografia óptica da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta recristalizada: a 1200°C/2h AC.

A Tabela 10 apresenta os valores médios de microdureza Vickers da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta nas condições solubilizada, forjada a frio e recristalizada. Nota-se que os valores de microdureza não variaram significativamente da condição solubilizada para recristalizada para todas as condições de tempo e temperatura. Sendo assim, os maiores valores de microdureza foram observados nos materiais deformados após o processo de forjamento rotativo.

Tabela 10 - Valores médios de microdureza Vickers da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta submetida a diferentes rotas de processamento termomecânico.

Condição Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr	Microdureza Vickers (HV)					
	1000°C			1100°C		
	2h	6h	96h	2h	6h	96h
Solubilizada	182 ± 5	181 ± 4	194 ± 3	177 ± 11	188 ± 5	187 ± 4
Forjada a frio	226 ± 12	231 ± 7	235 ± 10	228 ± 8	236 ± 12	237 ± 13
Recristalizada	186 ± 6	188 ± 3	187 ± 11	180 ± 7	185 ± 8	186 ± 9

Considerando-se os resultados microestruturais e de microdureza apresentados, foram selecionadas as condições de tratamento a 1000°C/2h WQ, 1000°C/6h WQ, 1100°C/2h WQ, 1100°C/6h WQ e 1200°C/2h AC para avaliação das propriedades mecânicas.

5.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS X DA LIGA Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta

Os resultados de difração de raios X para a liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta são apresentados são mostrados na Figura 34. As condições avaliadas foram: homogenizada 1200°C/24h AC, homogeneizada e solubilizada 1200°C/2h WQ, e homogeneizada, solubilizada e recristalizada a 1200°C/1h AC.

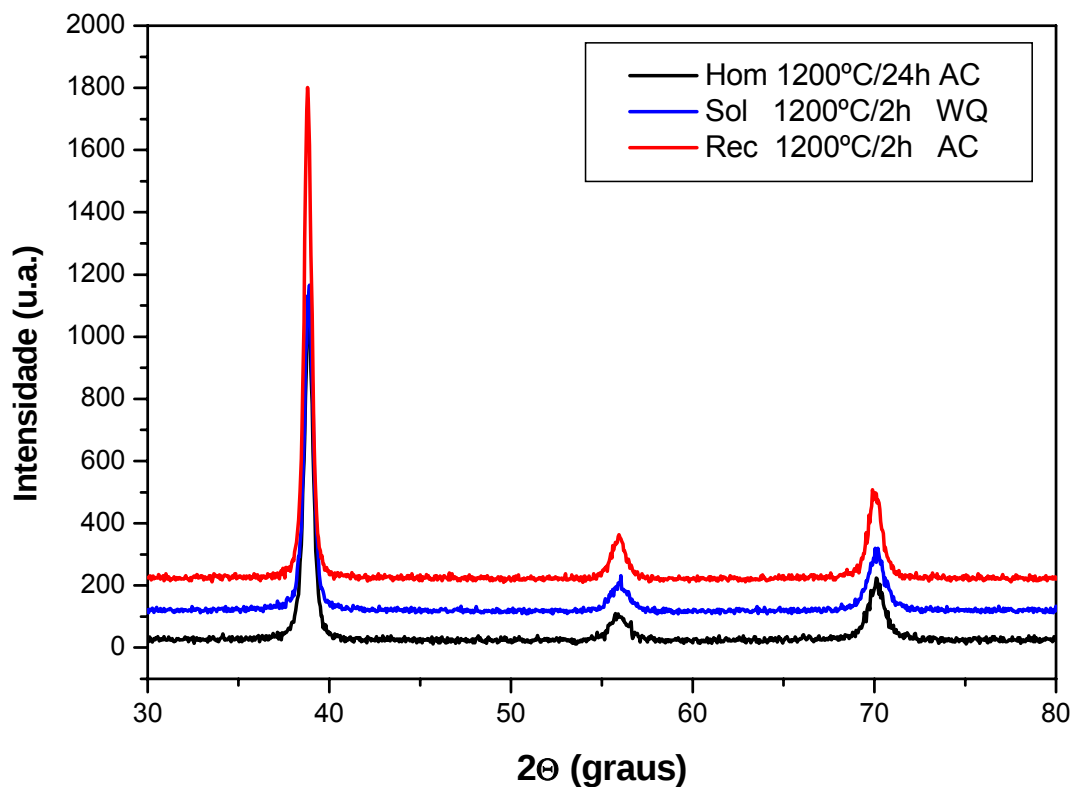


Figura 34. Difratoograma de raios X da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogenizada 1200°C/24h AC, solubilizada 1200°C/2h WQ e recristalizada a 1200°C/1h AC.

Considerando que os resultados são característicos apenas de picos da fase β , assim como para a liga Ti-41,1Nb-7,1Zr, não se pode afirmar a ausência que outras fases de pelos motivos apresentados anteriormente. Então, optou-se por não realizar maiores investigações para as demais condições desta liga.

5.6 PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta

A Figura 35 ilustra o comportamento mecânico, por meio de ensaio de tração, da liga após as diferentes condições selecionadas de tratamento de recristalização

(1000°C/2h WQ, 1000°C/6h WQ, 1000°C/96h WQ, 1100°C/2h WQ, 1100°C/6h WQ e 1200°C/2h AC). As curvas tensão deformação de todos os ensaios são apresentados no Anexo 1.

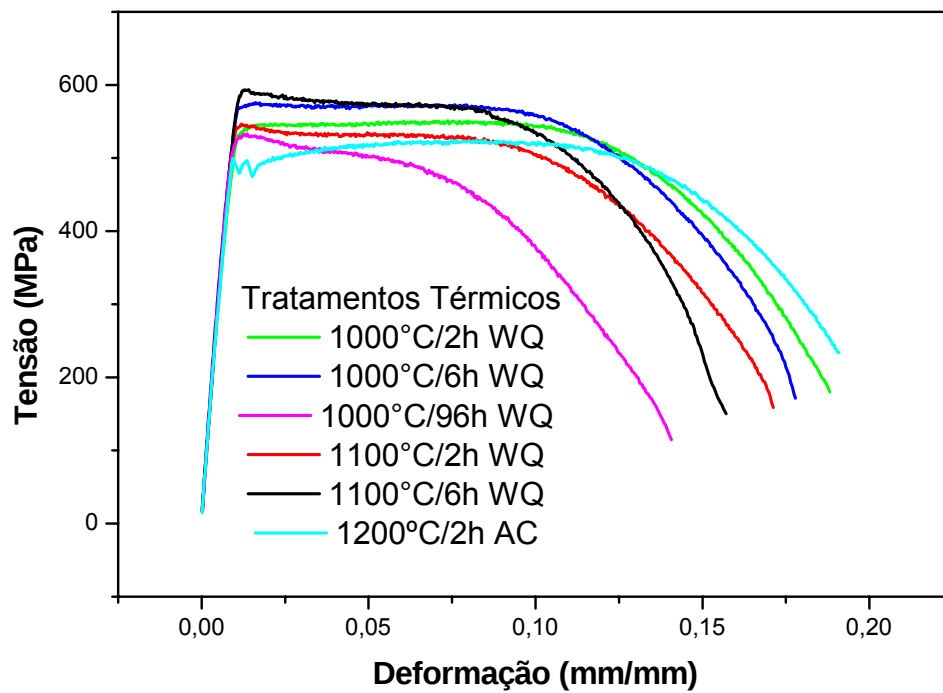


Figura 35. Curvas tensão versus deformação representativas das propriedades mecânicas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta submetida a diferentes rotas de processamento termomecânico.

Nota-se que, independente das condições de tratamento térmico, todas as curvas têm o mesmo aspecto, ou seja, apresentam um comportamento mecânico típico de um material elástico perfeitamente plástico e uma região de instabilidade com uma queda de tensão bem suave até a ocorrência da fratura, com exceção da condição 1200°C/2h AC. Para essa condição ocorre ligeiro encruamento com a deformação e a ocorrência nítida de patamar de escoamento.

As propriedades mecânicas obtidas a partir das curvas tensão versus deformação são mostradas na Tabela 11. Para as condições em que não foram observados o fenômeno do encruamento, o limite de resistência das ligas foi assumido como sendo o limite de escoamento 0,2%. Para a condição 1200°C/2h AC o limite de escoamento foi definido tomando-se o seu valor inferior.

Tabela 11 – Valores médios das propriedades mecânicas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta submetida a diferentes rotas de processamento termomecânico.

Propriedades Mecânicas	Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta		
	Solubilizada a 1000°C/2h WQ	Solubilizada a 1000°C/6h WQ	Solubilizada a 1000°C/96h WQ
	Rec. 1000°C/2h WQ	Rec. 1000°C/6h WQ	Rec. 1000°C/96h WQ
Limite de resistência (MPa)	550 ± 6	570 ± 8	528 ± 3
Limite de escoamento 0,2% (MPa)	550 ± 6	570 ± 8	528 ± 3
Módulo de elasticidade (GPa)	61 ± 1	64 ± 1	61 ± 4
Redução em área (%)	57 ± 4	50 ± 3	25 ± 2
Alongamento (%)	18 ± 2	17 ± 1	14 ± 1
Propriedades Mecânicas	Solubilizada a 1100°C/2h WQ	Solubilizada a 1100°C/6h WQ	Homogeneizada a 1200°C/24h AC Solubilizada a 1200°C/2h WQ
	Rec. 1100°C/2h WQ	Rec. 1100°C/6h WQ	Rec. 1200°C/2h AC
Limite de resistência (MPa)	540 ± 6	582 ± 4	522 ± 2
Limite de escoamento 0,2% (MPa)	540 ± 6	582 ± 4	479 ± 3
Módulo de elasticidade (GPa)	60 ± 1	61 ± 1	58 ± 1
Redução em área (%)	62 ± 2	27 ± 1	50 ± 1
Alongamento (%)	17 ± 3	15 ± 1	20 ± 1

De modo geral, as ligas apresentam características interessantes para aplicação como biomaterial devido à excelente ductilidade e baixo módulo de elasticidade (58 a 64 GPa). A máxima resistência foi de 582 MPa e menor ductilidade, em termos do alongamento foi de 20%.

Observa-se, ainda, na Figura 35, que o tempo de tratamento térmico de 6h, para as temperaturas escolhidas, 1000 e 1100°C, foi um parâmetro efetivo no aumento de resistência dessa liga.

6 CONCLUSÕES

O presente trabalho investigou as propriedades microestruturais e mecânicas das ligas Ti-41,1Nb-7,1Zr e Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta (%em peso), as quais foram produzidas em forno a arco e submetidas a uma seqüência de processamento termomecânico. Analisando os resultados, pode-se concluir:

1 - A rota de processamento da liga Ti-41,1Nb-7,1Zr que reuniu os melhores resultados é composta de tratamento de solubilização dos lingotes a 1000°C/2h com resfriamento em água, resultando em uma matriz dendrítica contendo precipitados que possivelmente sejam do tipo ω . Em seguida, forjamento rotativo a frio e tratamento térmico de recristalização, a 1100°C/2h AC, permitiram a obtenção de uma microestrutura composta, possivelmente, apenas pela fase β . As principais propriedades mecânicas obtidas foram: resistência mecânica de 680 MPa, módulo de elasticidade de 61 GPa, ductilidade de 15%, e microdureza de 167 HV.

2 – Para a liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta, a rota de processamento compreendendo solubilização e recristalização a 1100°C/6h WQ, apresentou as melhores características mecânicas, tais como, resistência mecânica de 582 MPa, módulo de elasticidade de 61 GPa, ductilidade de 15%, e microdureza de 185 HV. Não foi observada a presença de precipitados na microestrutura da liga e acredita-se que a mesma seja composta das fases β e ω . Este comportamento global pode ser explicado pela eficiência na recristalização da liga quando submetida a esse tratamento termomecânico.

3 – As propriedades mecânicas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta podem ser consideradas próximas às aquelas apresentadas na literatura (Niinomi, 1998), as quais

são: limite de resistência de 597 MPa, limite de escoamento de 547 MPa, módulo de elasticidade de 55 GPa e ductilidade de 13%.

4 – Comparando as duas ligas produzidas, a partir das curvas de tensão/deformação, verificou-se que ambas apresentam um comportamento típico de um material elástico perfeitamente plástico, sendo que a liga que não contém Ta apresentou maior valor de resistência sem comprometer o alongamento.

5 – Quanto aos valores dos módulos de elasticidade, ambas as ligas apresentaram 61 GPa, estes são considerados altos comparados a 55 GPa, apresentado na literatura (Niinomi, 1998), mas encontram-se dentro dos valores, incluindo-se as demais características mecânicas, considerados satisfatórios para aplicação como biomaterial.

6 – Baseando-se nessas considerações, conclui-se que o objetivo deste trabalho foi atingido, visto que a liga Ti-41,1Nb-7,1Zr apresentou propriedades mecânicas superiores à liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta e mesmo módulo de elasticidade.

REFERÊNCIAS

ABDEL-HADY M.; HINOSHITA K.; FUWA H. Change in anisotropy of mechanical properties with β -phase stability in high Zr-containing Ti-based alloys. *Materials Science and Engineering A*, In Press, Corrected Proof, 2007.

ANKEM, S.; GREENE, C.A. Recent developments in microstructures/property relationships of beta titanium alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 263, p. 127-131, 1999.

BANIA, P. J. Beta Titanium alloys and their role in the Titanium Industry. *Journal of Metals*, v. 46, n. 7, p. 16-19, 1994.

BANERJEE, R.; NAG, S.; FRASER, H. L. A novel combinatorial approach to the development of beta titanium alloys for orthopaedic implants. *Materials Science and Engineering C*, v. 25, p. 282-289, 2005.

BERG, G. J. VAN DEN. The effect of the non-linear stress-strain behavior of stainless steel on member capacity. *Journal of Constructional Steel Research*, v. 54, p. 135-160, 2000.

BLACK, J. *Biological performance of materials fundamentals of biocompatibility*. New York: Marcek Dekker, 1992.

BOSCHI, A. O. *O que é necessário para que um material possa ser considerado biomaterial*. In: 50º Congresso Anual da Associação Brasileira de Materiais, Agosto 1-4, São Pedro, São Paulo: Anais ASM, v. 6, p. 62-76, 2006.

BORRADAILE, J. B.; JEAL, R. H. Mechanical properties of titanium alloys In: *INTERNATIONAL CONFERENCE ON TITANIUM*, , May 19-22, Warrendale: Titanium'80 Science and Technology, v. 4, p. 141-149, 1980.

BRESCIANI, E. F.; GOMES, M. R. *Seleção de metais não ferrosos*. Campinas: UNICAMP, 1992.

CALLISTER Jr., W. D. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução*. 5 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002. p. 94-95, 121, 237.

DAVIDSON, J. A.,;MISHRA, A. K.; KOVASC, P.; POGGIE, R. A. New surface-hardened low-modulus, corrosion-resistant Ti-13Nb-13Zr alloy for total hip arthroplasty. *Bio-Medical Materials and Engineering*, v. 4, p. 231-243, 1994.

- DESTEFANI, J. D. *Introduction to Titanium and Titanium alloys*. ASM Handbook, nº 7, 10th ed., 1995, v.7, p. 586-591,.
- DIETER, G. E. *Metalurgia Mecânica*. 2^a ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1981. p. 75, 319, 591 e 592.
- EYLON, D.; NEWMAN, L. R.; THORNE, J. K. *Titanium and Titanium alloy castings*. In: ASM Handbook. Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials, v. 2, p. 634-646, 1993.
- EISENBARTH, E.; VELTEN, D.; MÜLLER, M.; THULL, R.; BREME, J. Biocompatibility of β -stabilizing elements of titanium alloys. *Biomaterials*, v.25, p. 5705-5713, 2004.
- GEETHA, M.; MUDALKI, K. U.; GOGIA, A. K.; ASOKAMANI, R.; RAJ, B. Influence of microstructure and alloying elements on corrosion behavior of Ti-13Nb-13Zr alloy. *Corrosion Science*, v. 46, p. 877-892, 2004.
- GILBERT, R.; SHANNON, R.; ALLVAC, T. *Heat treating of Titanium and Titanium alloys*. In: ASM Handbook. Materials Park: ASM International, 1995, v.4, p. 913-923.
- HAO, Y. L.; NIINOMI, M.; KURODA, D.; FUKUNAGA, K.; ZHUO, Y. L.; YANG, R.; SUZUKI, A. Aging response of the Young's Modulus and mechanical properties of Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr for biomedical applications. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 34 A, p. 1007-1012, 2003.
- HENCH, L. L. *Introduction to biomaterials*. Anales de Quimica, v. 93, p. S3-S5, 1997.
- HENRIQUES, V. A. R. *Obtenção da liga Ti-6Al-7Nb por metalurgia do pó*. Tese de Doutorado, Lorena: Faculdade de Engenharia Química de Lorena, 2001.
- KAWAHARA, H. Bioceramics for hard tissues replacements. *Clinical Materials*, p. 181-206, 1987.
- LI, S. J.; CUI, T. C.; HAO, Y. L.; YANG, R. Fatigue properties of a metastable β -type titanium alloy with reversible phase transformation. *Acta Biomaterialia*, In Press, Corrected Proof, 2007.
- LONG, H. J. R. M. Review titanium alloys in total joint replacement – a Material Science perspective. *Biomaterials*, v. 19, p. 1621-1639, 1998.

MATLAKHOVA, L. A.; MATLAKHOV, A. N.; MONTEIRO, S. N.; FEDOTOV, S. G.; GONCHARENKO, B. A. Properties and structural characteristics of Ti-Nb-Al alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 393, p. 320-326, 2005.

MARGOLIN, H.; WILLIAMS, J. C.; CHESNUTT, J. C.; LUETJERING, G. *A review of the fracture and fatigue behavior of Ti alloy*. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON TITANIUM, v. 4, May 19-22, Warrendale: Titanium' 80 Science and Technology, p. 169-216, 1980.

MARIOLANI, J. R. L.; BELANGERO, W. D.; ARRUDA, A. C. F. Triage methodology for the evaluation of implant-bone interfaces. *Biomaterials*, v. 15, nº 8, p. 615-620, 1994.

MELLO, G. M. R.; LIMA, C. R. P.; CHAVES, R. R.; CARAM Jr., R. *Desenvolvimento de ligas de Titânio do tipo β para aplicações em próteses totais de quadril*. In: Jornadas SAM/CONAMET/SIMPOSIO MATERIA, p. 198-201, 2003.

MOFFAT, D. L.; LARBALESTIER, D. C. The competition between martensite and omega in quenched Ti-Nb alloys. *Metallurgical Transactions A*, v. 19 A, p. 1677-1686, 1988.

MORANT, C.; LÓPEZ, M. F.; GUTIÉRREZ, A.; JIMÉNEZ, J. A. AFM and SEM characterization of non-toxic vanadium-free Ti alloys used as biomaterials. *Applied Surface Science*, v. 200, p. 79-87, 2003.

MURAKAMI, Y. Critical review phase transformation and heat treatment. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON TITANIUM, , May 19-22, Warrendale: Titanium'80 Science and Technology, v. 4, p. 153-167, 1980.

MURTHY, K. K.; SUNDARESAN, S. Phase transformation in a welded near- α titanium alloy as a function of weld cooling rate and post-weld heat treatment conditions. *Journal of Materials Science*, v. 33, p. 817-826, 1998.

NAG, S.; BANERJEE, R.; FRASER, H. L. A novel combinatorial approach for understanding microstructural evolution and its relationship to mechanical properties in metallic biomaterials. *Acta Biomaterialia*, v. 3, p. 369-376, 2007.

NIINOMI, M., Mechanical properties of biomedical titanium alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 243, p. 231-236, 1998.

NIINOMI, M. Recent research and development in Titanium alloys for biomedical applications and healthcare goods – a Review. *Science and Technology of Advanced Materials*, v. 4, p. 445-454, 2003.

OKAZAKI, Y. A new Ti-15Zr-4Nb-4Ta alloy for medical applications. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*. v. 5, 2001.

OHMORI, Y.; OGO, T.; NAKAI, K.; KOBAYASHI, S. Effects of ω -phase on β α α' transformations in metastable β Titanium alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 312, p. 182-188, 2001.

SAKAGUCHI, N.; NIINOMI, M.; AKAHORI, T.; TAKEDA, J.; TODA, H. Relationships between tensile deformation behavior and microstructure in Ti-Nb-Ta-Zr. *Materials Science and Engineering C*, v. 25, p. 363-369, 2005.

SAKAGUCHI, N.; NIINOMI, M.; AKAHORI, T.; TAKEDA, J.; TODA, H. Effect of Ta content on mechanical properties of Ti-30Nb-Xta-5Zr. *Materials Science and Engineering C*, v. 25, p. 370-376, 2005.

SASS, S. L. The ω phase in a Zr-25 at% Ti alloys. *Acta Metallurgica*, v. 17, p. 813-820, 1969.

SEAGLE, S. R.; YU, K. O.; GIANGIODANO, S. Considerations in processing Titanium. *Materials Science and Engineering A*, v. 263, p. 237-242, 1999.

SOARES G. A. *Biomateriais*. Fórum de Biotecnologia Biomateriais, 77p. 2005.

STEINEMANN, S. Corrosion of surgical implant – in vivo and in vitro test. In: WINTER, G., LERAY, J., GROOT, K. Eds. *Evaluation of Biomaterials*. N. Y.: John Wiley and Sons, p. 1, 1980.

SYKARAS, N.; IACOPINO, A. M.; MARKER, V. A.; TRIPLETT, R. G.; WOODY R. D. Implant materials , designs, and surface topographies: their effect on osseointegration. A literature review. *The International Journal of Oral and Maxilofacial Implants*, v. 15, p. 675-690, 2000.

TANG, X.; AHMED, T.; RACK, H. J. Phase transformation in Ti-Nb-Ta and Ti-Nb-Ta-Zr alloys. *Journal of Materials Science*, v. 35, p. 1805-1811, 2000.

VAN VLACK, L. H. *Princípios de Ciências dos Materiais*. 7ed., Editora Edgard Blücher LTDA, São Paulo, p. 300, 302, 1985.

WANG, K. The use of titanium for medical applications in the USA. *Materials Science and Engineering*, v. A213, p. 134-137, 1996.

YANG, G.; ZHANG, T. Phase transformation and mechanical properties of the $\text{Ti}_{50}\text{Zr}_{30}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_{10}$ alloy with low modulus and biocompatible. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 392, p. 291-294, 2005.

WEISS, I.; SEMIATIN, S. L. Thermomechanical processing of β Titanium alloys – an overview. *Materials Science and Engineering A*, v. 243, p. 46-65, 1998.

WILLIAMS, D. F. The science and applications of biomaterials. *Advances in Materials Technology Monitor*, v. 1, n. 2, p. 1-10, 1994.

ZAFFE, D.; BERTOLDI, C.; CONSOLO, U. Accumulation of aluminium in lamellar bone after implantation of titanium plates, Ti-6Al-4V screws, hydroxyapatite granules. *Biomaterials*, v. 25, p. 3837-3844, 2004.

ZHANG Y.; LIU H.; JIN Z. Thermodynamic assessment of the Nb-Ti system. *Calphad*, v. 25, p. 305-317, 2001.

ZHOU, Y. L.; NIINOMI, M.; AKAHORI, T. Effects of Ta content on Young's Modulus and tensile properties of binary Ti-Ta alloys for biomedical applications. *Materials Science and Engineering A*, v. 371, p. 283-290, 2004.

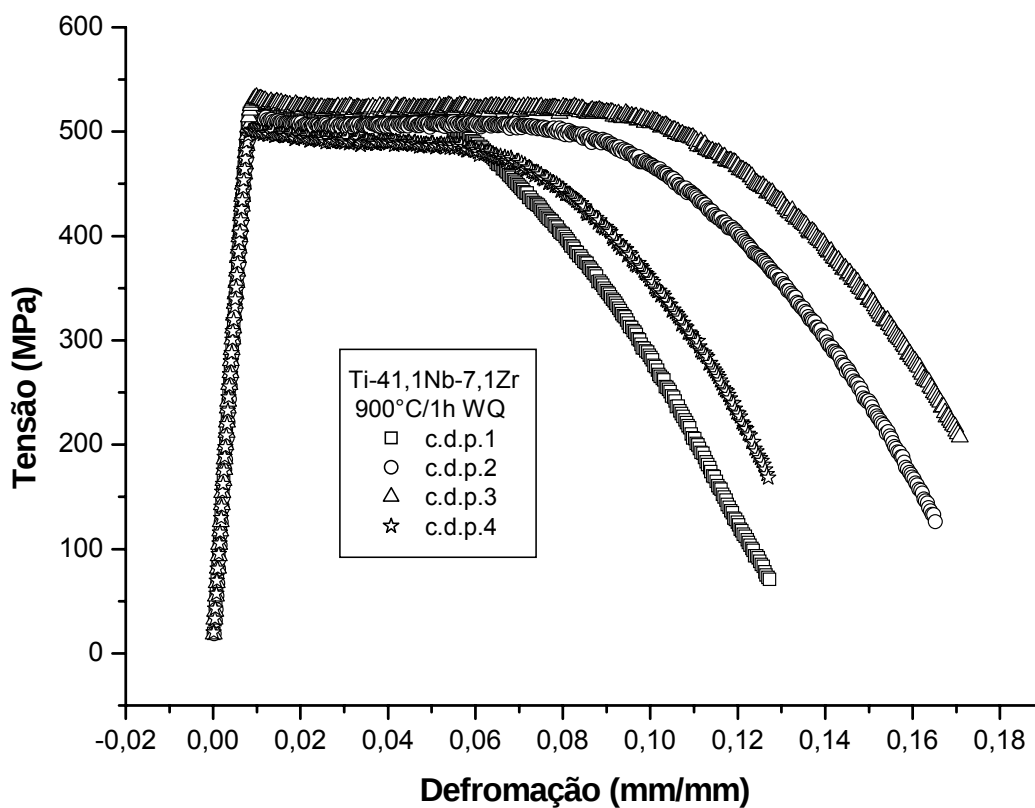


Figura 1. Curvas tensão x deformação para a liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C/1h resfriada em água (WQ); forjada e recristalizada 900°C/1h resfriada em água (WQ).

Tabela 1 – Valores médios das propriedades da liga Ti-41,1 Nb-7,1Zr forjada tratada: 900°C/1h seguida de resfriamento em água.

Propriedades Mecânicas	Forjada e tratada 900°C/1h (WQ)
Limite de resistência (MPa)	515 ± 7
Limite de escoamento (MPa)	515 ± 7
Módulo de elasticidade (GPa)	64 ± 1
Redução em área (%)	56 ± 6
Alongamento (%)	16 ± 2

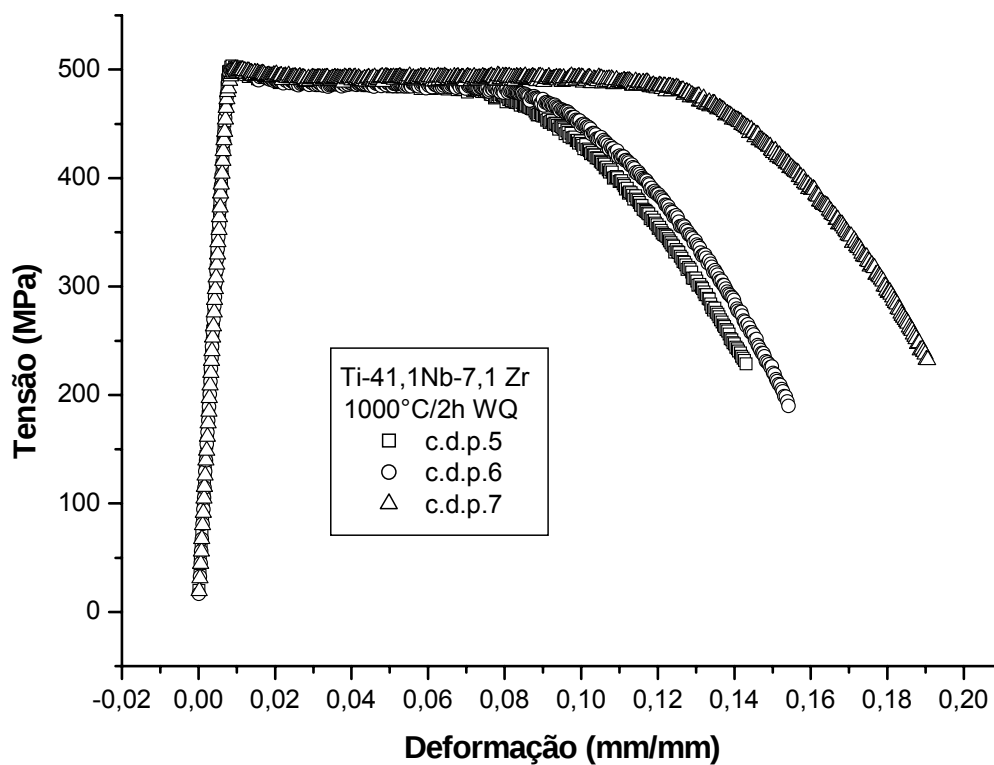


Figura 2. Curvas tensão x deformação para a liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C/1h resfriada em água (WQ); forjada e recristalizada 1000°C/2h resfriada em água (WQ).

Tabela 2 - Valores médios das propriedades da liga Ti-41,1 Nb-7,1Zr forjada tratada: 1000°C/2h seguida de resfriamento em água (WQ).

Propriedades Mecânicas	Forjada e tratada 1000°C/2h (WQ)
Limite de resistência (MPa)	490 ± 27
Limite de escoamento (MPa)	490 ± 27
Módulo de elasticidade (GPa)	65 ± 1
Redução em área (%)	83 ± 4
Alongamento (%)	16 ± 2

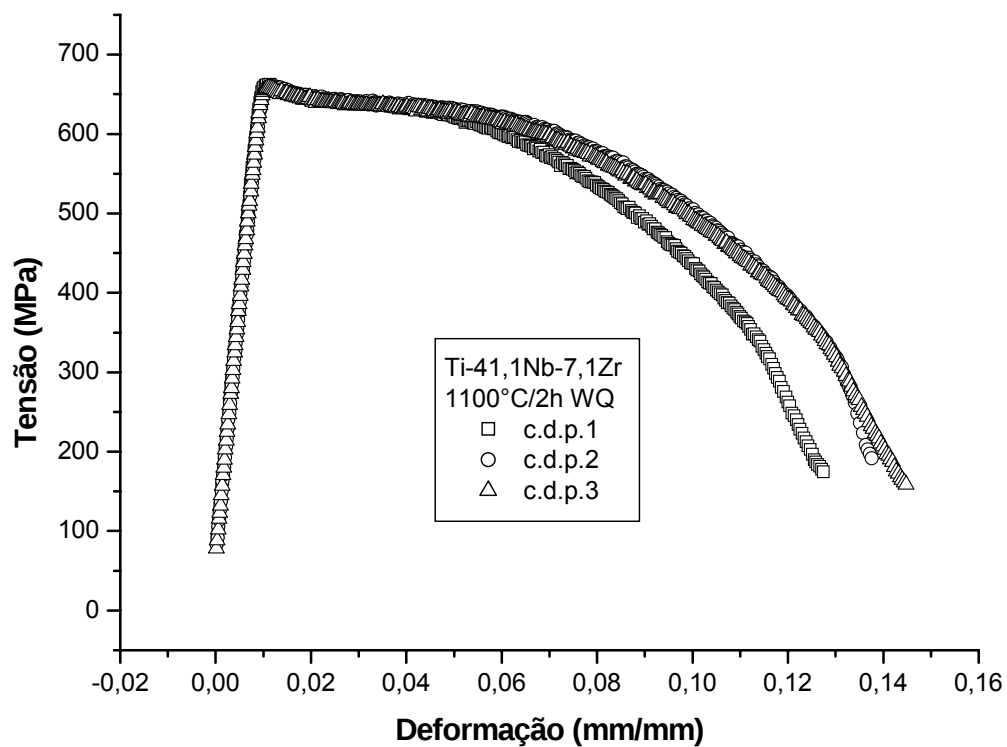


Figura 3. Curvas tensão x deformação para a liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C/1h resfriada em água (WQ); forjada e recristalizada 1100°C/2h resfriada em água (WQ).

Tabela 3 - Valores médios das propriedades da liga Ti-41,1 Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C/1h resfriada em água (WQ); forjada e recristalizada 1100°C/2h resfriada em água (WQ).

Propriedades Mecânicas	Forjada e tratada 1100°C/2h (WQ)
Limite de resistência (MPa)	600 ± 2
Limite de escoamento (MPa)	600 ± 2
Módulo de elasticidade (GPa)	63 ± 1
Redução em área (%)	75 ± 1
Alongamento (%)	13 ± 1

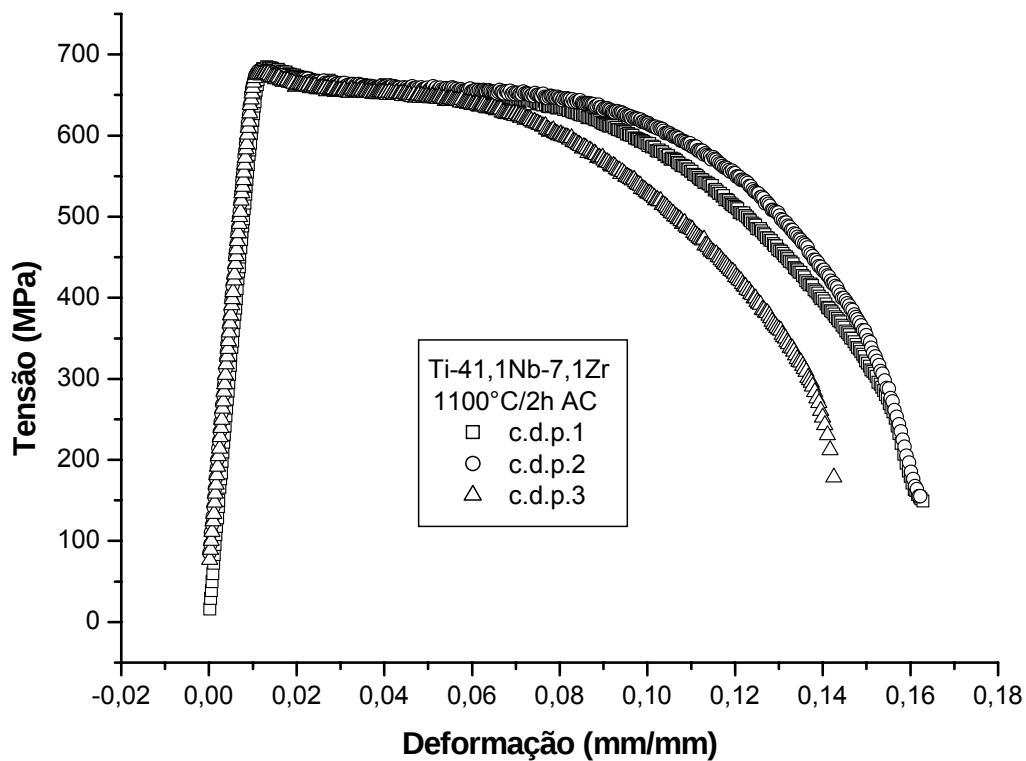


Figura 4. Curvas tensão x deformação para a liga Ti-41,1Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C/1h resfriada em água (WQ); forjada e recristalizada 1100°C/2h resfriada ao ar (AC).

Tabela 4 - Valores médios das propriedades da liga Ti-41,1 Nb-7,1Zr solubilizada a 1000°C/1h resfriada em água (WQ); forjada e recristalizada 1100°C/2h resfriada ao ar (AC)

Propriedades Mecânicas	Forjada e tratada 1100°C/2h (AC)
Limite de resistência (MPa)	680 ± 3
Limite de escoamento (MPa)	680 ± 3
Módulo de elasticidade (GPa)	61 ± 1
Redução em área (%)	70 ± 1
Alongamento (%)	15 ± 1

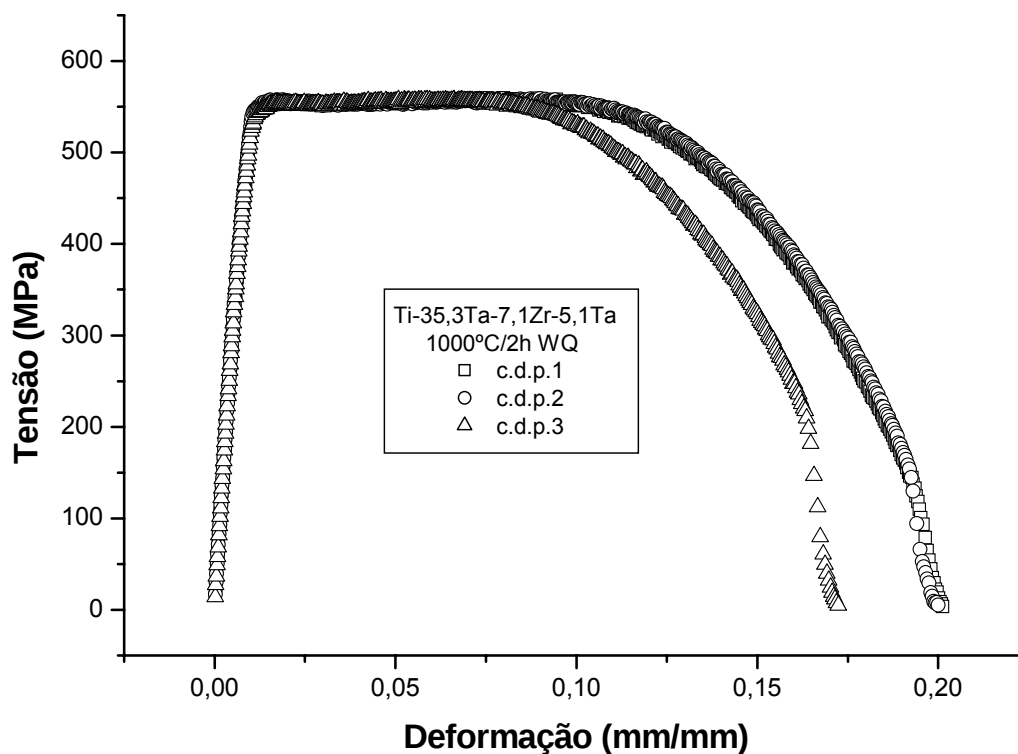


Figura 5. Curvas tensão x deformação para a liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta; solubilizada 1000°C/2h resfriada em água (WQ), forjada e recristalizada 1000°C/2h resfriada em água (WQ).

Tabela 5 - Valores médios das propriedades da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta solubilizada 1000°C/2h resfriada em água (WQ), forjada e recristalizada 1000°C/2h resfriada em água (WQ).

Propriedades Mecânicas	Solubilizada, forjada e recristalizada 1000°C/2h (WQ)
Limite de resistência (MPa)	550 ± 6
Limite de escoamento (MPa)	550 ± 6
Módulo de elasticidade (GPa)	61 ± 1
Redução em área (%)	57 ± 4
Alongamento (%)	18 ± 2

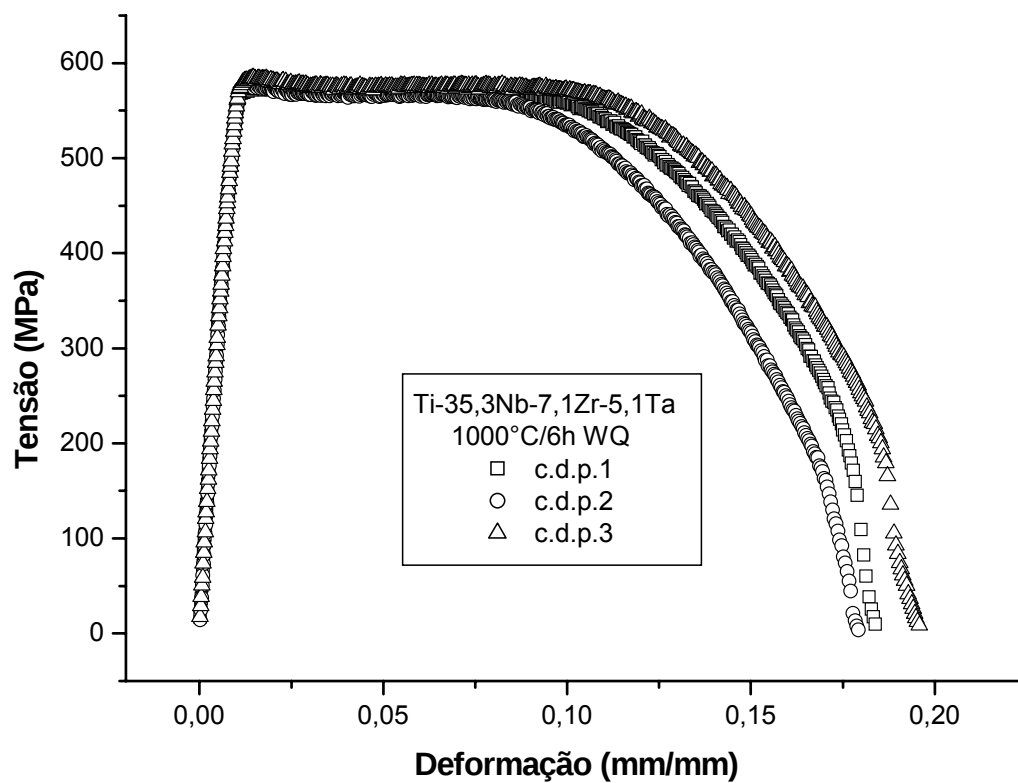


Figura 6. Curvas tensão x deformação para a liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta; solubilizada 1000°C/6h resfriada em água (WQ), forjada e recristalizada 1000°C/6h resfriada em água (WQ).

Tabela 6 - Valores médios das propriedades da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta solubilizada 1000°C/6h resfriada em água (WQ), forjada e recristalizada 1000°C/6h resfriada em água (WQ).

Propriedades Mecânicas	Solubilizada, forjada e recristalizada 1000°C/6h (WQ)
Limite de resistência (MPa)	570 ± 8
Limite de escoamento (MPa)	570 ± 8
Módulo de elasticidade (GPa)	64 ± 1
Redução em área (%)	50 ± 3
Alongamento (%)	17 ± 1

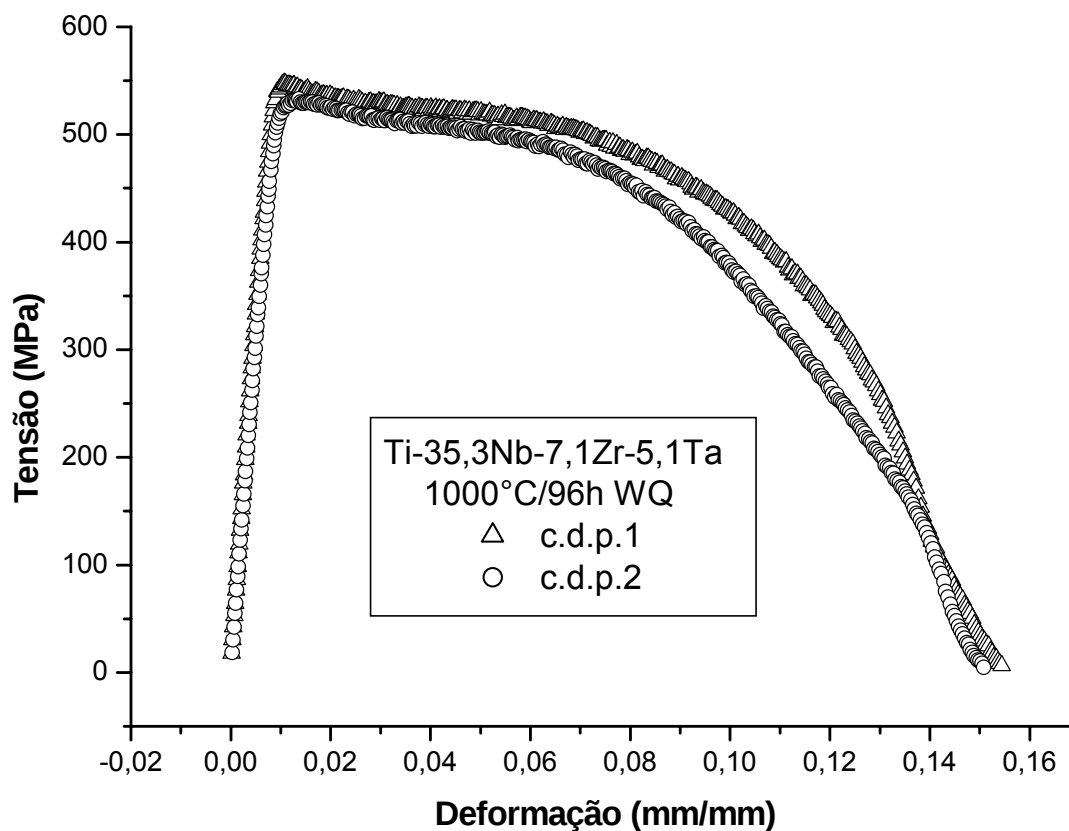


Figura 7 Curvas tensão x deformação para a liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta; solubilizada 1000°C/96h resfriada em água (WQ), forjada e recristalizada 1000°C/96h resfriada em água (WQ).

Tabela 7 - Valores médios das propriedades da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta; solubilizada 1000°C/96h resfriada em água (WQ), forjada e recristalizada 1000°C/96h resfriada em água (WQ).

Propriedades Mecânicas	Solubilizada, forjada e recristalizada 1000°C/96h (WQ)
Limite de resistência (MPa)	528 ± 3
Limite de escoamento (MPa)	528 ± 3
Módulo de elasticidade (GPa)	61 ± 4
Redução em área (%)	25 ± 2
Alongamento (%)	14 ± 1

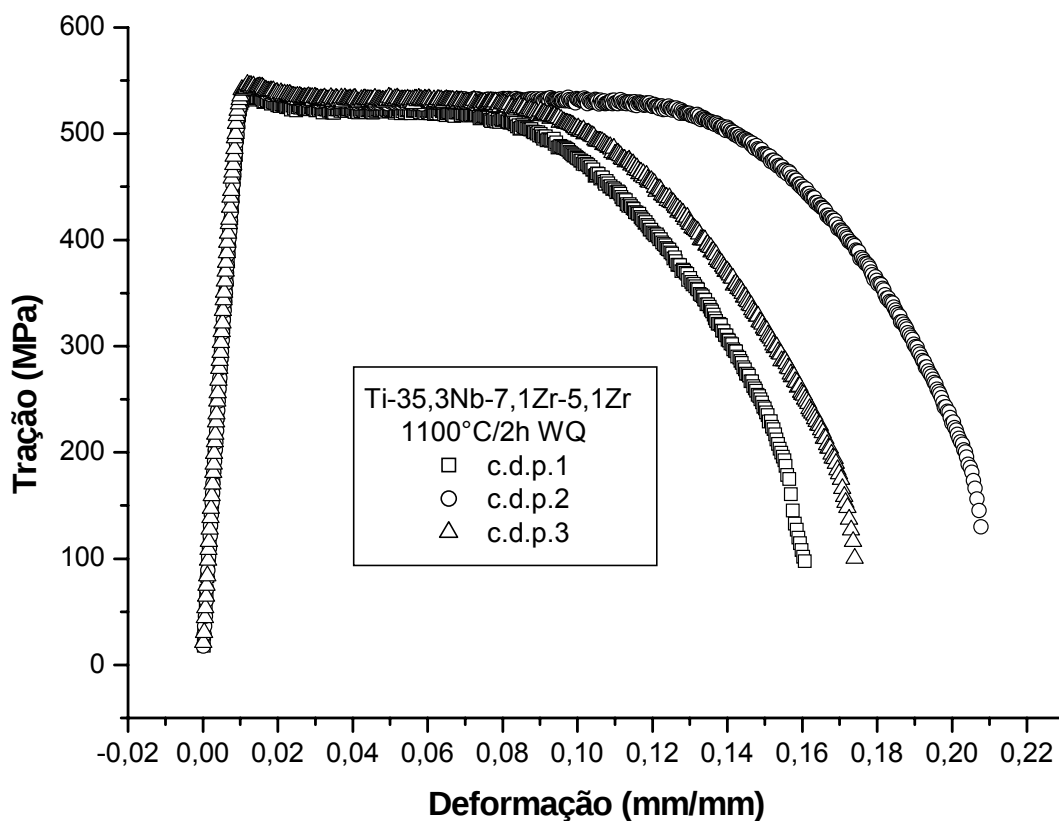


Figura 8. Curvas tensão x deformação para a liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta; solubilizada 1100°C/2h resfriada em água (WQ), forjada e recristalizada 1100°C/2h resfriada em água (WQ).

Tabela 8 - Valores médios das propriedades da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta; solubilizada 1100°C/2h resfriada em água (WQ), forjada e recristalizada 1100°C/2h resfriada em água (WQ).

Propriedades Mecânicas	Solubilizada, forjada e recristalizada 1100°C/2h (WQ)
Limite de resistência (MPa)	540 ± 6
Limite de escoamento (MPa)	540 ± 6
Módulo de elasticidade (GPa)	60 ± 1
Redução em área (%)	62 ± 2
Alongamento (%)	17 ± 3

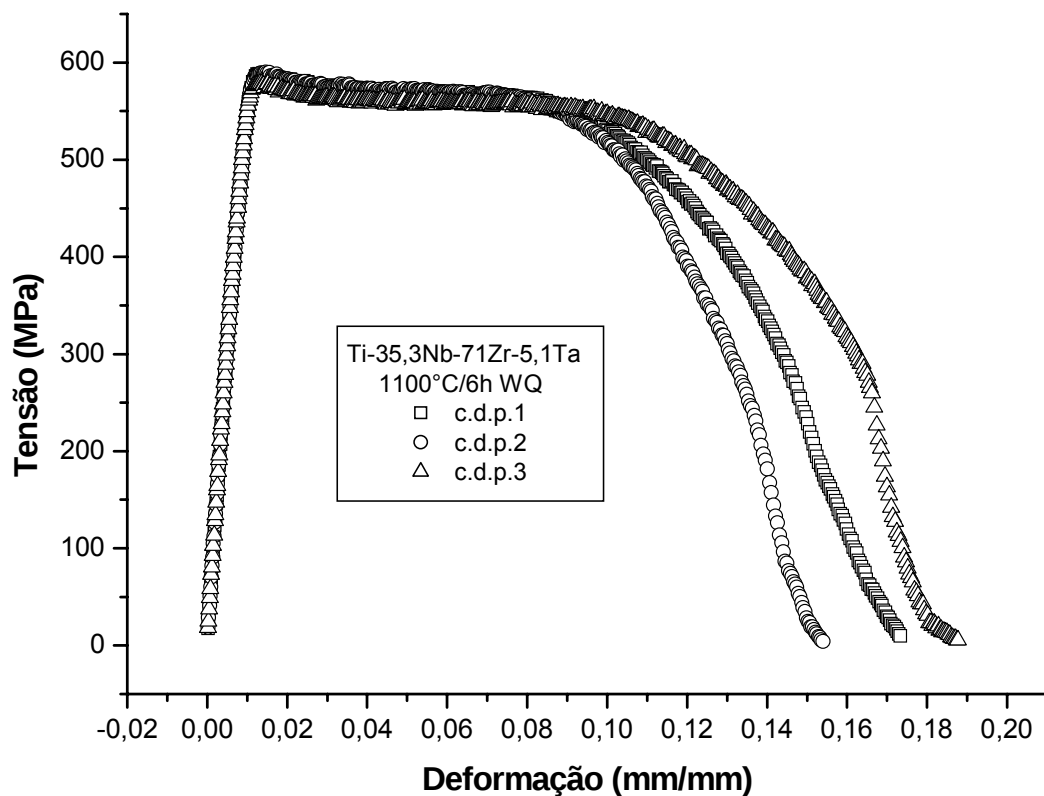


Figura 9 Curvas tensão x deformação para a liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta; solubilizada 1100°C/6h resfriada em água (WQ), forjada e recristalizada 1100°C/6h resfriada em água (WQ).

Tabela 9 - Valores médios das propriedades da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta; solubilizada 1100°C/6h resfriada em água (WQ), forjada e recristalizada 1100°C/6h resfriada em água (WQ).

Propriedades Mecânicas	Solubilizada, forjada e recristalizada 1100°C/6h (WQ)
Limite de resistência (MPa)	528 ± 4
Limite de escoamento (MPa)	528 ± 4
Módulo de elasticidade (GPa)	61 ± 1
Redução em área (%)	27 ± 1
Alongamento (%)	15 ± 1

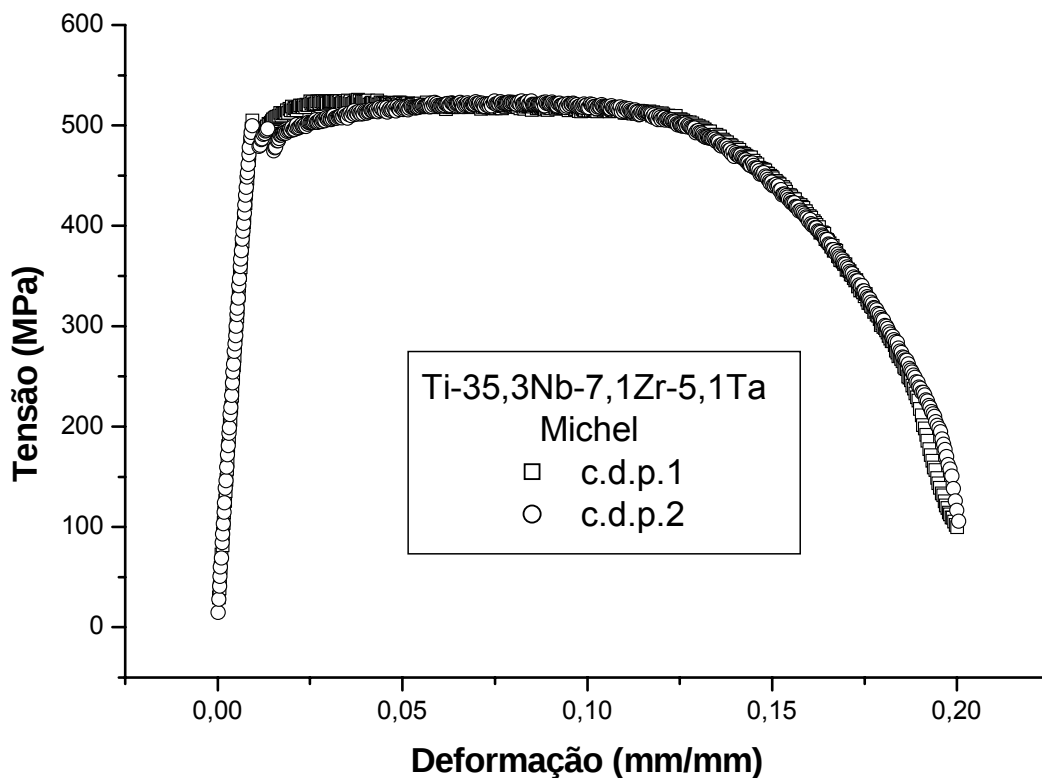


Figura 10. Curvas tensão x deformação para a liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada 1200°C/24h resfriada ao ar (AC), solubilizada 1200°C/2h resfriada em água (WQ), forjada e recristalizada 1200°C/2h resfriada ao ar (AC).

Tabela 10- Propriedades da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta homogeneizada 1200°C/24h resfriada ao ar (AC), solubilizada 1200°C/2h resfriada em água (WQ), forjada e recristalizada 1200°C/2h resfriada ao ar (AC).

Propriedades Mecânicas	Homogeneizada, solubilizada, forjada e recristalizada 1200°C/2h (AC)
Limite de resistência (MPa)	±
Limite de escoamento (MPa)	±
Módulo de elasticidade (GPa)	±
Redução em área (%)	±
Alongamento (%)	±