

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA Ti-35Nb-7,5Ta DEFORMADA POR LAMINAÇÃO A FRIO

Maria Letícia Calil Giudice, mlejudice@fem.unicamp.br¹
Alexandra de Oliveira França Hayama, alexandrah@fem.unicamp.br¹
Sérgio Tonini Button, sergio1@fem.unicamp.br¹
Rubens Caram, rcaram@fem.unicamp.br¹

¹Departamento de Engenharia de Materiais, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Caixa Postal 6122, 13083-970, Campinas – SP

Resumo: O presente trabalho apresenta os principais resultados da caracterização microestrutural da liga Ti-35Nb-7,5Ta (% em peso) deformada por laminação a frio. As ligas de titânio do tipo β , que é o caso da liga estudada neste trabalho, são formadas por elementos biocompatíveis como o Nb e o Ta, e assim, podem ser utilizadas como materiais para a confecção de implantes ortopédicos. As amostras analisadas neste trabalho foram obtidas a partir de lingotes cilíndricos de 80g e 100g, fundidos em forno de fusão a arco voltaico, homogeneizados a 1000°C durante 8 horas e resfriados rapidamente em água. Após esse procedimento a microestrutura resultante é formada pelas fases β e martensita ortorrômbica (β'). Em seguida as amostras foram deformadas por laminação a frio em múltiplos passes até a redução máxima de 84%. A caracterização microestrutural foi realizada utilizando microscopia óptica (MO), difração de raios-X, medidas de microdureza Vickers e medidas de emissão acústica para o levantamento do módulo de elasticidade. Os resultados mostram que há a ocorrência de orientação da fase martensítica em relação ao sentido de laminação durante a deformação plástica para as amostras deformadas até 31% e que também ocorre uma variação do módulo de elasticidade com o aumento da deformação.

Palavras-chave: Metalurgia física, módulo de elasticidade, liga de titânio

1. INTRODUÇÃO

Os implantes metálicos constituem alternativa interessante para restaurar estruturas ósseas danificadas. Para produzir tais implantes, diversos tipos de materiais podem ser empregados, sendo o aço inoxidável a primeira liga metálica a ser utilizada, que mais tarde, perdeu espaço para a liga Co-Cr devido a sua resistência à corrosão e propriedades mecânicas.

A partir da década de 1940, foi introduzido o titânio comercialmente puro como material para implante cirúrgico e a partir da década de 1960, a liga Ti-6Al-4V substituiu-o em várias aplicações biomédicas, por apresentar propriedades superiores, tais como elevada resistência mecânica e resistência à corrosão. Além disso, também apresenta menor módulo de elasticidade quando comparada com outras ligas utilizadas em implantes ortopédicos, como o aço inoxidável e a liga Co-Cr-Mo, que possuem módulo de elasticidade próximo a 200 GPa e valores superiores a 250 GPa, respectivamente, o que é incompatível com a aplicação ortopédica como será analisado a seguir.

No caso de materiais metálicos a serem empregados em implantes ortopédicos constata-se que algumas ligas de titânio podem atender satisfatoriamente aos requisitos, como ocorre na restauração das funções da articulação coxo-femoral pela cirurgia de reconstrução total de quadril. Neste caso, a prótese é constituída por três partes: uma peça que é presa ao quadril, confeccionada em material polimérico, uma haste metálica que é inserida no fêmur e uma esfera fabricada em material metálico ou cerâmico, que atua fixada na haste metálica.

Quando são utilizados materiais com módulos de elasticidade superiores ao do osso para a confecção de implantes, ocorre transferência insuficiente da tensão para o osso, o que pode causar a degradação óssea e conseqüentemente, a osteoporose (Tarr, 1983), que em situações extremas, pode levar à fratura do fêmur.

As características das ligas de titânio do tipo β fazem dessas ligas materiais promissores na confecção de implantes metálicos. Essas ligas são compostas por materiais biocompatíveis, como o nióbio, o tântalo e o zircônio, e apresentam módulo de elasticidade menor quando comparadas com o das ligas $\alpha + \beta$, podendo variar de 55 a 85 MPa, para algumas ligas de titânio do tipo β (Niinomi, 1998). Além disso, apresentam comportamento adequado com relação à resistência à corrosão, sendo esta uma característica muito importante, pois, em geral, os fluidos corporais têm pH ácido em torno de 7,4 e também contêm uma variedade de ácidos orgânicos e outros componentes, compondo um meio em que o titânio é

totalmente imune. Uma desvantagem das ligas de titânio é que elas apresentam custo maior quando comparadas com as demais ligas utilizadas na confecção de implantes.

Este trabalho apresenta os resultados da caracterização microestrutural da liga Ti-35Nb-7,5Ta (% em peso) deformada por laminação a frio com o objetivo de avaliar suas propriedades mecânicas tendo em vista os requisitos de seu uso em implantes ortopédicos.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O material de partida foi obtido a partir de lingotes cilíndricos contendo 80 e 100 g da liga Ti-35Nb-7,5Ta (% em peso). Esses lingotes foram fundidos em forno a arco-voltáico, em seguida encapsulados em tubos de quartzo sob vácuo e solubilizados a 1000°C por 8 h e resfriados rapidamente em água. Após esse processo, as amostras foram deformadas por laminação a frio em seis passes, sem recozimento intermediário, as reduções obtidas em cada passe foram iguais a 14, 31, 52, 63, 74 e 84% em relação a amostra inicial. A cada passe de laminação, uma amostra foi removida para a caracterização microestrutural. As amostras foram cortadas paralelamente ao sentido de laminação. O processo de polimento foi realizado em duas etapas. Na primeira etapa foi utilizado pano de polimento DP-MOL (Struers) com suspensão de diamante 9 μm e 6 μm (Arotec). O segundo polimento foi realizado com o pano de polimento DP-Plus (Struers) e sílica coloidal (OP-S, Struers). A microestrutura foi revelada pelo ataque químico com solução formada por 85% de H_2O , 10% de HF e 5% de HNO_3 . O tempo de ataque variou de 15 a 30 segundos.

A caracterização das amostras foi realizada por difração de raios-X (DRX), microdureza Vickers (HV), microscopia óptica (MO) e técnicas de emissão acústica. As medidas de DRX foram realizadas utilizando radiação Cu K α em um difratômetro de raios-X PANalytical X'Pert PRO. Os ensaios de microdureza foram realizados em amostras nas condições inicial e deformada e para tanto, foi utilizada uma carga de 100 gf e dez medidas foram feitas na seção transversal de cada amostra polida, sendo uma amostra para cada deformação. A microestrutura das amostras nas condições inicial e deformada foi observada em um microscópio óptico Olympus BX60M com câmera digital para aquisição de imagem (Evolution LC Color), acoplado a um programa de análise de imagens (Materials-Pro). Para cada condição de deformação foram analisadas no mínimo seis imagens. O módulo de elasticidade foi obtido por emissão acústica, sendo realizadas três medidas em cada amostra usando um equipamento Panametrics-NDT 5072 PR com transdutores de 5 MHz. Um acoplante foi introduzido entre o transdutor e a amostra.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Caracterização do material na condição inicial

A condição inicial corresponde às amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta que foram homogeneizadas a 1000°C por 8 horas e resfriadas rapidamente em água e, portanto, correspondem às amostras solubilizadas.

Os grãos da amostra na condição inicial são bastante grosseiros, da ordem de milímetros. A microestrutura mostra a presença de regiões que apresentam somente a fase β e regiões vizinhas que apresentam a fase martensita ortorrômbica (β'), conforme indicado na Fig. (1). A microdureza Vickers nessa condição apresentou-se entre 168 ± 5 .

O difratograma mostrado na Fig. (2) apresenta as fases presentes na amostra na condição inicial, em que foi constatada a presença das fases β e β' . Não foi verificada a presença de nenhuma outra fase adicional.

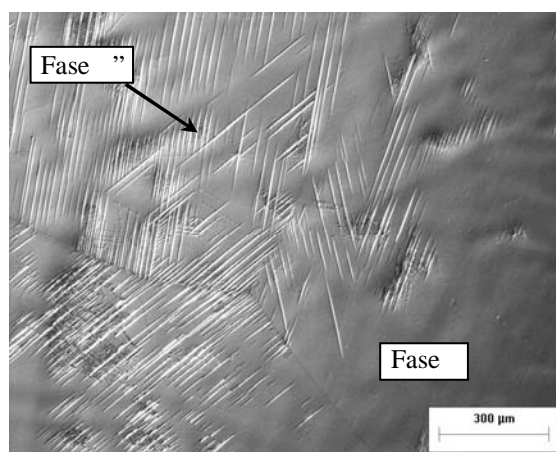


Figura 1. Microestrutura da liga Ti-35Nb-7,5Ta na condição inicial.

O módulo de elasticidade da liga Ti-35Nb-7,5Ta na condição inicial foi obtido por meio do ensaio de emissão acústica. Nessa condição o módulo de elasticidade foi igual a 63 ± 3 GPa. De acordo com Ozaki et al. (2004), os

módulos de elasticidade nas ligas do sistema Ti-Nb variam de acordo com a concentração do elemento β -estabilizador. Souza (2008) verificou o módulo elasticidade apresentado pela liga Ti-35Nb-7,5Ta é 64 ± 2 GPa. Os resultados obtidos neste trabalho estão de acordo com o verificado por aquele autor.

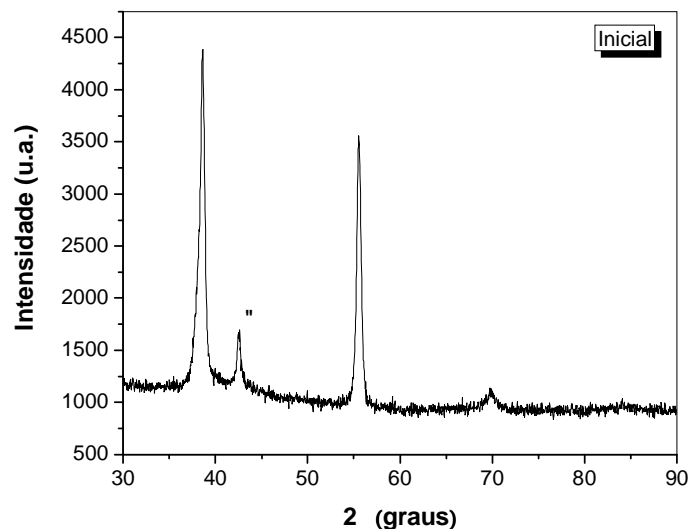


Figura 2. Difratograma de raios-x da liga Ti-35Nb-7,5Ta na condição inicial

3.2. Caracterização do material na condição deformada

Após o tratamento térmico de solubilização, as amostras foram laminadas a frio em seis passes, obtendo-se redução em espessura (RE) variando entre 14 e 84%. O elevado teor dos elementos β -estabilizadores, Nb e Ta, nesta liga, contribuiu para a estabilização da fase β , o que resultou em maior ductilidade, sendo possível a deformação plástica a frio até 84% sem a necessidade de recozimentos intermediários. A partir dos resultados das medidas de microdureza Vickers (HV) das amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta após a laminação a frio foi possível construir a curva de encruamento (microdureza x deformação) mostrada na Fig. (3). Para isso, amostras com reduções iguais a 14, 31, 52, 63, 74 e 84% foram retiradas durante a laminação. A redução em espessura (RE) igual a 0 (zero) é referente à amostra na condição inicial.

Uma análise da curva permite verificar que o material apresenta encruamento elevado até 31% de redução em espessura, devido ao acentuado crescimento da dureza do metal. Isso ocorre porque conforme o material é deformado há o aumento da densidade de discordâncias e com isso, o conseqüente aumento da dureza. Para deformações superiores a 52% de redução em espessura, a curva praticamente não sofre alterações, tendendo à saturação. No processo de saturação, ao mesmo tempo em que as discordâncias estão sendo criadas, elas estão interagindo entre si e essa interação pode levar à aniquilação das mesmas.

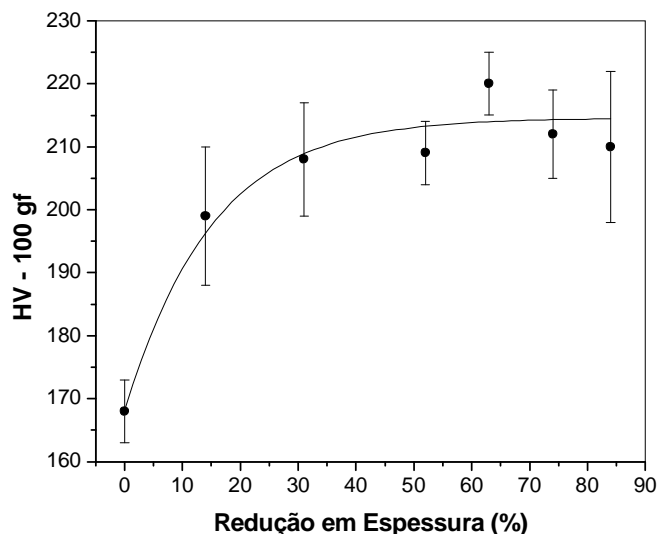


Figura 3. Curva de encruamento para a liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada por laminação a frio.

Utilizando a técnica de difração de raios-X foram identificadas as fases presentes na liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada por laminação a frio. Os difratogramas de raios-X são apresentados na Fig. (4). Nesses difratogramas pode-se verificar que, novamente, somente as fases β e α' estão presentes na liga, não havendo a presença de fases adicionais.

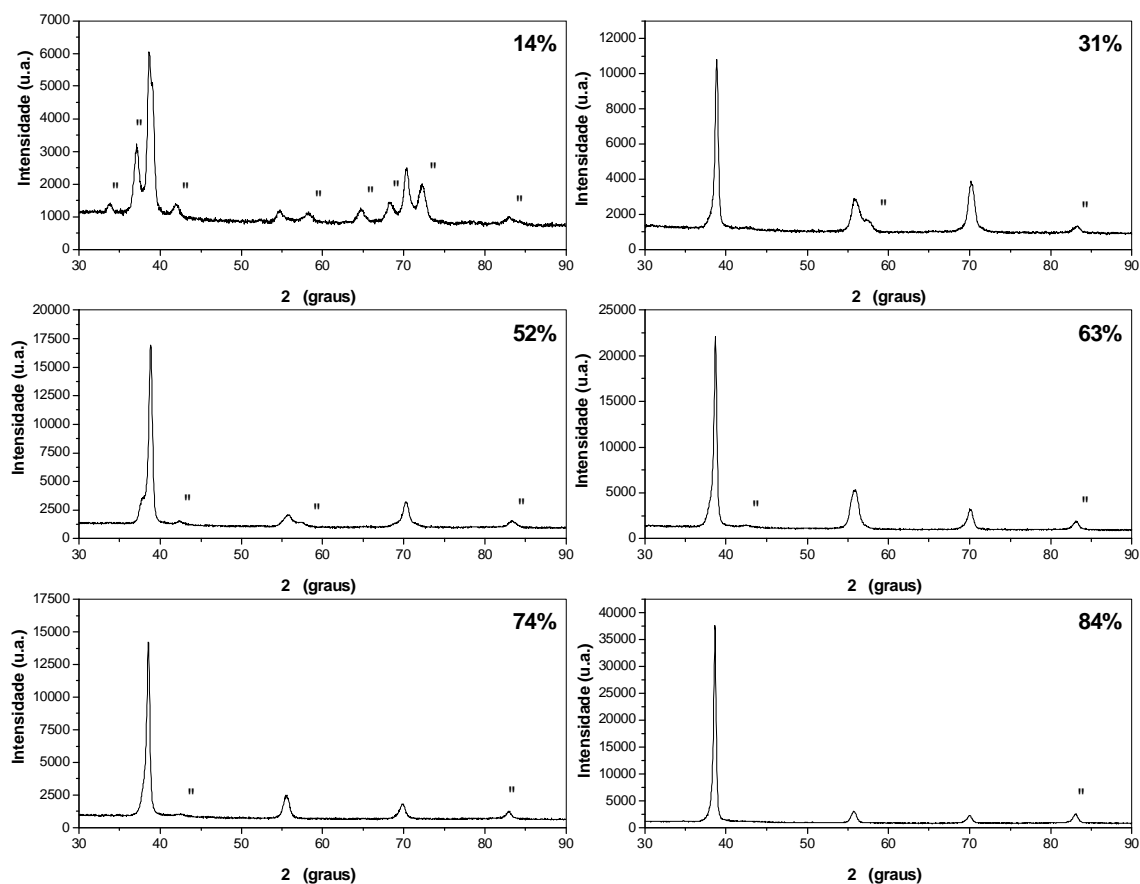


Figura 4. Difratogramas de raios-x da liga Ti-35Nb-7,5Ta - amostras deformadas por laminação a frio.

Para a obtenção das micrografias das amostras na condição deformada foi utilizada a técnica de microscopia óptica (MO), empregando o contraste por interferência, ou Nomarski, que permite a obtenção de imagens com relevo acentuado.

As técnicas de difração de raios-X e de MO são complementares na caracterização microestrutural, de forma que a discussão dos resultados obtidos foi feita com base nas análises das medidas utilizando as duas técnicas em conjunto e não separadamente.

Nas microestruturas mostradas na Fig. (5) foi constatada uma maior quantidade da fase α' quando comparada com a amostra na condição inicial, evidenciando a formação da martensita induzida por deformação durante a laminação a frio da liga estudada. Essa constatação é confirmada pela análise dos difratogramas de raios-X apresentados na Fig. (4), onde verifica-se uma maior quantidade de picos referentes a fase α' , quando comparado com o difratograma da amostra na condição inicial (Fig. (2)).

Na caracterização utilizando MO foi dada ênfase a características consideradas importantes observadas nas amostras. Na caracterização microestrutural foi constatada que nas amostras deformadas, principalmente com 14% de deformação (Fig. (5a)), há uma grande quantidade da fase martensita α' , o que está de acordo com o difratograma mostrado na Fig. (4). Quando comparamos o difratograma de raios-X da amostra na condição inicial (Fig. (2)) com o da amostra com 14% de deformação (Fig. (4)), verifica-se que há uma maior quantidade de picos referentes à fase α' , indicando que houve a formação dessa fase durante a laminação a frio, no caso, a martensita induzida por deformação.

A observação da microestrutura das amostras que foram laminadas a frio até 31% mostra que a fase α' tende a se alinhar com o sentido de laminação, conforme pode ser verificado na Figura (5b). Também pode-se constatar que grãos vizinhos apresentam diferentes frações da fase α' em seu interior, evidenciando que a subdivisão dos grãos durante a deformação plástica varia significativamente de grão para grão. Esse fato também pode estar relacionado com efeitos de orientação, devido a diferentes orientações cristalográficas e rotações sofridas pelos grãos durante o processo de deformação plástica.

A amostra que foi deformada até 52% também apresentou grãos vizinhos com diferentes frações da fase α' (Fig. (5c)) e a tendência do alinhamento desta fase com o sentido de laminação ainda pode ser verificada. A partir da

deformação de 63% há uma maior compactação dos grãos, que se tornam majoritariamente lamelares com contornos alinhados com o sentido de laminação, não sendo possível a identificação de contornos individuais de grão, conforme pode ser verificado nas Figuras (5d) a (5f).

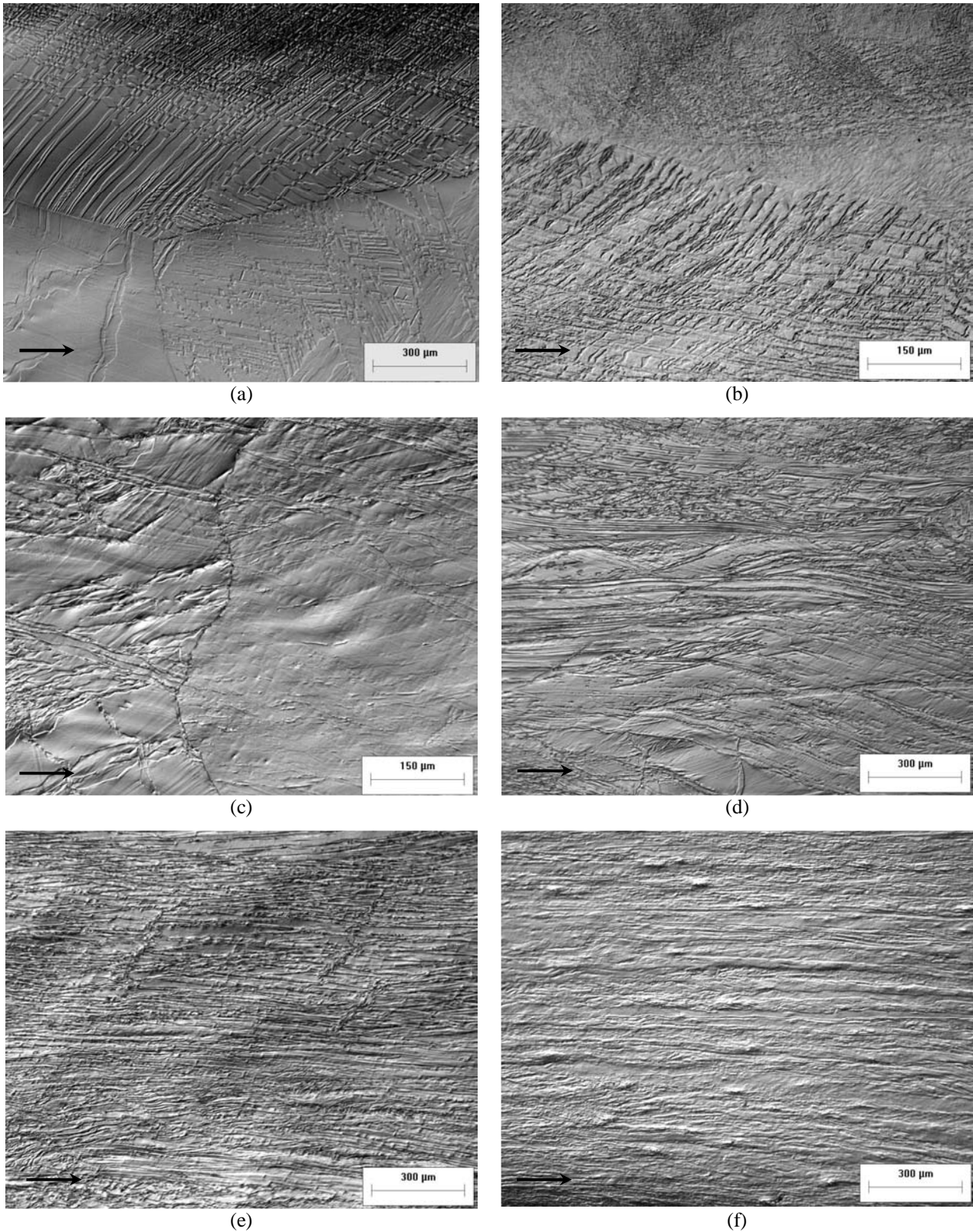


Figura 5. Microestruturas de amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta deformadas por laminação a frio até: (a) 14%; (b) 31%; (c) 52%; (d) 63%; (e) 74% e (f) 84%. (MO – contraste Nomarski). A seta indica o sentido de laminação.

Os valores do módulo de elasticidade (E) obtidos no ensaio de ultra-som das amostras deformadas por laminação a frio são mostrados na Tab. (1). Para fins de comparação foi inserido na tabela, o módulo de elasticidade referente à amostra na condição inicial, correspondendo a 0% de deformação.

Tabela 1. Módulos de elasticidade da liga Ti-35Nb-7,5Ta obtidos no ensaio de ultra-som nas amostras deformadas por laminação a frio.

RE (%)	E (GPa)
0	63 ± 3
14	68 ± 3
31	84 ± 1
52	75 ± 1
63	65 ± 1
74	70 ± 2
84	76 ± 1

Observa-se uma variação significativa do módulo de elasticidade com a deformação plástica quando comparado com o módulo de elasticidade da amostra na condição inicial. Na deformação de 31% ocorre o maior valor que atinge 84 ± 1 GPa. Com o aumento da deformação até 63%, há um decréscimo do módulo de elasticidade que volta a crescer até a deformação atingir 84%.

Matsumoto et al. (2007) estudaram a liga Ti-35Nb-4Sn e verificaram uma oscilação similar dos valores do módulo de elasticidade com a deformação plástica. Eles constataram que o módulo de elasticidade aumenta ligeiramente na redução por laminação de 30% e decresce com o aumento da redução em 50–89% de deformação e concluíram que a variação do módulo de elasticidade é causada pelo desenvolvimento da textura da fase β com o acúmulo de deformação plástica.

4. CONCLUSÕES

Verificou-se que as amostras na condição inicial, ou seja, as amostras que foram fundidas em forno a arco, homogeneizadas a 1000°C por 8 h e resfriadas rapidamente em água, apresentam as fases α e β . Os grãos nessa condição são grosseiros, da ordem de milímetros. Constatou-se que existem regiões na microestrutura nas quais somente pode ser identificada a fase α e outras regiões onde também pode ser verificada a presença da fase β .

Foi possível obter 84% de redução em espessura deformando as amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta (% em peso) por laminação a frio sem a necessidade de recozimentos intermediários. As amostras deformadas apresentaram somente as fases α e β , com uma maior fração da fase β , indicando que houve a formação da martensita induzida por deformação durante a laminação a frio. Nas amostras deformadas até 52% foi verificada que há uma tendência da fase β em se alinhar com o sentido de laminação e também, verificou-se que grãos vizinhos apresentaram diferentes frações dessa fase, indicando que a subdivisão dos grãos durante a deformação plástica varia significativamente de grão para grão. A partir de 63% há maior fragmentação dos grãos e a microestrutura torna-se majoritariamente lamelar, não sendo possível a identificação dos contornos de grãos individuais.

Como já verificado por outros autores, também para a liga estudada neste trabalho há uma variação significativa do módulo de elasticidade com o aumento da deformação plástica, que pode estar associada ao desenvolvimento da fase β e à forma como ela se distribui na microestrutura.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à FAPESP, à CAPES e ao CNPq pelo apoio financeiro ao desenvolvimento deste projeto.

6. REFERÊNCIAS

- Matsumoto, H., Watanabe, S. and Hanada, S., 2007, "Microstructure and mechanical properties of metastable TiNbSn alloys cold rolled and heat treated", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 439, pp. 146-155
- Niinomi, M., 1998, "Mechanical properties of biomedical titanium alloys", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 243, pp. 231-236
- Ozaki, T., Matsumoto, H., Watanabe, S. and Hanada, S., 2004, "Beta Ti alloys with low Young's modulus", *Materials Transactions*, Vol. 45, n. 8, pp. 2776-2779
- Souza, S. A. S. A., 2008, "Transformações de fases e correlações microestrutura/ propriedades de ligas biocompatíveis dos sistemas Ti-Nb e Ti-Nb- Ta", Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 153p., Tese (Doutorado)
- Tarr, R. R., Clarke I. C., Gruent, T. A. and Sarmiento, A., 1983, "Comparison of loading behavior of femoral stems of Ti-6Al-4V and cobalt-chromium alloys: A Three-Dimensional Finite Element Analysis, *Titanium Alloys in Surgical Implants*", ASTM STP 796, H.A. Luckey and Fred Kubli Jr., Eds., American Society of Testing Materials, pp. 88-101.

7. DIREITOS AUTORAIS

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

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF THE Ti-35Nb-7,5Ta ALLOY DEFORMED BY COLD ROLLING

Maria Letícia Calil Giudice, mlcjudice@fem.unicamp.br¹
Alexandra de Oliveira França Hayama, alexandrah@fem.unicamp.br¹
Sérgio Tonini Button, sergio1@fem.unicamp.br¹
Rubens Caram, rcaram@fem.unicamp.br¹

¹Departamento de Engenharia de Materiais, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Caixa Postal 6122, 13083-970, Campinas – SP

Abstract: *This work presents the main results of microstructural characterization of the Ti-35Nb-7,5Ta (% in weight) alloy deformed by cold rolling. The titanium alloys of the α -type, like that studied in this work, are formed by biocompatible elements as the Nb and Ta, and therefore can be used in the manufacturing of orthopedical implants. Samples containing 80 and 100 g of the Ti-35Nb-7.5Ta alloy (% in weight) were obtained by electric arc melting, heat treated at 1000°C for 8 hours and water quenched. The resulting microstructure after this procedure is formed by the β phase combined with orthorhombic martensite (α''). Samples were deformed by cold rolling in multiple passes up to maximum reduction of 84%, without interpass annealing. Samples characterization was carried out using light optical microscopy (LOM), x-ray diffraction, Vickers microhardness test and acoustic emission measurements for determining the Young's modulus. The results show that the martensitic phase is more oriented in the rolling direction for samples deformed up to 31% and that also occurs a significant variation of Young's modulus with increasing deformation.*

Keyword: *Physical metallurgy, Young's modulus, titanium alloy*