

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE LIGAS DE Ti β LAMINADAS A FRIO

Sergio Schneider⁽¹⁾
Sandra Giacomini Schneider⁽²⁾
Vanessa Barros Martins⁽³⁾
Helena Marques da Silva⁽⁴⁾
Carlos de Moura Neto⁽⁵⁾

Resumo

Pesquisas recentes têm sido realizadas visando obter ligas biomédicas contendo elementos não tóxicos e com baixos módulos de elasticidade. Consequentemente, as ligas do sistema Ti-Nb-Zr, ricas em β , têm se destacado para aplicações biomédicas. Neste trabalho três ligas deste sistema, Ti-8Nb-13Zr, Ti-13Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, foram obtidas por uma rota alternativa de processamento que consiste em fusão a arco, tratamento de solubilização a 1000°C/1h, laminação a frio com redução total em área da ordem de 80% e tratamento de recristalização a 900°C/30min. Para análise microestrutural empregaram-se técnicas de microscopia óptica, em que observou-se que a microestrutura das ligas recristalizadas apresentam características distintas. Além disso, foram avaliadas as propriedades mecânicas obtidas por meio de ensaio de tração uniaxial e testes de microdureza. Os resultados mostraram que os limites de resistência das ligas possuem valores muito próximos e em torno de 700MPa. Para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr o limite de escoamento e alongamento ficaram próximos e em torno de 350MPa e 20%, respectivamente. Enquanto que, para a liga Ti-13Nb-13Zr esses valores foram de 509MPa e 15%. Os valores dos módulos de elasticidade variaram entre 58 e 65GPa.

Palavras-chave: Biomateriais; Propriedades mecânicas; Laminação

60º Congresso da ABM – Internacional, Julho de 2005, Belo Horizonte, MG.

1 . Professor/ Faenquil – Faculdade de Engenharia Química de Lorena

2 . Professora/ Faenquil – Faculdade de Engenharia Química de Lorena

3 . Aluna de graduação - Faculdade de Engenharia Química de Lorena

4 . Aluna de pós-graduação/ ITA – Instituto Tecnológico de Aeronáutica

5. Professor/ ITA - Instituto Tecnológico de Aeronáutica

INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de “novos materiais” para aplicação na área biomédica abrange uma classe ampla de substâncias, naturais ou sintéticas, com propriedades mecânicas, físicas e químicas adequadas à recuperação das funções originais do tecido, órgão ou sistema na forma de implantes (próteses ou dispositivos extracorpóreos) sem lhes causar nenhum efeito nocivo (Willians,1993).

O Titânio e suas ligas são amplamente utilizados como implantes ortopédicos, dentais e cardiológicos devido a suas propriedades proeminentes, tais como alta resistência mecânica, biocompatibilidade realçada, relativamente boa resistência à fadiga e alto nível de hemocompatibilidade. No entanto, ligas de Ti- $\alpha+\beta$, tais como Ti-6Al-4V e Ti-6Al-7Nb, freqüentemente utilizadas em aplicações biomédicas, apresentam alto grau de incompatibilidade mecânica devido ao alto valor do módulo elástico (cerca de 120GPa) quando comparado ao do osso (máx. 35GPa) (Geetha et alli, 2004, Geetha et alli, 2001; Niinomi, 1998). Além disso, encontram-se associadas à liberação de íons (V e AL) no interior do corpo conduzindo a efeitos indesejáveis principalmente em aplicação de longo tempo. Devido a esses fatores, uma maior ênfase tem ocorrido no desenvolvimento de novas ligas Ti- β , principalmente aquelas constituídas de elementos não tóxicos (Nb e Zr), como sendo substitutas em potencial desses materiais por apresentarem menores valores de módulo elástico quando comparadas às demais ligas de Ti (α e $\alpha+\beta$).

Dentre essas ligas Ti- β , destaca-se a Ti-13Nb-13Zr por apresentar um baixo módulo elástico, que pode variar dependendo do tratamento térmico e do trabalho a frio imposto ao material. Este fenômeno ocorre devido à transformação de fase induzida pelos tratamentos térmicos e/ou mecânicos (Robare et alli 1997).

As propriedades mecânicas e químicas são as de maior importância para aplicações biomédicas (Ratner et alli, 1996). Deve-se ressaltar a importância da compatibilidade das propriedades mecânicas entre os dispositivos e o meio receptor, principalmente quanto ao módulo elástico, o qual deve ser o mais próximo possível ao do osso para minimizar eventual perda do implante devido à incompatibilidade mecânica entre as partes. Considerando a dependência das propriedades mecânicas em relação à microestrutura, é fundamental controlá-las por meio de diferentes processos termo-mecânicos (Ratner et alli, 1996).

Este trabalho compreende o estudo da produção (fusão e laminação a frio), caracterização microestrutural e mecânica de ligas do sistema Ti-Nb-Zr. Mantendo-se os parâmetros de temperatura, tempo de tratamento, e taxa de deformação constantes, foram produzidas as seguintes ligas: Ti-8Nb-13Zr, Ti-13Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr visando comparar os resultados de microestrutura e de propriedades mecânicas avaliando a influência de seus constituintes.

MATERIAIS E MÉTODOS

As ligas Ti-8Nb-13Zr, Ti-13Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, utilizadas 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 Ti, Nb e Zr de pureza comercial, com espessura de 2 ou 3 mm, previamente cortadas e decapadas (HF e HNO₃). O material foi pesado nas proporções adequadas à obtenção de lingotes de aproximadamente 140 g. A fusão dos materiais foi realizada em múltiplos passes para garantir sua homogeneidade.

Os lingotes foram decapados e encapsulados a vácuo em tubos de quartzo, passando em seguida por um tratamento de homogeneização (1000°C/1h, resfriamento em água). Em seguida os materiais foram laminados a frio até a espessura final de 2mm totalizando redução em área da ordem de 80%.

O processo de laminação a frio foi realizado utilizando-se um laminador de pequeno porte modelo Horsburg 7” pertencente ao Departamento de Mecânica e Aeronáutica do Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA. As etapas de redução (passes) foram executadas obedecendo um critério de variação máxima de 20% de redução em área. Após a laminação, os materiais foram encapsulados mais uma vez e recristalizados a 900°C/30min e resfriados em água.

Para caracterização microestrutural, as amostras foram observadas por microscopia óptica utilizando um microscópio Leica DMIRM com câmera digital SCC-131 acoplada a programa de aquisição de imagem Leica Qwin.

As amostras analisadas foram preparadas empregando-se técnicas convencionais para análise metalográfica e ataque químico com a solução “Kroll” modificada (3ml HF + 8ml HNO₃ + 100ml H₂O) para revelar a microestrutura (Davidson et alli, 1994).

As propriedades mecânicas do material tais como limite de escoamento, limite de resistência, alongamento e módulo de elasticidade foram obtidas por meio de ensaio de tração uniaxial, em que as dimensões e configuração dos corpos-de-prova estão mostradas na Figura 1, em conformidade com a norma ASTM E 8M-97. Os ensaios mecânicos foram realizados na FAENQUIL/DEMAR utilizando-se a máquina servo-hidráulica MTS modelo 810.23M com capacidade de 250 kN. Para aquisição dos dados de deformação foi utilizado o extensômetro modelo MTS 634.12F21.

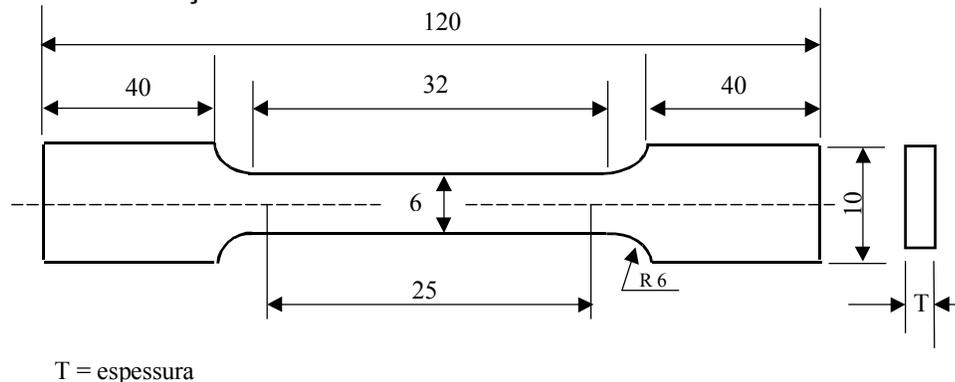


Figura 1. Corpo-de-prova para ensaio de tração uniaxial.

Foram feitas, também, medidas de microdureza Vickers (mínimo de 15 medidas em cada amostra) utilizando-se equipamento Micromet 2004, sendo a carga adotada de 100g e tempo de 20 segundos.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Análise Microestrutural

As ligas Ti-8Nb-13Zr, Ti-13Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr solubilizadas a 1000°C/1h, resfriadas em água apresentam microestruturas parecidas, em que prevalece a fase martensítica α' , como pode ser observado na Figura 2. Trata-se de

uma microestrutura típica dessa classe de materiais na condição solubilizada e resfriada em água.

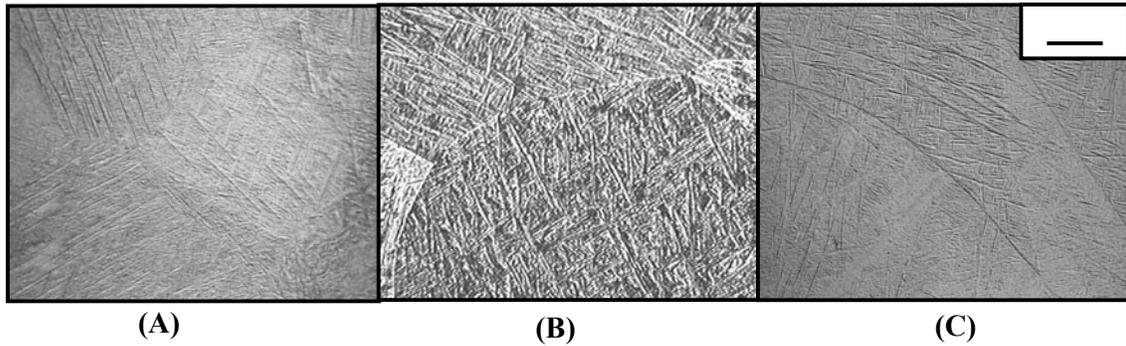


Figura 2. Micrografias ópticas das ligas solubilizadas a 1000°C/1h resfriadas em água: (A) Ti-8Nb-13Zr, (B) Ti-13Nb-13Zr e (C) Ti-18Nb-13Zr.

Após a laminação a frio, as ligas Ti-8Nb-13Zr, Ti-13Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, apresentam microestruturas semelhantes, mostradas na Figura 3.

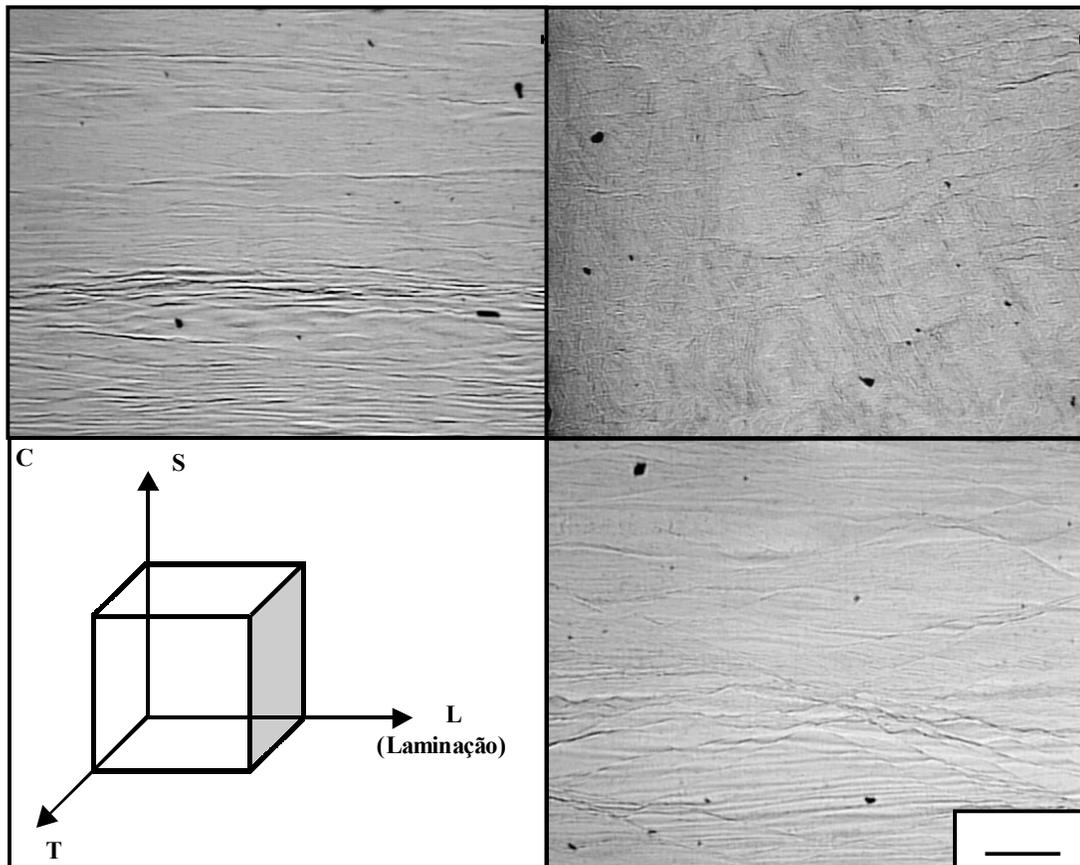


Figura 3. Micrografias ópticas da liga Ti-13Nb-13Zr laminada representadas nas seguintes orientações: (A) SL; (B) LT; (D) TL e (C) esquema dos planos e direções.

O esquema da Figura 3(C) mostra os planos de orientações adotados para a análise microestrutural indicando a direção de laminação. A Figura 3(A) representa a microestrutura deformada segundo a orientação SL (plano S, direção L), e mostra

uma configuração regular e orientada dos grãos. Na Figuras 3(B) e (D) são mostradas, respectivamente, as orientações LT e TL. Notam-se os grãos deformados assumindo uma orientação preferencial característica do processo de conformação por laminação a frio.

Objetivando uma recristalização, as ligas laminadas foram tratadas a 900°C/30min e resfriadas em água e as microestruturas estão apresentadas nas Figuras 4, 5 e 6.

Observa-se que apenas a liga Ti-13Nb-13Zr apresenta uma recristalização completa, cuja microestrutura é martensítica α' (Figura 5). Para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nota-se uma microestrutura mista, parcialmente recristalizada, com a presença de regiões que ainda possuem características do processo de conformação. Em termos qualitativos, essa evidência apresenta-se mais acentuada na liga Ti-8Nb-13Zr, conforme mostra a Figura 4.

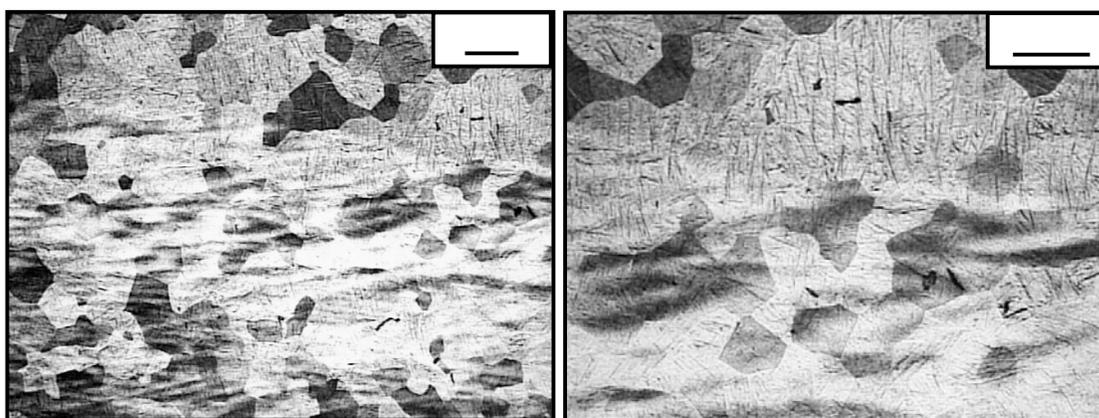


Figura 4. Micrografia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr recristalizada a 900°C/30 min resfriada em água.

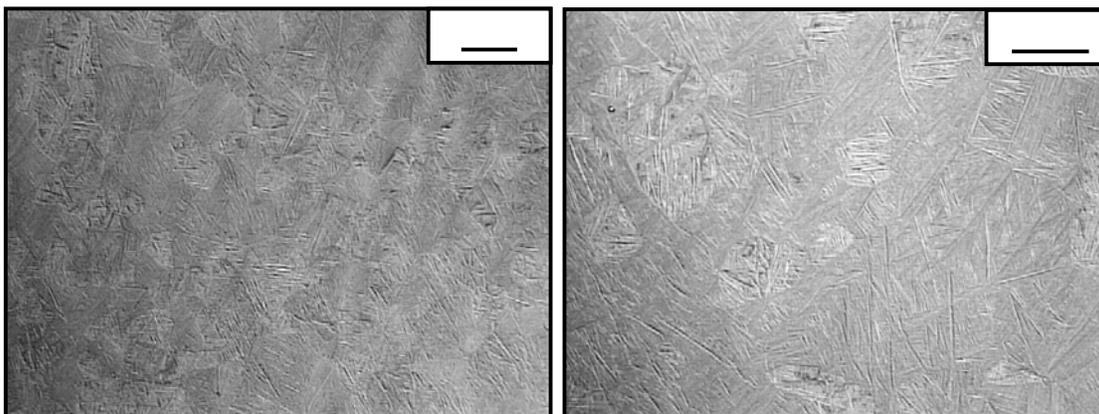


Figura 5. Micrografia óptica da liga Ti-13Nb-13Zr recristalizada a 900°C/30 min resfriada em água.

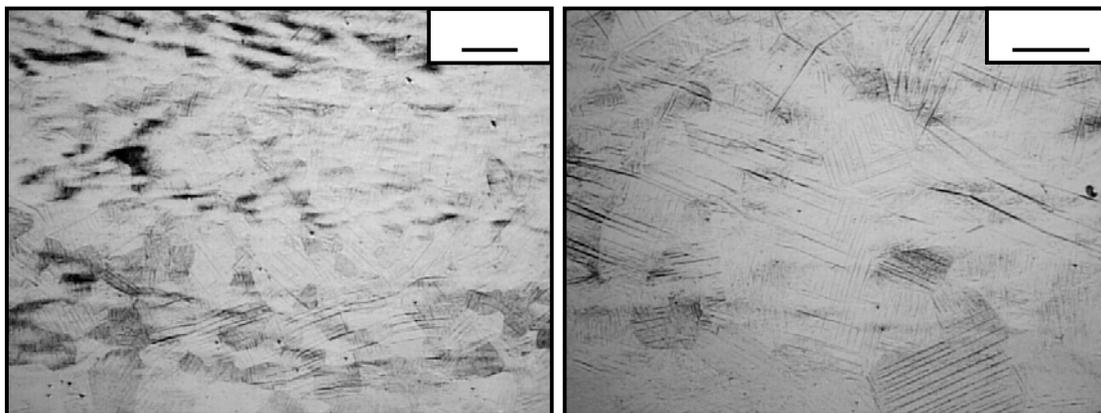


Figura 6. Micrografia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr recristalizada a 900°C/30 min resfriada em água.

Microdureza Vicker

A Tabela 1 apresenta os valores médios de microdureza Vickers das ligas Ti-8Nb-13Zr, Ti-13Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas condições laminada a frio e tratada a 900°C/30min.

Tabela 1. Valores médios de microdureza Vickers das ligas do sistema Ti-Nb-Zr nas condições laminada a frio e tratada.

Material	Microdureza Vickers (HV)	
	Laminada a frio	Tratada 900°C/30min
Ti-8Nb-13Zr	264 ± 11	237 ± 6
Ti-13Nb-13Zr	272 ± 6	256 ± 11
Ti-18Nb-13Zr	265 ± 12	255 ± 15

Na condição laminada a frio esses materiais apresentam valores de microdureza próximos, em torno de 270 HV, refletindo uma situação de máxima dureza, e que pode ser associada ao encruamento introduzido nos materiais pelo processo de laminação. Após o tratamento de recristalização (900°C/30min), nota-se uma redução nos valores de microdureza mostrando que o encruamento existente foi eliminado no tratamento de recristalização. A Tabela 1 mostra que o tratamento de recristalização teve maior influência na liga Ti-8Nb-13Zr, que apresentou um menor valor de microdureza.

Propriedades mecânicas

Foram realizados três ensaios de tração para cada liga. A Figura 7 mostra as curvas tensão x deformação representativas para cada liga. Ressalta-se que as curvas das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr são qualitativas, uma vez que apresentam uma microestrutura mista. A partir das curvas tensão x deformação foram obtidos os valores médios das propriedades mecânicas, apresentados na Tabela 2.

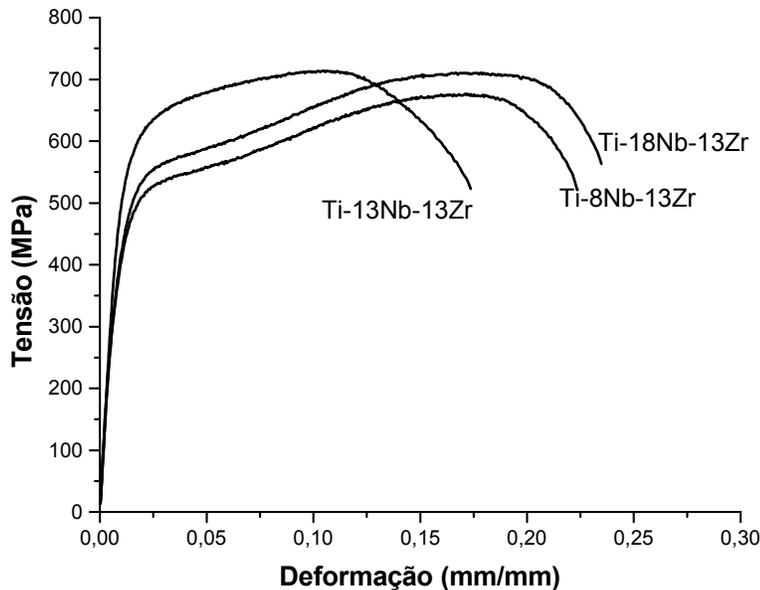


Figura 7. Curvas tensão x deformação das ligas Ti-8Nb-13Zr, Ti-13Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, laminadas e recristalizadas a 900°C/30min resfriadas em água.

Tabela 2. Propriedades mecânicas de ligas do sistema Ti-Nb-Zr.

Propriedades Mecânicas	Ti-8Nb-13Zr	Ti-13Nb-13Zr	Ti-18Nb-13Zr
Limite de resistência (MPa)	684 ± 7	724 ± 13	710 ± 9
Limite de escoamento (MPa)	353 ± 10	509 ± 23	341 ± 47
Módulo de elasticidade (GPa)	58,3 ± 1	58,7 ± 5	65,6 ± 6
Alongamento (%)	20 ± 1	16 ± 1	20 ± 2

Observando os resultados apresentados na Tabela 2 notam-se algumas similaridades nas propriedades mecânicas. O limite de resistência das ligas Ti-8Nb-13Zr, Ti-13Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr possui valores muito próximos e em torno de 700MPa. Para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr tanto o limite de escoamento quanto o alongamento ficaram próximos, em torno de 350MPa e 20%, respectivamente, enquanto que, para a liga Ti-13Nb-13Zr esses valores foram de 509MPa e 16%. Os valores dos módulos de elasticidade variaram entre 58 e 65GPa.

Apesar das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr apresentarem resultados próximos nas propriedades mecânicas e até mesmo na forma da curva tensão x deformação, acredita-se que possa haver mudanças nessas propriedades aumentando-se o tempo e/ou a temperatura de recristalização dessas ligas. Em princípio, espera-se que essas modificações sejam mais significativas na liga Ti-8Nb-13Zr, tendo em vista que a recristalização incompleta dessa liga foi a mais evidente na análise microestrutural.

Os dados de microdureza estão diretamente relacionados com o limite de resistência das ligas. Maiores valores de microdureza apresentam também maiores valores de limite de resistência.

CONCLUSÕES

No presente trabalho empregou-se uma rota alternativa de processamento das ligas Ti-8Nb-13Zr, Ti-13Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, utilizando-se o processo de laminação a frio em substituição ao de forjamento, adotado anteriormente. Foi possível obter ligas com boas propriedades mecânicas e com potencial para aplicação como biomateriais, com módulos de elasticidade relativamente baixos entre 58 e 65GPa.

A influência da variação do percentual dos elementos Ti e Nb nas propriedades mecânicas avaliadas não possui uma relação direta. As ligas Ti-8Nb-13Zr, Ti-13Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr apresentaram limite de resistência em torno de 700 MPa, sendo que a liga Ti-13Nb-13Zr, de composição intermediária de Nb e Ti, apresentou o maior limite de escoamento (509 MPa).

A condição ideal do tratamento de recristalização mostrou-se depende do processo de fabricação. Em trabalhos anteriores, onde foi empregado o processo de forjamento rotativo, a condição de recristalização de 900°C/30min foi eficiente para todas essas ligas (Silva et alii,2004). No entanto, após o processo de laminação a frio verificou-se que somente a liga Ti-13Nb-13Zr obteve uma recristalização completa. A próxima etapa no desenvolvimento das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr visa obter uma relação ótima de temperatura/tempo para o tratamento de recristalização.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro da Fapesp e da Capes.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 **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.
- 2 **Geetha, M.; Singh, A. K.; Gogia, A. K.; Asokamani, R.** Effect of thermomechanical processing on evolution of various phases in Ti-Nb-Zr alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, available on line, 2004.
- 3 **Geetha, M.; Singh, A. K.; Muraleedharan, K.; Gogia, A. K.; Asokamani, R.** Effect of thermomechanical processing on microstructure of a Ti-13Nb-13Zr alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2001, vol. 329, p. 264 - 271.
- 4 **Niinomi, M.** Mechanical properties of biomedical titanium alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 243, p.231-236, 1998.
- 5 **Ratner, B. D.; Hiffman, A. S.; Schoen, F. J.; Lemons, J. E.** An introduction to materials in medicine. San Diego: Academic Press, 1996.
- 6 **Robare, E. W.; Bugle, C. M.; Davidson, J. A.; Daigle, K. P.** Development of processing methods for Ti-13Nb-13Zr. In: Weiss, I; Srinivasan, R.; Bania, P. J.;

Eylon, D.; Semiatin, S. L. Eds. *Advances in the technology of titanium alloy processing*. The Minerals, Metals and Materials Society, 1997. p.283-291.

- 7 **Silva, H. M.; Schneider, S. G.; Schneider, S.; Moura Neto, C.** Study of nontoxic aluminum and vanadium – free titanium alloys for biomedical applications. *Materials Science and Engineering C*, v. 24, p.679-682, 2004.
- 8 **Willians, D. F.** The science and applications of biomaterials. *Advances in Materials Technology Monitor*, v. 1, n.2, p. 1-10, 1994.

EVALUATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF COLD ROLLED β Ti ALLOYS

Sergio Schneider⁽¹⁾
Sandra Giacomini Schneider⁽²⁾
Vanessa Barros Martins⁽³⁾
Helena Marques da Silva⁽⁴⁾
Carlos de Moura Neto⁽⁵⁾

Abstract

Recent studies have been done to achieve biomedical alloys containing low elastic moduli and non-toxic elements. It has been reported that Ti-Nb-Zr alloys rich in β phase have potential characteristics for biomedical applications. In this work, three alloys of this system, Ti-8Nb-13Zr, Ti-13Nb-13Zr and Ti-18Nb-13Zr, were produced from an alternative route of thermo-mechanical processing which consists in fusion by arc melting, solution heat treatment at 1000°C/1h and water quenching, cold rolling (80% of area reduction) and in sequence other heat treatment at 900°C/30min and water quenching. Microstructural analyzes of the alloys were performed using Light Microscopy. The microstructure of the alloys after the last heat treatment presented different characteristics. Furthermore, the mechanical properties were evaluated based on tensile and microhardness tests. The results indicated that the values of ultimate tensile strength were so close, around 700MPa. Moreover, for Ti-8Nb-13Zr and Ti-18Nb-13Zr alloys, the yield strength and the elongation were also close, around 350MPa and 20%, respectively. Whereas for Ti-13Nb-13Zr, these values were 509MPa and 15%. The values of elastic moduli varied between 58 and 65GPa.

Key-words: Biomaterials; Mechanical properties; Rolling.

60° Congresso da ABM – Internacional, Julho de 2005, Belo Horizonte, MG.

1 . Professor/ Faenquil – Faculdade de Engenharia Química de Lorena

2 . Professor/ Faenquil – Faculdade de Engenharia Química de Lorena

3 . Student/ Faenquil - Faculdade de Engenharia Química de Lorena

4 . Student / ITA – Instituto Tecnológico de Aeronáutica

5 . Professor/ ITA - Instituto Tecnológico de Aeronáutica