

AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DA LIGA Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta SOB DIFERENTES CONDIÇÕES DE TRATAMENTOS TÉRMICOS

*Luciane Monteiro Elias⁽¹⁾
Sandra Giacomini Schneider⁽²⁾
Sergio Schneider⁽³⁾*

Resumo

O Titânio e algumas de suas ligas são, atualmente, biomateriais de grande interesse científico, devido a sua boa biocompatibilidade. Dentre essas ligas de Ti destaca-se a Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta, classificada como β , por apresentar o menor módulo de elasticidade, além de propriedades físicas e químicas adequadas para aplicação como biomaterial. Porém, para produzir uma liga Ti- β de alta qualidade é necessário um controle cuidadoso das variáveis de processo e um conhecimento aprofundado da influência do processo sobre a microestrutura e propriedades mecânicas. O objetivo desse trabalho foi avaliar a microestrutura e as propriedades mecânicas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta sob diferentes condições de tratamentos térmicos visando obter informações que possam contribuir na determinação do melhor conjunto de variáveis do processamento. A caracterização inicial do material foi feita por meio de avaliação microestrutural via microscopia óptica e ensaios de microdureza. Dos ensaios de tração à temperatura ambiente foram obtidas as propriedades mecânicas convencionais. Os resultados obtidos indicaram que a liga solubilizada a 1100°C/6h, forjada a frio e recristalizada a 1100°C/6h reuniu as melhores características microestruturais e mecânicas.

Palavras-chave: Propriedades mecânicas; Biomateriais; Microestruturas.

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

1 . Aluna de pós-graduação/Faenquil - Faculdade de Engenharia Química de Lorena

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

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

INTRODUÇÃO

O titânio e suas ligas vêm sendo estudados exhaustivamente há alguns anos, para aplicação em implantes médicos, porque reúnem boa parte das características desejáveis para esse fim, ou seja, resistência mecânica, resistência à corrosão e biocompatibilidade. Dentre as ligas de titânio, as ligas Ti- β ; projetadas com zircônio, nióbio e tântalo como elementos de liga, podem ser obtidas com maiores níveis de resistência mecânica, melhor usinabilidade, tenacidade à fratura e menores valores de módulo de elasticidade do que as ligas Ti- $\alpha+\beta$. É importante ressaltar que o nióbio e o tântalo são estabilizadores da fase β e que em certas quantidades estão relacionados a redução do módulo de elasticidade, enquanto que o zircônio age como elemento neutro na formação de solução sólida α e β (Niinomi, 1998; Geetha, 2004).

Dentre as ligas de Ti- β , a liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta merece atenção por apresentar menor módulo de elasticidade (55 GPa) (Niinomi, 1998). Quanto mais próximos os valores dos módulos de elasticidade do implante e do osso (que se encontra entre 17 e 35 GPa), maior será a compatibilidade mecânica.

Informações obtidas na literatura sobre os sistemas Ti-Nb-Ta e Ti-Nb-Ta-Zr, demonstram que as transformações de fases são sensíveis à taxa de resfriamento e a composição química. A Figura 1 ilustra uma representação esquemática do diagrama de transformação de resfriamento contínuo para ligas quaternárias contendo aproximadamente 7% em peso em Zr (Tang, 2000).

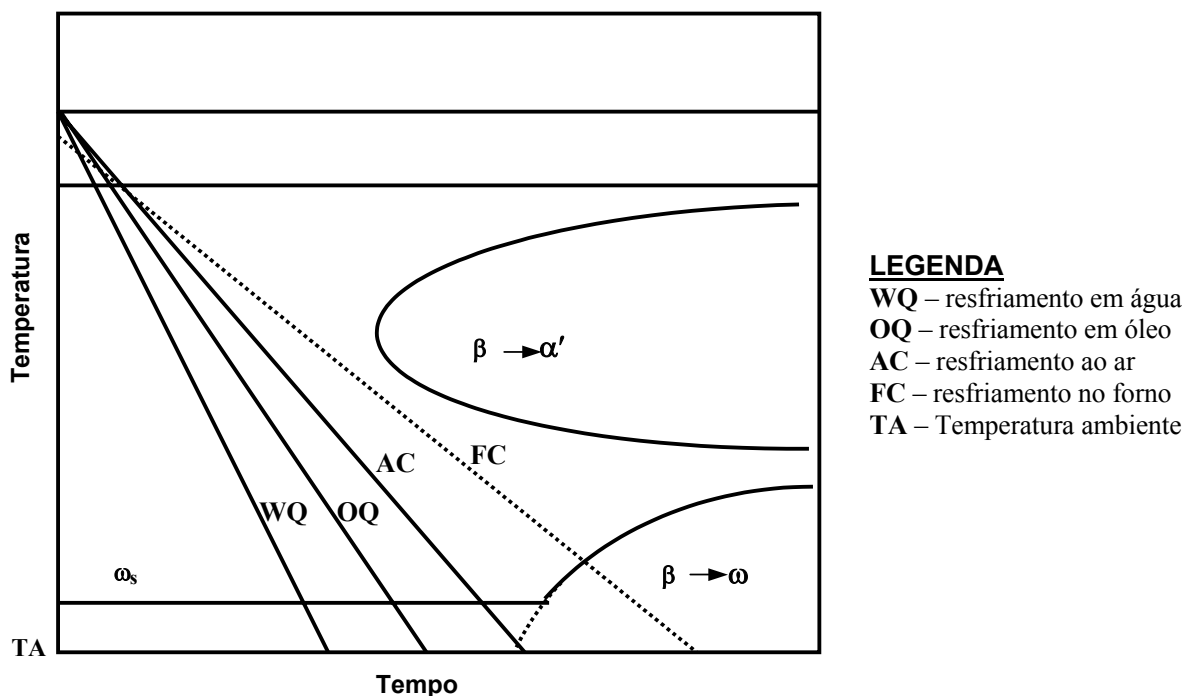


Figura 1. Representação esquemática do diagrama de transformação de resfriamento contínuo para ligas Ti-Nb-Ta- (Zr), contendo aproximadamente 7% em peso em Zr (Tang, 2000).

São reportadas na literatura, ainda, algumas condições envolvendo processamento termomecânico de ligas do sistema Ti-Nb-Ta-(Zr) 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, 2000; Banerjee, 2004; Morant, 2003; Geetha, 2004). No entanto, um controle cuidadoso das variáveis de processo e um conhecimento aprofundado da influência do processo sobre a microestrutura e propriedades são importantes na produção de ligas de titânio β de alta qualidade (Sauer, 2001).

Neste trabalho, pretende-se produzir a liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta por meio de fusão a arco em atmosfera de argônio para, em seguida, submetê-la a uma seqüência de processamento termomecânico compreendendo tratamento de solubilização, forjamento rotativo a frio e tratamento de recristalização. A avaliação microestrutural será realizada em cada etapa do processo. Após a recristalização, serão avaliadas as propriedades mecânicas por meio de ensaio de tração uniaxial a temperatura ambiente.

MATERIAIS E MÉTODOS

Como material de partida para a fabricação da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta, foram empregadas chapas de Ti, Nb, Zr e Ta, de pureza comercial, previamente cortadas em pequenos pedaços e decapadas em meio ácido. As ligas foram fundidas em forno a arco com eletrodo não consumível de tungstênio em atmosfera de argônio, gerando lingotes de 160g.

Os lingotes foram decapados e encapsulados a vácuo em tubos de quartzo, passando, em seguida, por seis diferentes tratamentos de homogeneização e submetidos a resfriamento em água. Na seqüência, o material foi forjado a frio com 89% de redução em área atingindo um diâmetro de 6mm, e conduzido à seis condições diferentes de tratamento térmico de recristalização e resfriamento em água. A Tabela 1 apresenta as rotas descritas anteriormente que compõe o objeto de estudo:

Tabela 1. Rotas de tratamento térmico utilizadas.

| Tratamentos Térmicos | |
|-----------------------------|------------------------|
| Solubilização | Recristalização |
| 1000°C/2 h | 1000°C/2 h |
| 1000°C/6 h | 1000°C/6 h |
| 1000°C/96 h | 1000°C/96 h |
| 1100°C/2 h | 1100°C/2 h |
| 1100°C/6 h | 1100°C/6 h |
| 1100°C/96 h | 1100°C/96 h |

Para análise microestrutural foram retiradas amostras do material nas condições solubilizada, forjada e recristalizada. As amostras 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) e foram observadas por microscopia óptica, utilizando um microscópio Leica DMIRM com câmera digital SCC-131 acoplada a programa de aquisição de imagem Leica Qwin.

Foram feitas também medidas de microdureza Vickers (mínimo de 10 medidas em cada amostra) utilizando-se equipamento Micromet 2004, sendo a carga adotada de 100g e tempo de 30 segundos.

Para a caracterização mecânica, corpos-de-prova cilíndricos de tração foram confeccionados segundo a norma ASTM E8. Os ensaios mecânicos foram realizados com atuador servo-hidráulico da MTS, modelo 810-23M, com capacidade de 250kN. Para controlar a deformação durante os ensaios foi empregado extensômetro adequado a tração MTS mod. 634.12F21. Foram realizados três ensaios para cada condição.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Análise Microestrutural

A Figura 2 mostra as micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta nas diferentes condições de solubilização.

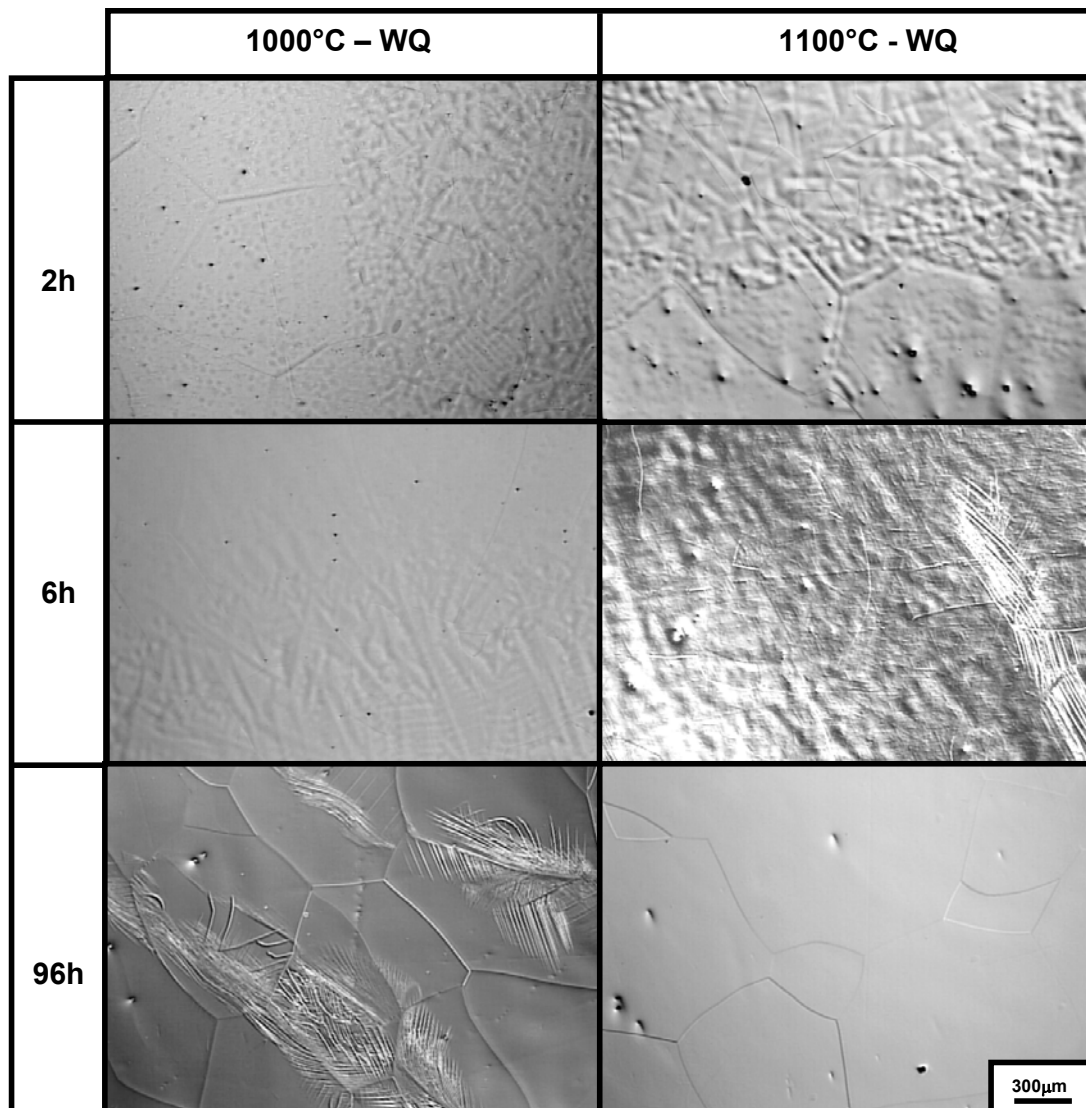


Figura 2. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta solubilizada a 1000°C e 1100°C, para os tempos de 2, 6 e 96h, e resfriada em água. (50x)

Considerando-se o tratamento de solubilização a 1000°C e 1100°C observou-se que as dendritas, típicas da estrutura bruta de fusão, foram eliminadas para o tempo de 96h.

Mesmo apresentando microestruturas sem uma completa solubilização, nas demais condições, foi possível deformá-las a frio com uma redução em área de 89%.

As características microestruturais da liga nas diferentes condições de tratamento após forjamento rotativo a frio são apresentadas nas Figuras 3 e 4.

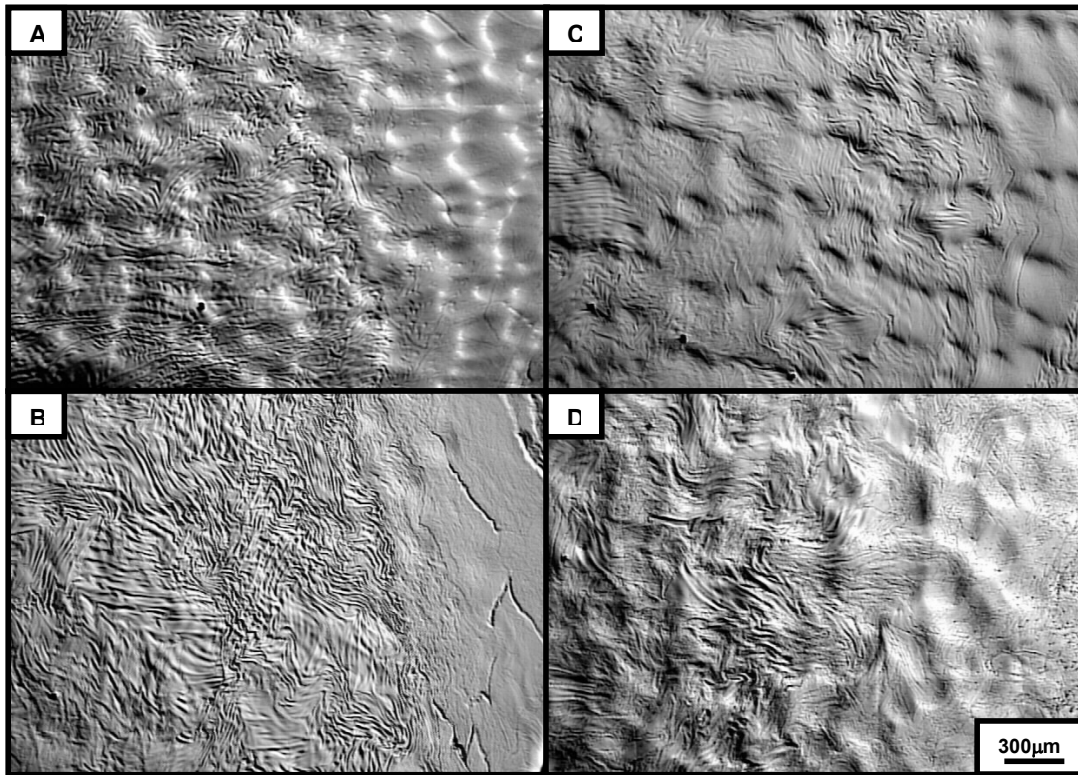


Figura 3. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta forjada após as condições de solubilização: (A) 1000°C/2h; (B) 1000°C/6h; (C) 1100°C/2h e (D) 1100°C/6h. (50x)

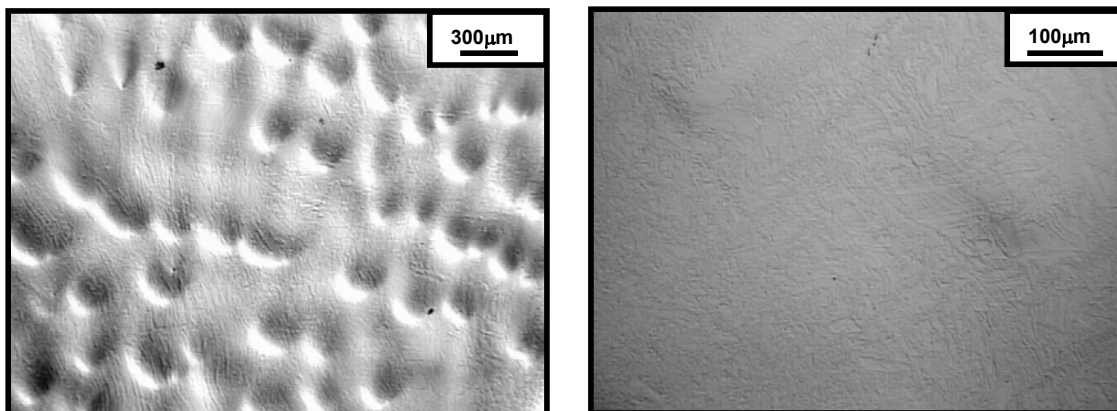


Figura 4. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta forjada após solubilização a 1100°C/96h. (50x e 200x)

Observou-se que as microestruturas após forjamento rotativo a frio apresentaram uma distribuição não uniforme de tensões, originadas pelo processamento mecânico, traduzidas como linhas de deformação. Este comportamento é consequência da solubilização incompleta para os tratamentos de 1000°C/2h, 1000°C/6h, 1100°C/2h e 1100°C/6h.

Por outro lado, onde a solubilização foi completa (1100°C/96h), obteve-se uma microestrutura apresentando uma distribuição mais uniforme e mais suavizada de tensões.

As Figuras 5 e 6 apresentam as características microestruturais da liga nas diferentes condições de tratamento de recristalização.

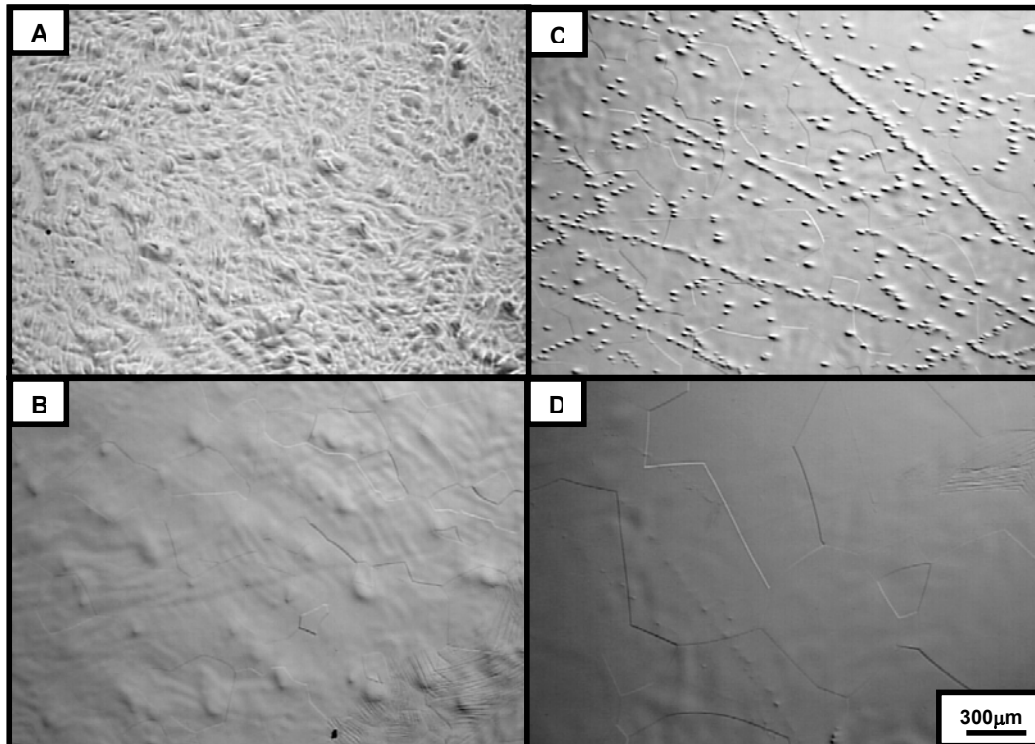


Figura 5. Micrografias ópticas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta recristalizada: (A) 1000°C/2h; (B) 1000°C/6h; (C) 1100°C/2h e (D) 1100°C/6h. (50x).

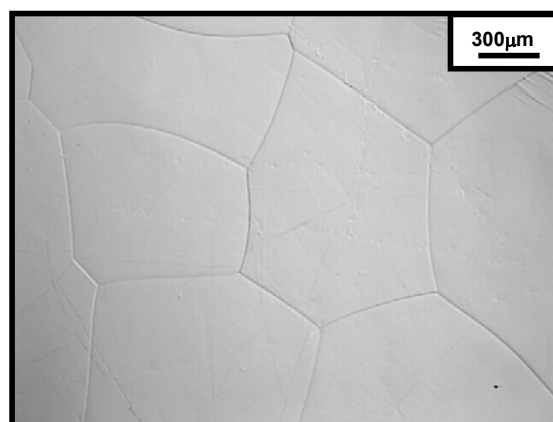


Figura 6. Micrografia óptica da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta recristalizada: a 1000°C/96h; e resfriada em água. (50x).

Pôde-se considerar satisfatória a recristalização para o tratamento de 1100°C/6h, pois para os tratamentos a 1000 e 1100°C por 96h não foram observadas alterações microestruturais além do aumento do tamanho de grão. Este é um fato que compromete a resistência mecânica.

Microdureza Vicker

A Tabela 2 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 2. Valores médios de microdureza Vickers da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta submetida a diferentes rotas de processamento termomecânico.

| Condição | 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, 1000°C/6h, 1100°C/2h e 1100°C/6h para avaliação das propriedades mecânicas.

Propriedades Mecânicas

A Figura 7 ilustra o comportamento mecânico por meio de ensaio de tração da liga após as diferentes condições selecionadas de tratamento de recristalização.

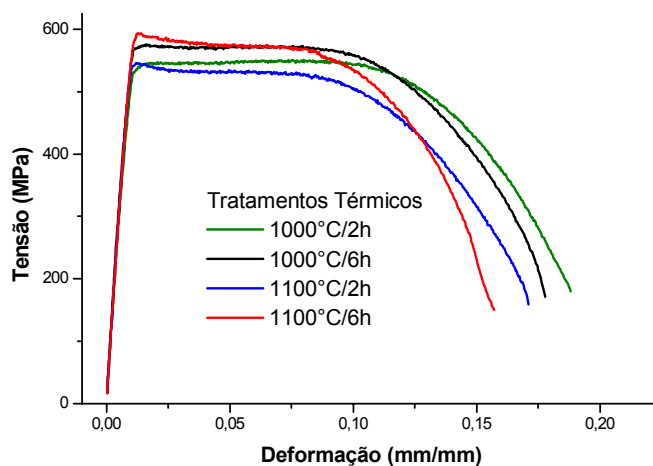


Figura 7. Curvas Tensão x Deformação representativas das propriedades mecânicas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta submetida a diferentes rotas de processamento termomecânico.

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.

As propriedades mecânicas obtidas a partir das curvas tensão x deformação são mostradas na Tabela 3. Considerando-se que não foi observado o fenômeno do encruamento, o limite de resistência das ligas foi assumido como sendo o limite de escoamento 0,2%.

Tabela 3. 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 Tratada Termicamente | | | |
|---------------------------------|---|---------|---------|---------|
| | 1000°C | | 1100°C | |
| | 2 h | 6 h | 2 h | 6 h |
| Limite de Resistência (MPa) | 549 ± 7 | 557 ± 6 | 535 ± 9 | 572 ± 3 |
| Limite de Escoamento 0,2% (MPa) | 549 ± 7 | 557 ± 6 | 535 ± 9 | 572 ± 3 |
| Módulo de Elasticidade (GPa) | 61 ± 1 | 64 ± 1 | 59 ± 1 | 61 ± 1 |
| Redução em Área (%) | 36 ± 1 | 33 ± 1 | 38 ± 1 | 22 ± 1 |
| Alongamento (%) | 18 ± 2 | 17 ± 1 | 17 ± 3 | 15 ± 1 |

De modo geral, as ligas apresentam características interessantes para aplicação como biomaterial devido à excelente ductilidade e baixo módulo de elasticidade (59 a 64 GPa). A máxima resistência (572 MPa) e menor ductilidade (alongamento 15% e redução em área de 22 %) foram obtidas para a condição de tratamento térmico de 1100°C/6h. Provavelmente, isso se deve à completa recristalização que ocorreu na liga nessa condição, como pode ser observado na microestrutura apresentada na Figura 5.

Observa-se, ainda, na Figura 7 que o tempo de tratamento térmico de 6h, para as temperaturas escolhidas, 1000 e 1100°C, tem sido um parâmetro efetivo no aumento de resistência dessa liga.

CONCLUSÕES

O presente estudo investigou a influência das rotas de processamento termomecânico sobre a microestrutura e, conseqüentemente, sobre as propriedades mecânicas da liga Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta, considerada como biomaterial potencial. Para a rota de solubilização e recristalização a 1100°C/6h, o material apresentou as melhores características mecânicas, tais como, resistência mecânica de 572MPa, módulo de elasticidade de 61 GPa, ductilidade de 15%, e microdureza de 185 HV. Este comportamento global pode ser explicado pela eficiência na recristalização da liga quando submetida a esse tratamento termomecânico.

As demais rotas de processamento estudadas mostraram-se pouco eficientes no processo de melhoramento das propriedades microestruturais e mecânicas da liga, visto que as que empregaram solubilização e recristalização a 1000°C/2h e 1100°C/2h não promoveram recristalização satisfatória da microestrutura da liga. Salienta-se que a condição de solubilização e recristalização a 1000°C/96h

promoveu um crescimento dos grãos sem alteração significativa no valor de microdureza.

A partir desses resultados preliminares, novas alternativas de tratamentos térmicos serão investigadas visando, principalmente, a redução do módulo de elasticidade.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro do CNPq e FAPESP.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 **Banerjee, R.; Nag, S.; Stechschulte, J.; Fraser, H. L.** Strengthening mechanisms in Ti-Nb-Zr-Ta and Ti-Mo-Zr-Fe orthopaedic alloys. *Biomaterials*, v. 25, p. 3413-3419, 2004.
- 2 **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.
- 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 **Morant,C.; López, M. F.; Gutiérrez, A.; Jiménez, J. A.** AFM and SEM characterization of non-toxic nanadium-free Ti alloys used as biomaterials. *Applied Surface Science*, V. 220, p. 79-87, 2003.
- 5 **Niinomi, M.** Mechanical properties of biomedical titanium alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 243, p.231-236, 1998.
- 6 **Sauer C.; Luetjering G.** Thermo-mechanical processing of high strength β -titanium alloys and effects on microstructure and properties. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 117, p. 311-317, 2001.
- 7 **Tang, X., Ahmed, T., Rack, H.J.** Phase transformation in Ti-Nb-Ta and Ti-Nb-Ta-Zr alloys. *Journal of Materials Science*, Vol. 35, pp. 1805-1811, 2000.
- 8 **Schneider, S.; Schneider, S. G.; Silva, H. M.; Moura Neto, C.** The study of the non-linear stress-strain behavior in Ti-Nb-Zr alloys. 59° Congresso Anual da ABM, São Paulo, 2004.

MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL EVALUATION OF Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta ALLOY UNDER DIFFERENT HEAT TREATMENT CONDITIONS

*Luciane Monteiro Elias⁽¹⁾
Sandra Giacomini Schneider⁽²⁾
Sergio Schneider⁽³⁾*

Abstract

Titanium and its alloys constitute an important class of metals that have been used for biomedical applications due to their high biocompatibility. Among these materials, the Ti-35,3Nb-7,1Zr-5,1Ta alloy, a β -type titanium alloy, shows lower elastic modulus than others and good physical and chemical properties. The mechanical properties of high strength β -titanium alloys are very sensitive to variations in processing parameters. Careful process control and profound knowledge of the influence of processing on microstructure and properties are of significant importance for the manufacturing of β -titanium alloy products of high quality. The aim of this work was to characterize microstructural and mechanical properties of Ti-35.3Nb-5.1Ta-7.1Zr alloy under different heat treatments conditions to attain the best processing parameters. Microstructural analyzes of the alloy in heat-treated conditions were performed using Light Microscopy and microhardness tests. Mechanical characterization was based in room temperature tensile tests. The obtained results showed that the alloy that combines the best microstructural and mechanical features was produced following this route: solution treatment at 1100°C/6h, cold working and annealing treatment at 1100°C/6h

Key-words: Thermo-mechanical processing; Biomaterials; Microstructures.

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

1 . Aluna de pós-graduação/Faenquil - Faculdade de Engenharia Química de Lorena

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

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