

RECRISTALIZAÇÃO EM LIGAS DE Ti-Nb-Si DEFORMADAS POR COMPRESSÃO¹

Helton José Rodrigues Cabral²
 Patrícia Gomes de Andrade Borges²
 Andrea Macleybiane Gois Tavares³
 Sandra Andreia Stewart de Araujo Souza⁴
 Sandro Griza⁵
 Wilton Walter Batista⁶

Resumo

Ligas de Ti-Nb-Si são promissoras para uso em implantes ortopédicos devido às suas propriedades mecânicas, biocompatibilidade e baixo módulo de elasticidade. A recristalização consiste na formação de novos grãos pelo aquecimento de um material previamente deformado a frio. Neste trabalho foi realizado um estudo de recristalização em ligas de Ti-Nb-Si, com o objetivo de obter uma boa combinação de resistência mecânica e ductilidade. Foram produzidas ligas de Ti-Nb com quatro composições diferentes que foram homogeneizadas a 1.000°C por 8 horas. As ligas homogeneizadas foram deformadas por compressão com 15 toneladas e em seguida recristalizadas nas temperaturas de 900°C e 1.000°C por 1 hora. Foi avaliado o efeito da recristalização na microestrutura e na microdureza das ligas.

Palavras-chave: Ligas de titânio; Recristalização; Módulo de elasticidade; Ductilidade.

RECRYSTALLIZATION IN Ti-Nb-Sb ALLOYS DEFORMED BY COMPRESSION

Abstract

Ti-Nb-Si alloys are promising for use in orthopedic implants because of their mechanical properties, biocompatibility and low elastic modulus. Recrystallization is the formation of new grains by heating a material previously cold deformed. In this paper was performed a study of recrystallization in Ti-Nb-Si alloy, in order to get a good combination of strength and ductility. Were produced Ti-Nb alloys with four different compositions that were homogenized at 1.000°C for 8 hours. The homogenized alloys were deformed by compression with 15 tons and was then recrystallized at temperatures of 900°C and 1.000°C for 1 hour. Was evaluated the effect of recrystallization on microstructure and microhardness of the alloys.

Key words: Titanium alloys; Recrystallization; Elastic modulus; Hardness; Ductility.

¹ Contribuição técnica ao 68^o Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.

² Mestrando, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.

³ Doutoranda, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.

⁴ Doutora em Engenharia mecânica pela Universidade Estadual de Campinas; Pesquisadora da Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.

⁵ Doutor em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS); Professor adjunto da Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.

⁶ Doutor em Engenharia Mecânica pela Universidade Estadual de Campinas (Unicamp); Professor adjunto da Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

As ligas de Ti-Nb-Si são promissoras para a aplicação em implantes ortopédicos por possuírem uma satisfatória combinação de propriedades. Têm boa resistência mecânica, elevada resistência à corrosão e boa conformabilidade. Além disso, os elementos que constituem esta liga são biocompatíveis, ou seja, não causam efeitos nocivos ao corpo humano.⁽¹⁾ Por esses motivos, essas ligas vêm gradativamente substituindo outros materiais utilizados em implantes. Outra característica importante dessa liga é que os elementos Nb e Si são estabilizadores da fase β do Ti. Além disso, o Si é apontado como supressor da fase metaestável ω .⁽²⁾ Para que um implante seja eficiente, é necessário que seu módulo de elasticidade tenha valores próximos ao módulo do osso, já que a grande diferença entre os módulos pode ocasionar a reabsorção óssea e soltura do implante, causando sua falha.⁽³⁾ Ligas de Ti do tipo β têm o módulo de elasticidade menor quando comparadas às ligas do tipo α devido à sua estrutura cristalina cúbica de corpo centrado. O módulo de dessa liga pode chegar a valores por volta de 50 GPa⁽⁴⁾ que é próximo ao módulo do osso (30 Gpa).

1.1 Recristalização

Recristalização é o processo de formação de novos grãos pelo aquecimento de um material previamente deformado a frio. Uma parte da energia aplicada durante a deformação plástica é armazenada como tensões residuais em forma de discordâncias e quanto maior o grau de deformação, maior o número de discordâncias e, conseqüentemente, a energia interna armazenada.⁽⁵⁾ Essa energia armazenada é a força motriz para o processo de recristalização.⁽⁶⁾ Em um material deformado, as mudanças estruturais que ocorrem durante a recristalização acontecem para diminuir a energia armazenada durante a deformação, através da redução da densidade de discordâncias.⁽⁷⁾ Como consequência da recristalização, há alteração nas propriedades dos materiais. À medida que se aumenta a deformação imposta sobre um material, a resistência mecânica é elevada e a ductilidade é reduzida. Isso se deve ao fato da energia interna dificultar o movimento das discordâncias e, conseqüentemente, a deformação plástica. Por outro lado, após a recristalização a energia interna é reduzida e a resistência mecânica diminui, porém a ductilidade aumenta.

A recristalização é dependente do tempo e quanto maior o tempo de aquecimento, menor a temperatura necessária para que ela ocorra. A temperatura de recristalização é definida como a temperatura na qual um material recristaliza completamente no intervalo de 1 hora e depende de alguns fatores como a quantidade de deformação imposta ao material antes da recristalização. Quanto maior a taxa de deformação, menor a temperatura necessária para que ocorra a recristalização. Além disso, é preciso uma deformação mínima para que a recristalização seja possível.⁽⁸⁾ Este trabalho apresenta um estudo de recristalização em ligas de Ti deformadas por compressão. O estudo de deformação e recristalização é uma forma simples e eficiente de alterar as propriedades dos materiais, fazendo com que seja possível, com a combinação de diferentes taxas de deformação e rotas de recristalização, conseguir uma boa combinação de resistência mecânica e ductilidade. A Figura 1 apresenta as variações da resistência mecânica e da ductilidade com o aumento da temperatura em um material deformado a frio.⁽⁹⁾ A resistência mecânica de um material aumenta quanto maior for

a deformação imposta sobre ele, porém cada vez mais a ductilidade é reduzida. À medida que se eleva a temperatura de recristalização, a resistência mecânica vai sendo reduzida e a ductilidade aumentando, até que se consiga uma combinação ótima entre resistência e ductilidade. Porém, se a temperatura for muito elevada, pode promover um crescimento excessivo dos grãos, reduzindo bastante a resistência mecânica.

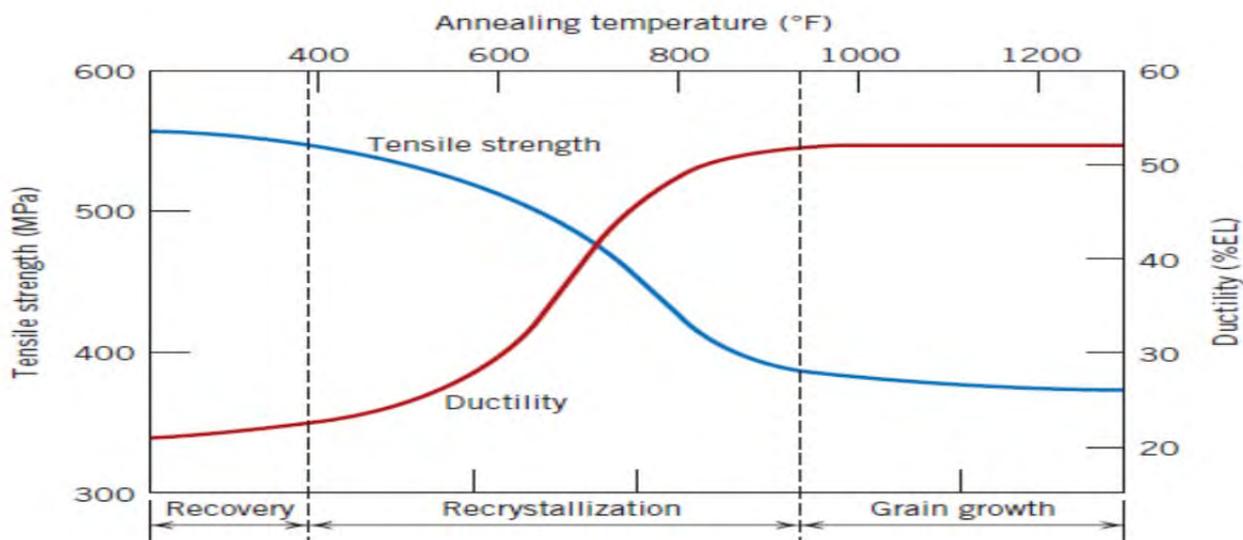


Figura 1. Variações da resistência mecânica e da ductilidade com aumento da temperatura em um material deformado a frio.⁽⁹⁾

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Produção das Ligas

As ligas foram produzidas em um forno a arco com eletrodo não consumível de tungstênio e cadinho de cobre refrigerado a água. Foram produzidos lingotes de 50 g de quatro diferentes composições (Tabela 1). De acordo com Hanada, Matsumoto, Watanabe et al.,⁽¹⁰⁾ a concentração de Nb necessária para reter a fase β na temperatura ambiente é 36% em peso. Por esse motivo, a quantidade de Nb foi mantida constante em 35% do peso, enquanto a quantidade de Si variou em cada liga. Os lingotes produzidos foram aquecidos a uma temperatura de 1.000°C por 8 horas para garantir uma maior homogeneidade composicional.

Tabela 1. Composição das ligas produzidas

Ligas	Percentual em Peso dos Componentes
1	Ti-35Nb
2	Ti-35Nb-0,15Si
3	Ti-35Nb-0,35Si
4	Ti-35Nb-0,55Si

2.2 Deformação por Compressão

Dos lingotes homogeneizados foram retirados corpos de prova que foram deformados em uma prensa hidráulica Marcon, modelo MPH – 15, com capacidade de carga de 15 toneladas e com o auxílio de uma matriz de compressão projetada para garantir uma deformação mais uniforme (Figura 2).



Figura 2. Prensa hidráulica Marcon, modelo MPH-15 com capacidade de carga de 15 toneladas e matriz utilizadas na deformação.

2.3 Recristalização

As amostras deformadas foram aquecidas nas temperaturas de 900°C e 1.000°C por um período de 1 hora para avaliar o efeito de diferentes temperaturas na recristalização.

2.4 Microscopia Óptica

Após a deformação e recristalização, as amostras foram embutidas em resina de cura a frio e lixadas com lixas de grana 80, 180, 500 e 1.200 e, posteriormente, polidas com o auxílio de uma politriz Arotec modelo Aropol-V2 e panos com abrasivo de suspensão de diamante de 6.0 e 3.0 e 1.0 μm , sequencialmente. Antes do polimento em cada pano, as amostras foram submetidas a banho de ultrassom em uma lavadora ultrassônica digital da Sanders Medical, modelo soniclean 2PS, para garantir uma maior limpeza. Em seguida, as amostras foram atacadas quimicamente com solução de Kroll para a revelação da microestrutura e então analisadas e fotografadas em um microscópio óptico modelo Carl ZEISS Axio SCOPE A.1.

2.5 Microdureza

Para a obtenção da microdureza, foi utilizado um microdurômetro da Shimadzu, modelo HMV-2T, com carga de 200 gf e tempo de impressão de 15 segundos. Foram feitas cinco impressões em cada amostra, a partir das quais foram calculados os valores médios de microdureza Vickers.

3 RESULTADOS

3.1 Microscopia Óptica

As Figuras 3 a 5 mostram as microestruturas das ligas após a deformação e após a recristalização.

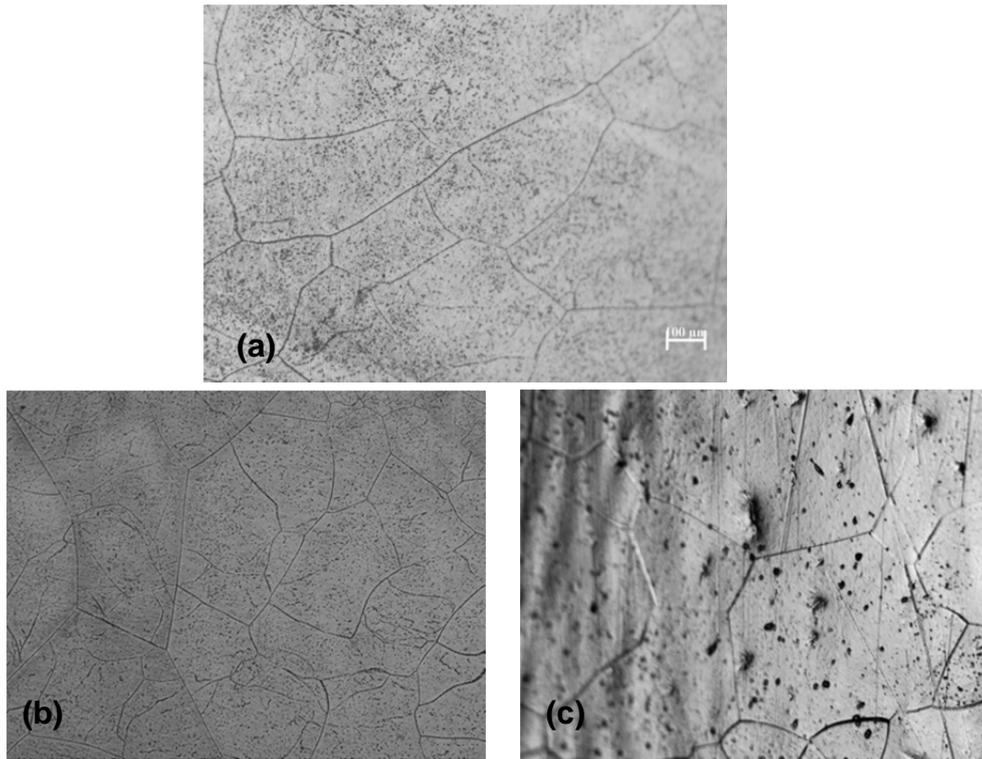


Figura 3. Liga Ti-35Nb-0,15Si com aumento de 100 vezes: (a) deformada, (b) recristalizada a 900° por 1 hora e (c) recristalizada a 1000° por 1 hora.

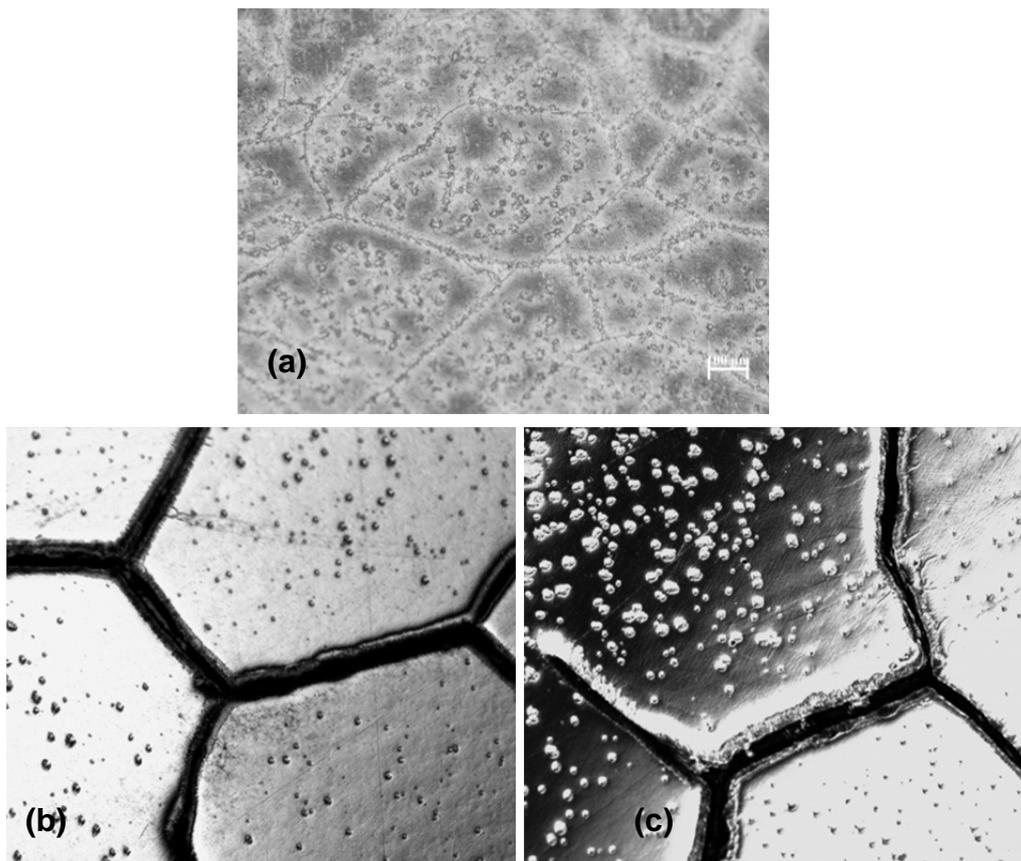


Figura 4. Liga Ti-35Nb-0,35Si : (a) deformada com aumento de 50 vezes, (b) recristalizada a 900° por 1 hora com aumento de 200 vezes e (c) recristalizada a 1000° por 1 hora com aumento de 200 vezes.

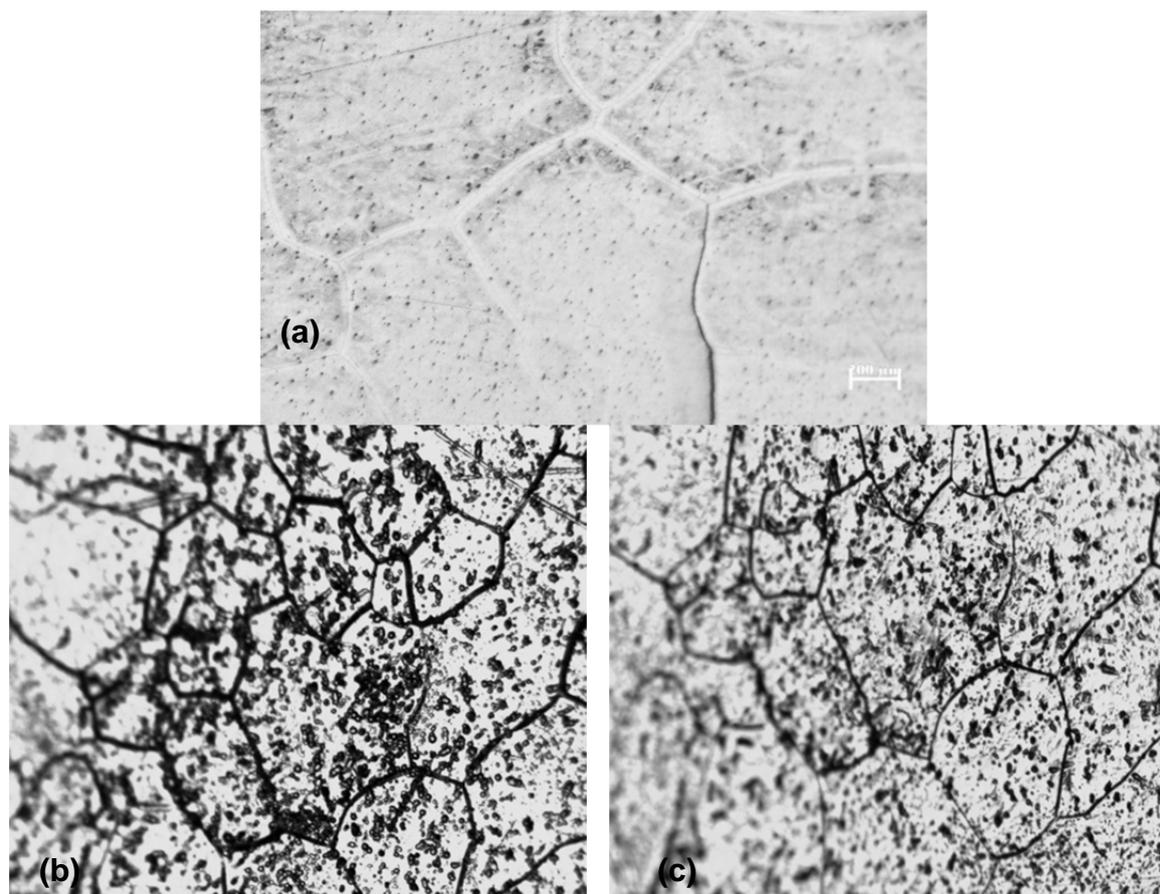


Figura 5. Liga Ti-35Nb-0,55Si: (a) deformada com aumento de 100 vezes, (b) recristalizada a 900° com aumento de 50 vezes e (c) recristalizada a 1000° com aumento de 50 vezes.

3.2 Microdureza

A Tabela 2 apresenta os resultados de microdureza Vickers obtidos para as ligas após a deformação e após as diferentes temperaturas de recristalização.

Tabela 2. Microdureza das ligas

Liga	Microdureza antes da deformação	Microdureza após a deformação	Microdureza após a recristalização a 900°	Microdureza após a recristalização a 1000°
Ti-35Nb	275 ± 6	364 ± 6	328,2 ± 11,14	296,8 ± 9,60
Ti-35Nb-0,15Si	301 ± 6	328 ± 5	326,4 ± 4,92	302,2 ± 6,85
Ti-35Nb-0,35Si	313 ± 5	390 ± 10	308,4 ± 6,22	295,2 ± 10,38
Ti-35Nb-0,55Si	322 ± 9	450 ± 6	368,6 ± 9,50	336 ± 4,86

4 DISCUSSÃO

4.1 Microscopia Óptica

A intensidade de deformação sofrida por um material influencia na fração volumétrica recristalizada.⁽¹¹⁾ A Figura 3a mostra que a liga Ti-35Nb-0,15Si deformada tem grãos alongados na direção da deformação. Após a recristalização (Figura 3b), foram formados novos grãos isentos dos efeitos da deformação. Quando a temperatura de recristalização foi elevada para 1.000° (Figura 3c), houve pouca variação na microestrutura da liga. Na liga Ti-35Nb-0,35Si, a recristalização a 1.000° (Figura 4b), produziu grãos maiores que a recristalização a 900°, indicando que nessa temperatura as ligas já estavam em uma faixa de crescimento excessivo dos grãos (Figura 1). O tamanho do grão foi medido através do número ASTM, que consiste em contar o número de grãos por polegada quadrada com um aumento de 100 vezes e aplicar na equação: $N=2^{n-1}$. Quanto maior o número ASTM, mais refinado o grão. A recristalização a 900° originou grãos com número 3,8 enquanto o número das ligas recristalizadas a 1.000° foi 3,0. Este crescimento dos grãos reflete na resistência mecânica das ligas, já que quanto maior o tamanho do grão, menor a resistência. A liga Ti-35Nb-0,55Si não mostrou diferenças significativas nos grãos recristalizados a 1000° em relação à recristalização a 900°.

4.2 Microdureza Vickers

A Tabela 3 mostra que após a deformação todas as ligas tiveram um acréscimo em suas microdurezas, devido ao aumento da energia interna armazenada. Porém, quanto maior o grau de deformação menor é a ductilidade, podendo até fragilizar um material. Quando um material deformado é recristalizado a energia interna armazenada é liberada, reduzindo gradativamente a resistência e aumentando a ductilidade. As ligas recristalizadas a 900° tiveram suas durezas reduzidas em comparação com as ligas deformadas, porém as durezas foram maiores que as das ligas não deformadas. Estes resultados confirmam que esta rota de deformação-recristalização foi eficiente para aumentar a dureza e recuperar a ductilidade das ligas. A recristalização a 1.000° fez com que os valores de dureza ficassem muito próximos aos das ligas não deformadas, indicando um crescimento excessivo dos grãos.

5 CONCLUSÃO

As temperaturas de recristalização investigadas foram eficientes para formar novos grãos isentos dos efeitos de deformação. A temperatura de 900° fez com que os valores de microdureza fossem maiores que os das ligas não deformadas, aliviando a energia armazenada durante a deformação e recuperando a ductilidade. A recristalização a 1.000° provocou um crescimento de grão excessivo e não possibilitou um aumento significativo na dureza.

Agradecimentos

Ao CNPq e a CAPES pelo suporte financeiro e à Universidade Federal de Sergipe por disponibilizar os equipamentos e laboratórios.

REFERÊNCIAS

- 1 EINSENBARTH, E. et al. Biocompatibility of β -stabilizing elements of titanium alloys. *Biomaterials*, v. 25, p. 5705-5713, 2004.
- 2 KIM, H.S.; KIM, W.Y.; LIM, S.H. Microstructure and elastic modulus of Ti-Nb-Si ternary alloys for biomedical applications. *Scripta Materialia*, v. 54, p. 145-163, 2006.
- 3 RACK, H.J.; QAZI, J.I. Titanium alloys for biomedical applications. *Materials Science and Engineering C*, v.26, p. 1269-1277, 2006.
- 4 LIU, X.; CHU, P.K.; DING, C. Surface modification of titanium, titanium Alloys, and related materials for biomedical applications. *Materials Science and Engineering R*, p. 49-121, 2004.
- 5 ASKELAND, D.R.; PHULÉ, P.P. Ciência e engenharia dos materiais. São Paulo, Cengage Learning, 2008.
- 6 SANTOS, R.G. Transformações de fases em materiais metálicos. Campinas, editora da UNICAMP, 2006.
- 7 PADILHA, A.F.; SICILIANO, F. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e Textura. 2 ed. São Paulo, ABM, 1996.
- 8 HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. Elsevier, 2004.
- 9 CALLISTER, W.D. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- 10 HANADA, S.; MATSUMOTO, H.; WATANABE, S. Mechanical compatibility of titanium implants in hard tissues. *International Congress Series*, v. 1284, p. 239-247, 2005.
- 11 SANDER, B.; RAAB, D. Texture inhomogeneity in a Ti-Nb-based β -titanium alloy after warm rolling and recrystallization. *Materials Science and Engineering A*, v. 479, p. 236-247, 2008.