

UNESP - UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de Guaratinguetá

TIAGO ZEQUIM TRABACHINI

**CARACTERIZAÇÃO DA LIGA DO SISTEMA BINÁRIO
TI-15MO PARA APLICAÇÕES BIOMÉDICAS**

**Guaratinguetá
2012**

TIAGO ZEQUIM TRABACHINI

CARACTERIZAÇÃO DA LIGA DO SISTEMA BINÁRIO TI-15MO PARA
APLICAÇÕES BIOMÉDICAS

Trabalho de Síntese apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Ana Paula Rosifini Alves Claro

Guaratinguetá
2012

T758c	<p>Trabachini, Tiago Zequim Caracterização da liga do sistema binário TI-15MO para aplicações biomédicas / Tiago Zequim Trabachini – Guaratinguetá : [s.n], 2012. 44 f. : il. Bibliografia: f. 41-44</p> <p>Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2012. Orientadora: Profª Drª Ana Paula Rosifini Alves Claro</p> <p>1. Ligas de titânio 2. Metais – Tratamento TérmicoI. Título</p> <p>CDU 669.295</p>
-------	--

unesp  UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

**CARACTERIZAÇÃO DA LIGA DO SISTEMA BINÁRIO Ti-15Mo PARA
APLICAÇÕES BIOMÉDICAS**

TIAGO ZEQUIM TRABACHINI

ESTA MONOGRAFIA FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO
TÍTULO DE
"ENGENHEIRO DE MATERIAIS"

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELA COORDENAÇÃO DO CURSO DE
ENGENHARIA DE MATERIAIS


Prof. Dr. MARCOS VALÉRIO RIBEIRO
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. ANA PAULA ROSIENI ALVES CLARO
Orientador/UNESP-FEG


Prof. PETERSON LUIZ FERRANDINI
UNESP-FEG


Prof. Dr. MARCOS VALÉRIO RIBEIRO
UNESP-FEG

Dezembro de 2012

AGRADECIMENTOS

Primeiramente gostaria de agradecer a Deus por estar sempre me guiando, me iluminado e por me dar plenas condições de realizar este trabalho.

Aos meus pais, José Ricardo e Kátia, que apesar das dificuldades enfrentadas, sempre incentivaram meus estudos e esforço realizado com enorme apoio durante esses cinco anos de crescimento.

A minha companheira Bruna Barbi por me incentivar, compreender e sempre auxiliar em momentos difíceis.

Aos amigos André Rangel, Tales Marongio, Daniel Virgilio, José Alberto, Fernando Henrique, Bruno Robson e Pêrsio Mozart pelo companheirismo nestes anos.

Gostaria de agradecer aos professores do DMT que sempre estiveram presentes e auxiliaram a minha formação pessoal e acadêmica, em especial a professora Ana Paula Rosifini Alves Claro pela dedicação e atenção dedicada durante os anos de curso.

A todos os amigos que fiz durante a faculdade, pelos intermináveis churrascos e festas, pela grande amizade e convivência.

A minha sincera gratidão vai para aquelas pessoas que brindaram as alegrias, mas também, estiveram presentes nas situações onde não existiam felicitações.

E a todos que de maneira direta ou indireta, que me ajudaram a dar esse passo importante na nossa vida.

TRABACHINI, T.Z. **Caracterização das ligas experimentais do sistema binário ti-15mo visando aplicações biomédicas.** 2012. 44 f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia de Materiais) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012.

RESUMO

Por apresentarem excelentes propriedades mecânicas, resistência a corrosão e biocompatibilidade, muitas pesquisas vêm sendo realizadas com relação a aplicações biomédicas das ligas de titânio. O presente trabalho tem como objetivo o estudo da liga experimental do sistema binário Ti-15Mo, no estado bruto de fusão e após tratamento térmico de homogeneização, solubilização e calcinação (simulando condições empregadas para crescimento de nanotubos) visando aplicações biomédicas. As amostras foram obtidas por fundição dos componentes em um forno arco voltaico com atmosfera inerte de argônio. Após a obtenção da liga, a mesma foi tratada termicamente em três diferentes tratamentos térmicos, sendo eles a homogeneização, solubilização e a simulação de calcinação. As fases presentes foram avaliadas por difração de raios-X, microscopia ótica e por ensaio de microdureza.

PALAVRAS-CHAVE: Ligas de Ti-15Mo, Biomateriais, Tratamento térmico, Caracterização Microestrutural.

TRABACHINI, T.Z. **Characterization of experimental alloys of the binary ti-15mo system seeking biomedical applications.** 2012. 46 f. Graduate Work (Graduate in Materials Engeneering) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012.

ABSTRACT

As they have excellent mechanical properties, corrosion resistance and biocompatibility, much research has been conducted with respect to biomedical applications of titanium alloys. This work aims to study the experimental system binary alloy Ti-15Mo, in the raw state of fusion and heat treatment after homogenization, solubilization and calcination (simulating conditions employed for nanotube growth) targeting biomedical applications. Samples were obtained by casting the components in an electric arc furnace with inert atmosphere of argon. After obtaining the alloy, it was heat treated at three different heat treatments, namely homogenizing, calcining and simulation solubilization. The phases present were analyzed by X-ray diffraction, optical microscopy and microhardness testing.

KEYWORDS: Ti-15Mo alloys, Biomaterials, Heat treatment, Microestructural characterization.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	6
1.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	9
2. REVISÃO DA LITERATURA	10
2.1 TITÂNIO	10
2.2 MOLIBDÊNIO	11
2.3 CLASSIFICAÇÕES DAS LIGAS DE TITÂNIO	12
2.3.1. Ligas α	13
2.3.2. Ligas pseudo-alfa (α')	14
2.3.3. Ligas $\alpha+\beta$	14
2.3.4. Ligas pseudo-β e ligas β	15
2.4. LIGAS DE TI-MO	16
2.5 TRATAMENTOS TÉRMICOS DAS LIGAS DE TITÂNIO	17
2.5.1 Alívio de tensões	18
2.5.2 Recozimento	19
2.5.3 Solubilização e Envelhecimento	21
2.5.4 Tempera	22
2.6 INFLUÊNCIAS DOS ELEMENTOS DE LIGA NA OBTENÇÃO DE MICROESTRUTURAS E NA MICRODUREZA EM LIGAS DE TITÂNIO	23
2.7 DUREZA	24
3. MATERIAIS E MÉTODOS	25
3.1 OBTENÇÃO DAS LIGAS	26
3.2 HOMOGENEIZAÇÃO	28
3.3 SOLUBILIZAÇÃO	28
3.4 CALCINAÇÃO	29
4. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	30
4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	30
4.2 MICROSCOPIA ÓTICA	30
4.3 MICRODUREZA	32
5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	34
5.1 FASES E MORFOLOGIA NO ESTADO BRUTO DE FUSÃO	34
5.2 FASES E MORFOLOGIA APÓS O TRATAMENTO DE HOMOGENEIZAÇÃO	34
5.3 FASES E MORFOLOGIA APÓS TRATAMENTO DE SOLUBILIZAÇÃO	35
5.4 FASES E MORFOLOGIA APÓS SIMULAÇÃO DE CALCINAÇÃO	36
5.5 MICRODUREZA	38
6. CONCLUSÃO	40
REFERÊNCIAS	41

1. INTRODUÇÃO

Biomaterial é definido como qualquer substância ou combinação, de origem natural ou sintética, que pode ser usada por qualquer que seja o período de tempo, aumentando ou substituindo parcial ou totalmente qualquer tecido, órgão ou função do corpo.

Esses materiais podem ser classificados de acordo com sua origem, ou seja, se possuem origem sintética ou origem natural. Os biomateriais considerados sintéticos são provenientes de materiais sintéticos, como por exemplo, polímeros, compósitos, cerâmicos e metálicos. Já os biomateriais considerados naturais são provenientes de partes doadora do próprio indivíduo ou de partes provenientes de outros organismos. A Figura 1 representa a classificação dos biomateriais em sintéticos ou naturais.

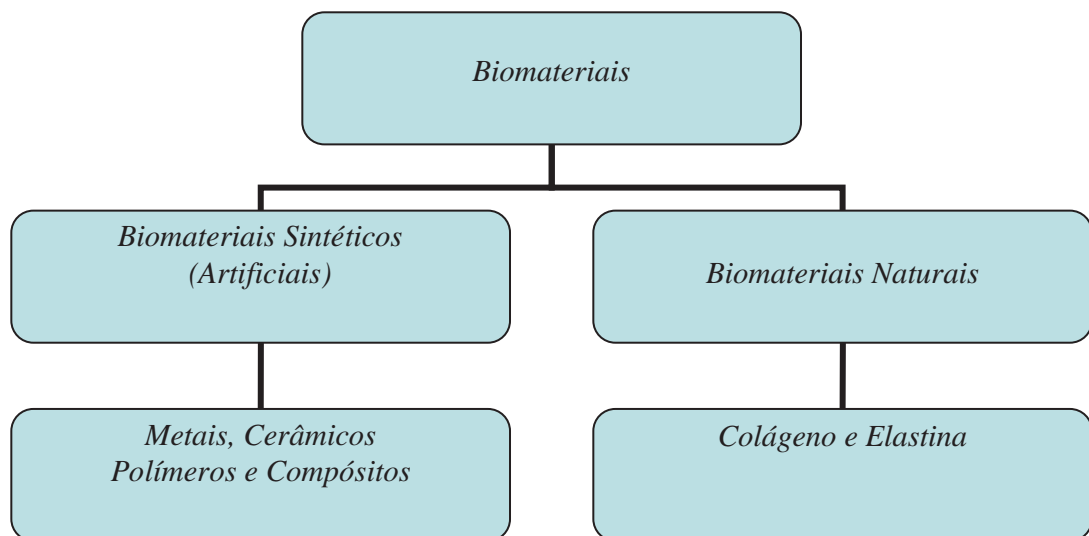


Figura 1- Classificação dos Biomateriais (Adaptado de VALLET-REGÍ *et al.*, 2004)

Geralmente os biomateriais sintéticos quando são inseridos no osso, estão encapsulados por uma cápsula fibrosa, que pode impedir uma osseointegração correta comprometendo a estabilidade da prótese. (GODLEY; STAROSVETSKY; GOTMAN, 2004).

Os biomateriais possuem outra classificação que é ligada diretamente com a resposta do organismo após a sua inserção. Podem ser classificados em: biotolerantes, bioativos e bioreabsorvíveis (GEETHA *et al.*; 2009). Nos biotolerantes forma-se uma cápsula que não

adere a superfície do implante, já nos bioativos existe a formação de tecido ósseo ao redor do implante. Abaixo segue o Tabela 1 com a classificação dos biomateriais de acordo com a resposta do organismo.

Tabela 1: Classificação dos biomateriais de acordo com a resposta do organismo.

CLASSIFICAÇÃO	RESPOSTA	EXEMPLOS
Materiais biotolerantes	Formação de tecido conectivo fino (0,1-10 μ m) e a cápsula não adere a superfície do implante	Poli-tetrafluoretileno (PTFE); poli-metilmetacrilato (PMMA), Ti, CoCr
Materiais Bioativos	Formação de tecido ósseo em torno do implante e fortemente integrado com a superfície do implante	Biovidro, fosfato de cálcio sintético
Materiais bioreabsorvíveis	Substituição por tecido autólogo	Ácido polilático, e poliglicol; enxertos ósseos processados.

Após a inserção do implante no organismo humano, uma série de reações é provocada pela interação do implante com fluidos corpóreos, proteínas e células. Essas reações podem ser observadas em diferentes intervalos de tempo na Figura 2 (Geetha et al., 2009).

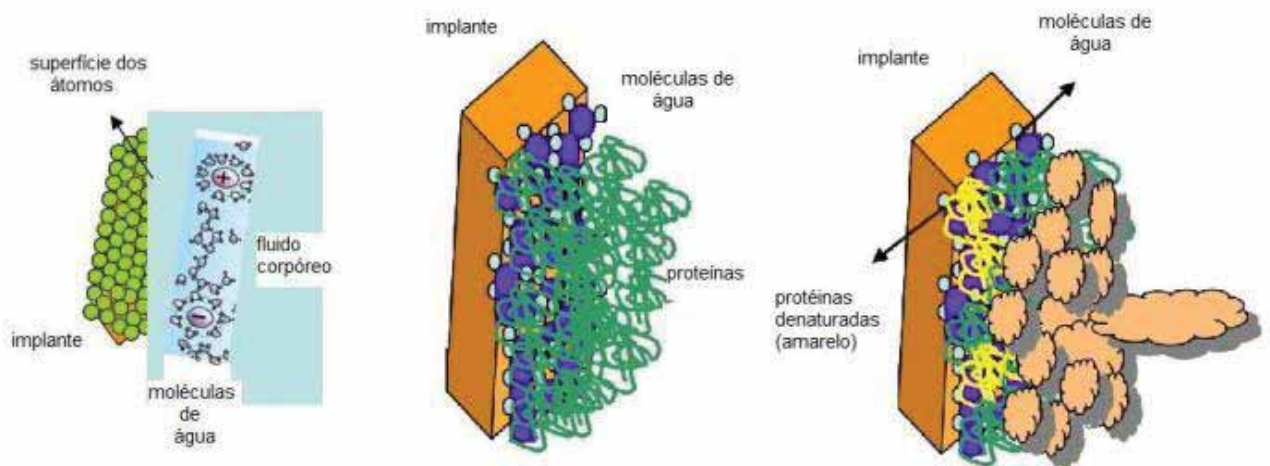


Figura 2: Reações do organismo em diferentes intervalos de tempo.

Biomateriais metálicos geralmente são empregados para restaurar a função de tecidos duros, sendo utilizados em junções, ossos artificiais, coroas e implantes dentários, como mostrados na Figura 3 (HO,2005).



Figura 3: Diversos tipos de implantes metálicos.

Titânio e suas ligas vêm sendo empregados como biomateriais, por apresentarem excelente biocompatibilidade, elevado módulo de elasticidade, elevada resistência a corrosão e boas propriedades mecânicas, estas extremamente dependentes do balanço entre as fases presentes (HO, 1999;OLIVEIRA, 2006). A resistência a corrosão ganha destaque quando se toca no assunto de substituição de tecidos duros ou junções no corpo humano, pois existem fluidos extremamente agressivos no interior do corpo humano.

Uma das ligas de titânio que teve um grande destaque foi a liga Ti-6Al-4V, por apresentar as características anteriormente citadas, porém estudos comprovaram que os íons livres de Alumínio e Vanádio eram prejudiciais e podiam causar doenças neurológicas(KUMAR, 2008; WATANABE;TOPHAM,2004;WALKER,1998), então novas ligas foram desenvolvidas com elementos que não eram tóxicos, entre esses elementos estão o nióbio, tântalo, zircônio, molibdênio e ferro(GEETHA,2009;KURODA,1998).Com a utilização desses elementos novas ligas surgiram, entre elas podemos citar a Ti-6Al-7Nb ,Ti-5Al-2.5Fe,Ti-13Nb-13Zr, Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr, entre outras (KURODA, 1998; NIINOMI,2003;TOKAJI, 1998).

Ligas $\alpha+\beta$ apresentam boa resistência a corrosão, biocompatibilidade e boas propriedades mecânicas, porém as ligas B levam vantagem, pois suas características podem ser controladas através de tratamentos térmicos como solubilização, envelhecimento (KARASEVSKAYA, 2003). Devido ao titânio possuir duas formas alotrópicas, os tratamentos térmicos realizados nas ligas são baseados nas transições de fases que ocorrem no durante o aquecimento e o resfriamento das mesmas, sendo assim segundo SZKLINIARZ, 2003 através de tratamento térmico é possível produzir mudanças estruturais desejáveis e mudanças nas propriedades.

1.1 Objetivos Específicos

A partir do exposto esse trabalho tem com objetivo principal o estudo da liga experimental do sistema binário Ti-15Mo, no estado bruto de fusão e após tratamento térmico de homogeneização, solubilização e calcinação (simulando condições empregadas para crescimento de nanotubos) visando aplicações biomédicas.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Titânio

O Titânio mostrado na Figura 4 é um elemento muito conhecido pela sua excelente resistência à corrosão, biocompatibilidade e pelas notáveis propriedades mecânicas. Sua excelente resistência à corrosão deve-se a formação de uma camada passiva de óxido de titânio (TiO₂) de aproximadamente 2mm-10mm a partir do momento em que sua superfície entra em contato com o oxigênio.



Figura 4: Elemento titânio.

É um elemento que está presente em diversos minerais, sendo proveniente principalmente do rutilo e da ilmenita. Apresenta baixa densidade, quando puro é facilmente trabalhado, devido à sua elevada ductilidade e além disso, quando puro é tão resistente quanto ao ferro. Quimicamente, é um dos elementos de transição da tabela periódica, pois possui a camada d incompleta, o que torna possível combinar-se com diversos elementos formando soluções sólidas substitucionais.

Possui uma temperatura de fusão de 1668° C e ponto de ebulição de 3287 °C, apresentando em sua forma elementar até a temperatura de 882°C uma estrutura hexagonal compacta (α) e a temperaturas superiores apresenta uma estrutura cúbica de corpo centrado (β). (LIU, 2001).

O Titânio é o quarto metal mais abundante na crosta terrestre, ultrapassado somente pelo ferro, alumínio e magnésio, porém sua aquisição se torna cara devido a dificuldade do seu processamento. (BIELER, 2005). Abaixo segue Tabela 2 com algumas propriedades do titânio não ligado:

Tabela 2- Propriedades do titânio não ligado.

Número atômico	22
Peso atômico	7,9 g/mol
Temperatura estrutura cristalina α (HC)	882 °C
Temperatura estrutura cristalina β (CCC)	Superiores a 882° C
Densidade	4,54 g/cm ³
Ponto de fusão	1668 °C
Ponto de ebulição	3287 °C
Entalpia de fusão	15,45 kJ/mol
Calor específico	520 J/kgK
Condutividade térmica	19,2 W/mK
Módulo de elasticidade α	105 GPa
Tensão limite de escoamento α	692 MPa
Limite de resistência a tração α	785 MPa

2.2 Molibdênio

Por ser um material com elevada resistência mecânica e quando ligado com outros constituintes apresenta um aumento na resistência à corrosão, faz com que o molibdênio seja significativamente utilizado na fabricação de ligas ferrosas e não-ferrosas.

É um metal com aspecto branco prateado e assemelha-se muito com o tungstênio, possui um ponto de ebulição muito alto, chegando a aproximadamente 5560 °C o que dificulta o seu uso nas indústrias.

As principais aplicações do molibdênio voltam-se para materiais cujas necessidades são aumentar a resistência mecânica e à corrosão e também no propósito de melhorar desempenho a elevadas temperaturas, sendo assim é utilizado no processamento de ligas, exemplificadas pela fabricação de automóveis e aviões. No Tabela 3 estão localizadas maiores informações sobre o molibdênio não ligado:

Tabela 3- Propriedades do molibdênio não ligado.

Número atômico	44
Peso atômico	95,94 g/mol
Densidade	10,2 g/cm ³
Ponto de fusão	2610 °C
Ponto de ebulição	5560 °C
Entalpia de fusão	37,48 kJ/mol
Calor específico	250 J/kgK
Condutividade térmica	138 W/mK

2.3 Classificações das Ligas de Titânio

As ligas de titânio são classificadas de acordo com as fases presentes em sua microestrutura e há 5 categorias de classificação das ligas: alfa(α), pseudo-alfa(α'), beta(β), pseudo-beta(β') e por fim ligas alfa+beta ($\alpha+\beta$). (WEISS 1999)

Com relação aos elementos de liga para o titânio, há três categorias: estabilizadores α , estabilizadores β e neutros. Os estabilizadores α são responsáveis por estabilizar a fase α nas ligas de titânio, e esses elementos são representados pelo alumínio, oxigênio, nitrogênio e carbono. Já os estabilizadores β estabilizam a fase β e são representados principalmente por elementos como o molibdênio, o vanádio, o tântalo e o nióbio.

Existem materiais que são considerados importantes elementos de liga para a constituição das ligas de titânio, entre eles podem ser citados o alumínio, o molibdênio, vanádio entre outros. O alumínio por formar com o titânio soluções sólidas, que aumentam a resistência e também diminuem a densidade; o molibdênio e o vanádio por serem os principais estabilizadores da fase B, sendo assim conferindo uma maior resistência.

Abaixo segue o Tabela 4 com os principais elementos de liga e os efeitos que eles causam na estrutura e nas propriedades das ligas. (BIELER, 2005)

Tabela 4- Influência dos elementos de liga.

Elemento de Liga	Quantidade (% peso)	Efeitos na estrutura e propriedades
Alumínio (Al)	2 até 7	Alfa estabilizador, endurecedor por solução sólida, reduz a densidade, melhora resistência a oxidação
Cobre (Cu)	2 até 6	Beta estabilizador eutetóide, melhora a soldabilidade, a e B endurecedor
Hidrogênio (H)	0,008 até 0,02	Beta estabilizador eutetóide, elemento intersticial
Ferro (Fe)		Beta estabilizador eutetóide
Molibdênio (Mo)	2 até 20	Beta estabilizador isomorfo, endurecedor moderado por solução sólida da fase β
Nickel (Ni)		Beta estabilizador eutetóide
Oxigênio (O)	0,1 até 0,4	Alfa estabilizador, elemento intersticial
Tântalo (Ta)		Beta estabilizador isomorfo

2.3.1. Ligas α

As ligas α apresentam uma menor capacidade de serem conformadas, por serem constituídas pela fase alfa, que apresenta uma estrutura cristalina hexagonal (HC). Essas ligas possuem de baixa à média resistência mecânica, boa tenacidade ao entalhe, boa ductilidade e excelentes propriedades mecânicas em temperaturas criogênicas, porém não podem ser tratadas termicamente como as ligas beta e ligas alfa+beta e conseqüentemente não são soldáveis (SCHAEFFER, 2006).

Os elementos alfa estabilizadores são aqueles que estabilizam a fase alfa, ou seja, aumentam a faixa de temperatura na qual essa fase é estável. Podem ser classificados de duas maneiras diferentes: substitucionais e intersticiais. Os substitucionais são representados pelo alumínio e pelo gálio, já os intersticiais são aqueles que favorecem o endurecimento por

soluções sólidas e aumentam a resistência à corrosão, como por exemplo, o oxigênio, nitrogênio e o carbono (SMITH, 1993).

2.3.2. Ligas pseudo-alfa (α')

As ligas pseudo-alfa são aquelas que apresentam em sua microestrutura tanto a fase α quanto a fase β , porém a quantidade de β presente é muito pequena, devido à adição de uma pequena quantidade de no máximo 2% do peso da liga de β estabilizadores (BIELER, 2005; SEMIANTIN 1999).

Essas ligas apresentam boa soldabilidade, elevada resistência a tração, em torno de 900MPa, baixa ductilidade e alto módulo de elasticidade, além disso, possuem elementos β estabilizadores que aumentam a faixa de temperatura de ocorrência $\alpha+\beta$ e permitem que essas ligas sejam trabalhadas a quente. (WEISS 1999).

2.3.3. Ligas $\alpha+\beta$

Por possuírem em sua composição tanto alfa estabilizadores quanto beta estabilizadores, as ligas $\alpha+\beta$ apresentam um conjunto de características das ligas α e das ligas β , como por exemplo, boa conformabilidade, resistência à fadiga a frio e por serem termicamente tratáveis. Em contrapartida, há uma deficiência dessas ligas, pois resultam em uma notória fragilidade a altas temperaturas. (SCHAEFFER, 2006).

As ligas Ti-5Al-2,5Fe e Ti-6Al-7Nb foram desenvolvidas na Europa, para aplicações médicas e odontológicas na década de oitenta (WANG, 1996). Também a liga Ti-6Al-4V tem sido amplamente empregada como material para implantes cirúrgicos em função da combinação de sua excelente biocompatibilidade, resistência à corrosão e propriedades mecânicas (KURODA et al. 1998; KOHN, 1998). No entanto, diversos autores têm questionado a presença do alumínio e vanádio, uma vez que a liberação de íons desses elementos tem sido associada a doenças como mal de Alzheimer e inflamações nos tecidos, respectivamente (IKEDA et al., 2002; LIN et al. 2002).

2.3.4. Ligas pseudo- β e ligas β

As ligas pseudo- β e β são ricas em β estabilizadores, que no resfriamento impedem a formação da martensita. Com relação a α estabilizadores, essas ligas apresentam menores quantidade desse elementos em relação as ligas α e $\alpha+\beta$.

As ligas β apresentam um módulo de elasticidade menor quando comparadas com as ligas α e as ligas $\alpha+\beta$, devido as primeiras possuem estruturas cúbicas de corpo centrado (CCC) enquanto que as ligas α apresentam uma estrutura cristalina hexagonal (HC) (NIINOMI, 2012). Já a frio e a quente, as ligas β têm boa resistência a fadiga, porém podem ser facilmente contaminadas pela atmosfera (SCHAEFFER, 2006). Quando comparadas com as ligas $\alpha+\beta$, as ligas β apresentam uma desvantagem com relação a sua densidade, ou seja, ligas $\alpha+\beta$ possuem uma densidade menor do que as ligas β . Após o tratamento térmico de solubilização essas ligas apresentam uma condição de 100% de fase β retida e conseqüentemente apresentam boa ductilidade e boa tenacidade (DONACHIE, 1989).

Em ligas que apresentam em sua estrutura a fase β metaestável, ocorre a precipitação da fase α durante o envelhecimento em temperaturas inferiores a temperatura transus, (450 a 650 °C) já em ligas que apresentam a fase β estável o endurecimento não pode ser obtido por envelhecimento. (WEISS; SEMEATIN, 1998).

Tanto o molibdênio quanto o vanádio são os dois principais estabilizadores da fase β e também são responsáveis pela maior resistência das ligas beta, esses elementos geralmente são encontrados nessas ligas com teores entre 2 a 20% do peso. (BIELER, 2005)

Segundo Donachie (1989) o titânio não apresenta a formação de componentes intermetálicos com os elementos β estabilizadores, geralmente esses elementos diminuem a temperatura transus fazendo com que a fase β seja estabilizada em temperaturas mais baixas. Os elementos estabilizadores da fase β são classificados em dois grupos distintos: isomorfos e eutéides. O grupo isomorfo é composto por materiais como o molibdênio, vanádio, tântalo e nióbio. Em contrapartida os β estabilizadores eutéides são o cromo, manganês, ferro, cobalto, níquel e cobre. (ANKEM e GREENE, 1999).

Conforme descrito por Aken e Greene (1999), em ligas β metaestáveis aonde ocorre a precipitação da fase α homogeneamente, ocorre um aumento no limite de resistência e na ductilidade da liga.

Atualmente, novas pesquisas são realizadas com ligas β , as quais apresentam a possibilidade de serem tratadas termicamente. O seu processamento pode ser controlado de maneira mais eficaz e assim resultar numa melhor produtividade. (KURODA, 1998).

2.4. Ligas de Ti-Mo

Devido a excelentes propriedades combinadas, como por exemplo, biocompatibilidade, resistência à corrosão e boas propriedades mecânicas, a liga Ti-6Al-4V vem sendo a mais utilizada durante um longo período na composição de implantes ortopédicos.(NIINOMI, 1998; KUMAR, 2008), porém o vanádio e o alumínio acabam soltando íons no organismo que se ultrapassarem certos limites podem causar doenças neurológicas, como por exemplo o Alzheimer.

Com a finalidade de se evitar esses problemas neurológicos, está sendo desenvolvida uma série de estudos sobre ligas β e suas aplicações como material ortopédico, devido a sua grande biocompatibilidade mecânica (KUMAR, 2008).Sistemas binários como o Ti-Ta e Ti-Mo vem sendo desenvolvidos para essas novas aplicações.

Conforme estudado por Ho et al.(1999), o sistema binário Ti-Mo apresenta variações de fase e variações de propriedades de acordo com a quantidade de molibdênio presente na liga, devido à temperatura ambiente esse sistema binário apresentar uma extensa faixa onde tanto a fase α quanto a fase β estão presentes.Sendo assim, ligas que apresentam em sua composição de 3 a 5% de molibdênio sua estrutura cristalina é hexagonal, fase α' , já nas ligas com um teor de molibdênio superior a 10% a fase presente é a β e sua estrutura cristalina é cúbica de corpo centrado.Na faixa de 6% de molibdênio a fase é α' e α'' e também estão presentes as duas estruturas cristalinas, tanto a hexagonal quanto a ortorrômbica.Quando têm-se 7,5% de molibdênio resulta numa estrutura cristalina ortorrômbica, fase α'' .

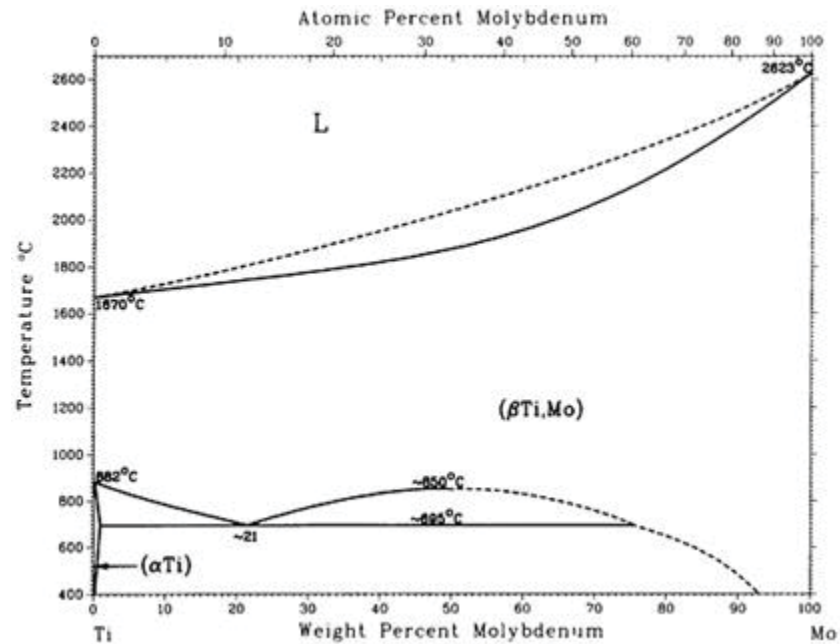


Figura 5- Diagrama de fases Ti-Mo.

Segundo NAG et al. o sistema binário Ti-15Mo é uma das ligas mais promissoras. Suas propriedades e características podem ser modificadas de acordo com as necessidades que se têm por tratamentos térmicos, aonde através dos mesmos podem ser mudadas a macro e microestrutura além das fases presentes.

Desta forma, o principal objetivo de um tratamento térmico ou termomecânico é transformar uma microestrutura inicial em uma microestrutura que apresente um balanço adequado de propriedades mecânicas para uma determinada aplicação.

2.5 Tratamentos Térmicos das ligas de titânio

Em ligas de titânio que apresentam em sua microestrutura a fase β , é possível a realização de tratamentos térmicos afim de: reduzir as tensões residuais provenientes do processo de fabricação; para obter a máxima eficiência com relação à ductilidade, a facilidade de usinar e a estabilidade dimensional; aperfeiçoar propriedades como resistência à fluência em altas temperaturas, resistência à fratura e resistência à fadiga (BIELER, 2005).

Os tratamentos térmicos mais utilizados para ligas de titânio são: recozimento, solubilização, têmpera e envelhecimento ou revenimento. O seu planejamento esta fortemente ligado a fatores como tamanho da amostra e as propriedades que se deseja atingir(FREITAS,2005).

Segundo BIELER et al. (2005) os resultados que os tratamentos térmicos apresentam nas ligas são totalmente dependentes da história das fases presentes e de suas concentrações no volume, portanto a realização do mesmo tratamento térmico em ligas que possuem diferentes composições, podem apresentar variação de resultados.

A temperatura de realização dos tratamentos térmicos é de grande importância para o desenvolvimento das ligas e essas temperaturas devem ser baseadas na temperatura de transformação $\alpha+\beta/\beta$, pois uma pequena variação nesta temperatura pode alterar drasticamente a microestrutura e as propriedades das ligas. Existem duas maneiras de se determinar a temperatura β -transus, uma das maneiras é pela técnica de análise metalográfica e a outra forma é por análise térmica diferencial, porém a técnica de análise térmica diferencial é mais precisa econômica e rápida do que a análise metalográfica (FREITAS,2005).

2.5.1 Alívio de tensões

O alívio de tensões é um tratamento térmico que não modifica a microestrutura do material, mas é muito utilizado para a remoção de tensões residuais provenientes do processo de fabricação do material.

As tensões residuais desequilibradas podem ocasionar distorções e também problemas em ligas que possam sofrer fragilização por hidrogênio (BIELER, 2005), portanto sua remoção favorece a estabilidade da forma e ajuda na eliminação de condições desfavoráveis como, por exemplo, a perda de resistência ao escoamento.

Este tratamento térmico consiste no aquecimento da amostra de titânio fundido em atmosfera inerte a temperaturas entre 700 e 850 ° C por até duas horas e sua realização em ligas de titânio não produz efeitos adversos com relação à resistência mecânica e a ductilidade. A relação do tempo com a temperatura nesse tratamento é um fator muito importante, pois em tempos mais baixos são utilizadas temperaturas mais altas, já em tempos mais longos temperaturas mais baixas são utilizadas. A relação entre o tempo e a temperatura esta ilustrada na Tabela 5.(METALS HANDBOOK, 19710)

Tabela 5- Alívio de tensões (Adaptado Donachie, 1998)

<i>Classificação da Liga</i>	<i>Temperatura (°C)</i>	<i>Tempo (h)</i>
Ti comercialmente puro	480 – 595	0,25 – 4
α	540 – 700	0,25 – 4
$\alpha + \beta$	480 – 640	0,5 – 1
β	675 – 815	0,25 – 2
O resfriamento pode ser realizado ao ar ou dentro do forno.		

Para o alívio das tensões as ligas devem ser mantidas em temperaturas suficientemente altas, mas não podem causar uma precipitação indesejável em ligas A+B ou não podem deixar de produzir uma recristalização indesejável em ligas que apresentam apenas uma fase em sua microestrutura.

A velocidade com que o resfriamento é realizado não é um fator crítico, porém sua uniformidade se torna importante, principalmente no intervalo de 315 a 480°C (DONACHIE, 1989). Resfriamento com água e óleo deve ser evitado, pois podem induzir o surgimento de tensões residuais provenientes de resfriamentos acelerados em diferentes partes da peça, portanto resfriamentos ao ar ou dentro dos fornos são os mais indicados para esse tipo de tratamento térmico.

2.5.2 Recozimento

O tratamento térmico de recozimento embora seja um tratamento com uma menor possibilidade de controle do que a solubilização e o envelhecimento e também apresente uma maior variabilidade de resultados, é utilizado nas ligas de titânio com a finalidade de aumentar a tenacidade a fratura, a ductilidade à temperatura ambiente, a estabilidade dimensional e promover uma melhora na usinabilidade a altas temperaturas. (BIELER, 2005; FREITAS, 2005). Em ligas β muitas vezes o recozimento é utilizado como tratamento térmico final, pois proporciona um bom equilíbrio de propriedades.

Segundo BIELER et al (2005) as ligas alfa e ligas $\alpha+\beta$ apresentam temperatura de recozimento na faixa de 700 a 900 °C, enquanto que nas ligas β essa faixa de temperatura é de 690 a 815 °C.

A estabilidade térmica das ligas $\alpha+\beta$ é dependente das transformações na fase β , pois quando resfriada a partir da temperatura de recozimento a fase β pode se transformar e em alguns casos, dependendo das condições existentes essa fase pode dar origem a uma fase intermediária conhecida como ômega. Devido a este fato anteriormente citado faz-se necessário um tratamento de recozimento para produzir uma fase β estável que seja resistente a transformações quando o material for solicitado em altas temperaturas de serviço.

Existem três principais tipos de recozimento: recozimento de laminação; recozimento de recristalização; recozimento para a obtenção da fase beta. O recozimento de laminação é utilizado em materiais laminados e por não se tratar de um recozimento pleno pode deixar marcas de microestrutura trabalhada a frio ou a quente em produtos que foram muito deformados. O tratamento de recozimento de recristalização é utilizado para aumentar a tenacidade a fratura e consiste no aquecimento da liga até temperaturas superiores do campo bifásico de $\alpha+\beta$, mantendo-se a liga nessa temperatura por um determinado tempo seguido de um resfriamento muito lento. Já o recozimento para a obtenção da fase β consiste no aquecimento da liga até temperaturas superiores a β -transus, seguido de um resfriamento lento. A Tabela 6 apresenta uma variedade de ligas de titânio com suas respectivas temperaturas e tempos de recozimento.

Tabela 6-Tempos e temperaturas de recozimento.

Liga	Temperatura (°C)	Tempo (h)	Meio de Resfriamento
Ti Cp	650-750	1 até 2	Ar
Ti-5Al-2,5 Sn	720-845	1/6 até 4	Ar
Ti-8Al-Mo-V	790	1 até 8	Ar ou forno
Ti-6Al-4V	705-790	1 até 4	Ar ou forno
Ti-3Al-2,5V	650-750	1/2 até 2	Ar
Ti-7Al-4Mo	705-790	1 até 8	Ar
Ti-8Mn	650-760	1/2 até 1	Forno até 450 °C e depois ar

2.5.3 Solubilização e Envelhecimento

É um tratamento térmico realizado em ligas $\alpha+\beta$ e β de titânio com a finalidade de aumentar a resistência mecânica e a ductilidade. Esse tratamento térmico geralmente é feito após a realização de trabalhos mecânicos a fim de gerar melhores propriedades mecânicas (INFOMET, 07/11/12). Sua realização em ligas de titânio pode gerar um aumento na ordem de 30 a 50% na resistência mecânica, mas em materiais com uma área de secção transversal muito grande os resultados não são satisfatórios.

Em ligas $\alpha+\beta$, faz-se o aquecimento da mesma até a temperatura de solubilização e assim uma maior fração de fase β é obtida. Para manter essa transformação é realizado um rápido resfriamento pós-solubilização. Terminada a etapa anteriormente citada, faz-se o envelhecimento e conseqüentemente a fase β instável é decomposta. Existem casos em que, juntamente com a fase β , está presente a fase martensítica (α') que também é decomposta. Nesse tratamento a relação da temperatura de solubilização com as propriedades se faz presente, pois uma alteração na temperatura de solubilização das ligas $\alpha+\beta$ ocasiona uma mudança no percentual de fase β presente e conseqüentemente a resposta que essa liga terá ao envelhecimento será diferente.

Em ligas β a solubilização seguida de envelhecimento provoca uma transformação parcial de β em α , que fica dispersa na fase β . Essa microestrutura formada permite que níveis de resistência iguais ou superiores aos de ligas $\alpha+\beta$ envelhecidas sejam atingidos. Em ligas de titânio o envelhecimento é considerado como a etapa final para a obtenção de uma resistência mecânica elevada. O envelhecimento é um tratamento térmico, no qual as ligas de titânio são aquecidas até uma faixa de temperatura compreendida entre 425 a 650 C, com a finalidade de decompor a fase β supersaturada ocasionada pela têmpera. Quando realizado adequadamente proporciona a liga tratada alta resistência mecânica e ductilidade razoável.

O envelhecimento em ligas que não apresentam em sua microestrutura a fase β é realizado em temperaturas de 565 a 595 C durante 8 horas, já em ligas aonde somente a fase β é encontrada este tratamento é realizado em temperaturas entre 425 a 595 C e seu tempo pode ser de 4 à 100 horas. A Tabela 7 representa alguns tempos e modos de resfriamento para os tratamentos de solubilização e envelhecimento.

Tabela 7- Solubilização e Envelhecimento (Adaptado Donachie 1998).

<i>Solubilização</i>			
Liga	Temperatura (°C)	Tempo (h)	Resfriamento
α	980 – 1010	1	Ar, óleo ou água
$\alpha + \beta$	845 – 970	1	Ar ou água
β	690 – 925	0,25 – 1	Ar ou água

<i>Envelhecimento</i>		
Liga	Temperatura (°C)	Tempo (h)
α	565 – 595	8
$\alpha + \beta$	480 – 760	2 – 8
β	425 – 595	4 – 100

2.5.4 Tempera

Para as ligas $\alpha+\beta$ um fator de extrema importância é a taxa com que ocorre o resfriamento de uma liga que foi aquecida até a temperatura de solubilização e o seu efeito em propriedades como resistência mecânica e ductilidade. Se a taxa de resfriamento for muito baixa ocorrerá a decomposição da fase β e conseqüentemente os níveis de resistência mecânica atingidos não serão os esperados quando o envelhecimento for realizado. As ligas β podem ser temperáveis a partir da temperatura de solubilização com ar contanto que as propriedades mecânicas requeridas ao final do processo permitam, pois com o resfriamento lento minimiza-se qualquer chance de ocorrência de distorções. Alguns outros fatores também influenciam na eficiência do tratamento térmico de têmpera, entre eles podemos citar: o tamanho da secção onde é realizada a têmpera e o teor de elementos estabilizantes, ou seja, em casos que a quantidade de elementos estabilizadores da fase α é muito elevada são obtidos melhores resultados de resistência mecânica.

Ligas $\alpha+\beta$ geralmente são resfriadas em água, salmoura 5% ou ainda por solução de soda cáustica, pois com a utilização desses meios de resfriamento é possível manter a fase β obtida pelo tratamento térmico de envelhecimento (BIELER, 2005).

Geralmente quando se fala de resfriamento rápido, deve-se levar em conta também o tempo de resfriamento. Em ligas $\alpha+\beta$ esse tempo deve ser de no máximo 7 segundos, enquanto que em ligas β aonde a fase β esta bem estabilizada esse tempo pode chegar até 20 segundos.

2.6 Influências dos Elementos de Liga na Obtenção de Microestruturas e na Microdureza em Ligas de Titânio

Existem alguns modos de se descrever uma liga, e um deles é analisar as fases presentes na microestrutura da mesma. A fase é representada por uma área aonde a composição química e a estrutura cristalina são iguais.

Segundo WATAHA (2000) a fase das ligas é responsável por determinar propriedades como biocompatibilidade, resistência a corrosão entre outras, pois a fase é quem irá interagir com o meio biológico e devido a essa interação é que serão determinados os elementos que serão liberados pela liga. Outro fator relevante e a relação do tamanho do grão com as propriedades físicas das ligas, como por exemplo, grãos menores melhoram a porcentagem do alongamento, não afetando a tensão limite de escoamento. (WATAHA, 2000).

HO et al.(1999) analisaram como a concentração de molibdênio influenciava na formação da microestrutura da liga. Com teores de molibdênio entre 6 a 7,5% do peso da liga, constataram a presença de uma microestrutura martensítica acicular de fase α'' , já com teores de molibdênio iguais ou superiores a 10%, observaram que a fase β foi predominante. Outro fato relevante observado pelos autores foi com relação a microdureza apresentada pelas ligas. As ligas com teores entre 6 a 7,5% foram as que apresentaram os menores valores de microdureza.

Em GORDIN et al.(2004) foram feitos estudos da microestrutura e da microdureza da liga Ti-12Mo-5Ta. Os autores constataram que essa liga apresentou em sua microestrutura a fase β , devido à presença de elementos β estabilizadores, como por exemplo, o molibdênio e o tântalo. Com relação à microdureza, ficou evidenciado que a liga apresentou resultados mais elevados de microdureza quando comparada com os valores apresentados na literatura para o titânio comercialmente puro. Este fato foi relacionado com a presença de menores grãos na microestrutura da liga estudada.

Em HO et al (2008) foi estudado a influência da concentração de Zr nas propriedades do sistema binário Ti-Zr. Os autores variaram a concentração de Zr entre 10 a 40% do peso da

liga e observaram que quanto maior o conteúdo de Zr, maior foi a formação de uma estrutura acicular martensítica, devido a diminuição da temperatura inicial de formação da estrutura martensítica.

Em KANG et al. (2009) foram feitos estudos com a finalidade de avaliar a influência das concentrações tanto de Ag quanto de Cu. Ficou constatado que independentemente da concentração de Ag e de Cu usada a fase presente na liga era a α , as concentrações de Ag e Cu só influenciavam na espessura e na extensão da fase.

2.7 Dureza

Ao falar de dureza de uma liga, leva-se em conta a capacidade que a mesma tem de não ser desgastada e nem desgastar dentes e restaurações dos materiais ou aparelhos que estão sendo usados para a medição dessa propriedade.

Segundo CRAIG e POWERS (2004), ligas com dureza Vickers inferior a 125 Kg/mm² apresentam grande possibilidade de serem desgastadas, já ligas com dureza superior a 340Kg/mm² podem acabar desgastando os dentes antagonistas.

Nos processos existentes de fundição de ligas de titânio ou só mesmo na fundição do titânio, pode ocorrer a contaminação da superfície com oxigênio dando origem a uma camada que pode aumentar os valores de dureza, quando comparados com os valores de dureza em camadas mais profundas (LAUTENSCHLANGER; MONAGHAM, 1993).

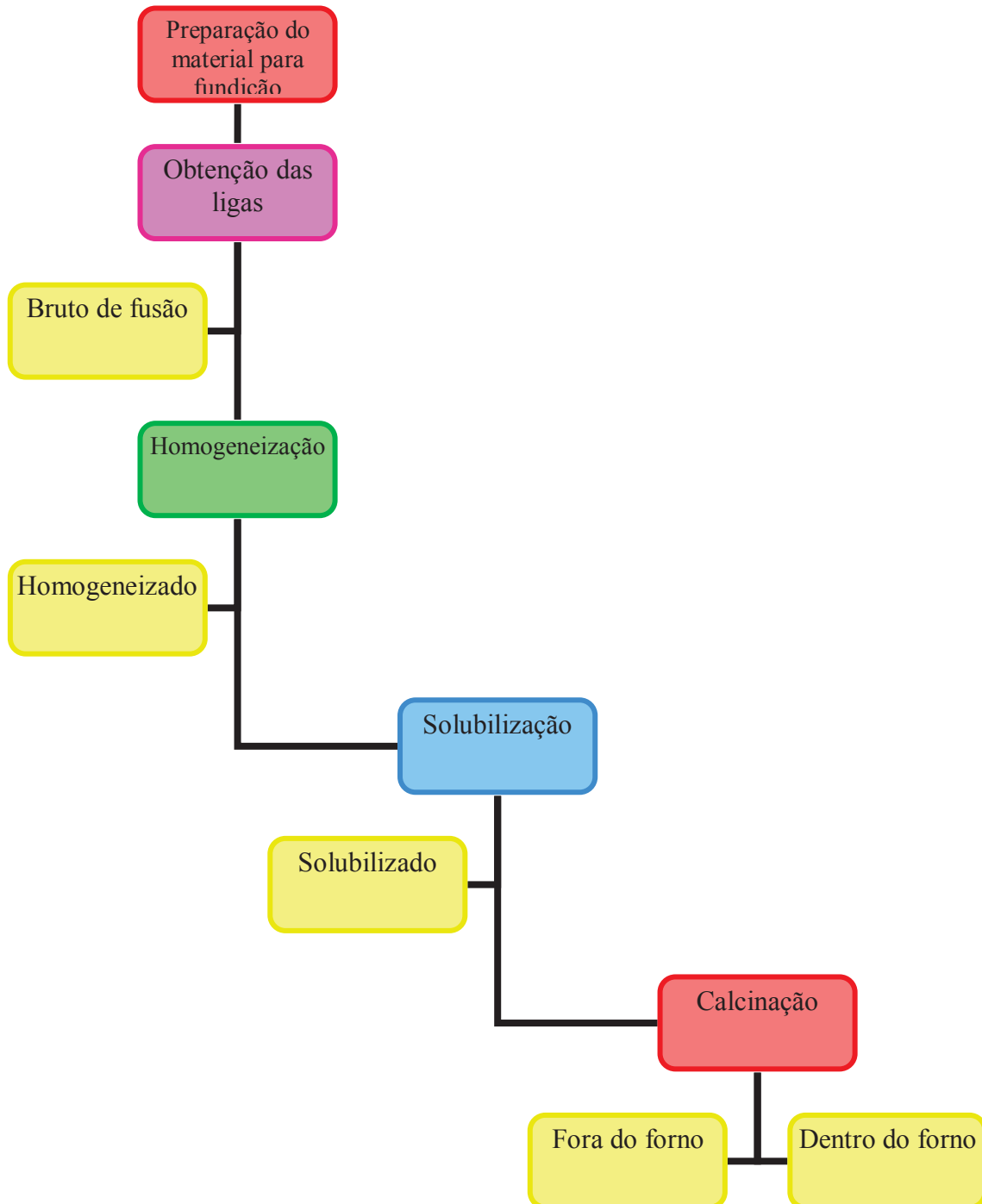
Em ROCHA et al. (2006), foram estudados os efeitos dos tratamentos térmicos nas microdureza do Ti cp e da liga Ti-6Al-4V. Os autores constataram que na liga Ti-6Al-4V ambos os tratamentos afetaram a dureza da liga; já com relação ao Ti cp somente o segundo tratamento térmico influenciou na propriedade de dureza.

Em KICUCHI et al. (2003) conforme eram aumentados os teores de Cu em ligas Ti-Cu, os valores de microdureza também ficavam maiores. Os teores de Cu foram entre 0,5 a 10% do peso da liga.

No sistema binário Ti-Ag a microdureza da liga varia de acordo com a concentração de Ag. Um estudo realizado variando as concentrações de Ag entre 0,5 a 4,5% constatou que conforme a concentração de Ag na liga aumenta, os valores de microdureza também aumentam. Este aumento na microdureza se torna mais significativo em concentrações de Ag superiores a 3,5% do peso da liga (OH; SHIM; KIM, 2005).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Para a obtenção das amostras foram seguidas as seguintes etapas, como representado no fluxograma abaixo:



3.1 Obtenção das ligas

As amostras foram obtidas a partir do titânio comercialmente puro e do molibdênio, de acordo com a quantidade proposta (Ti-15Mo). Para a esterilização e limpeza dos materiais, tanto o titânio quanto o molibdênio foram cortados em pequenos pedaços e colocados em uma solução formada por 50 ml de ácido sulfúrico, 20 ml de ácido fluorídrico, 20 ml de ácido nítrico e 10 ml de água destilada.

Terminada a limpeza dos materiais, ambos foram pesados em uma balança analítica conforme a Figura 6 de acordo com a proporção indicada para a formação da liga. A etapa da pesagem é de vital importância para obtenção adequada da liga.

Posteriormente a pesagem, a amostra foi colocada dentro de um forno alto voltagem, com eletrodo não consumível de tungstênio e atmosfera inerte como ilustrado pela Figura 7 e disposta dentro de um cadinho de cobre como mostrado pela Figura 8.



Figura 6- Balança analítica utilizada da medição dos pesos dos constituintes das ligas.

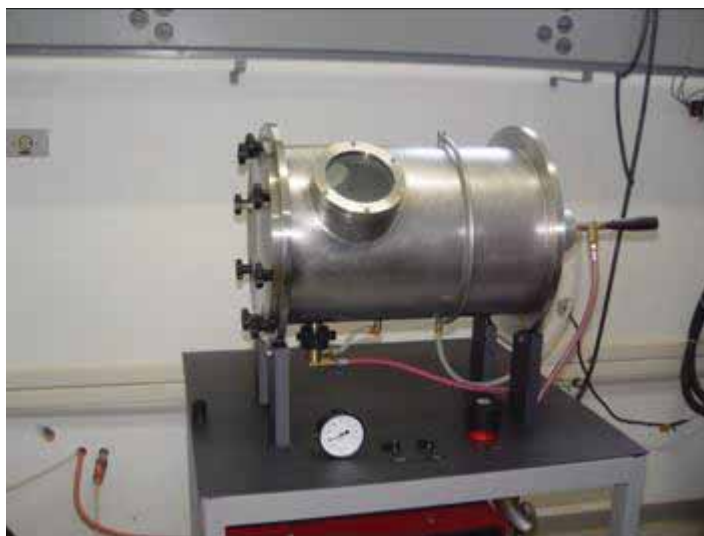


Figura 7- Forno utilizado para a obtenção das ligas.



Figura 8 – Disposição das amostras dentro do forno.

Colocada a amostra dentro do cadinho, o forno foi fechado e a purga foi realizada visando deixar dentro do forno uma atmosfera inerte de gás argônio. Dento do forno o eletrodo de tungstênio funciona como um cátodo enquanto que o cadinho de cobre funciona como um anodo, então para fundir o material colocado no cadinho abriu-se um arco entre o cátodo e o anôdo através da ativação por um pedal, o qual é ligado a uma fonte retificadora. O forno apresenta também um fole que além de flexível, é rosqueável permitindo assim uma fundição homogênea em todos os pontos da amostra.

Depois de fundida a amostra, esperou-se um determinado tempo, até que o forno e a amostra estivessem relativamente frios e a amostra foi retirada.

3.2 Homogeneização

Terminada a etapa de fundição, a amostra obtida foi levada à um forno tipo mufla modelo FV-2 EDG, como mostrado na Figura 9 para a realização do tratamento térmico de homogeneização segundo estudo de DONACHIE (1989). A amostra foi colocada dentro do forno e dentro deste forno uma atmosfera inerte foi feita também com gás argônio para evitar a contaminação da amostra. Posteriormente a amostra foi aquecida até 1000 °C com a finalidade de remover tensões residuais provenientes do processo de fabricação acima descrito.



Figura 9 – Forno tipo mufla utilizado para a realização dos tratamentos térmicos.

3.3 Solubilização

Terminada a etapa de homogeneização da amostra, a mesma foi colocada novamente em um forno tipo mufla modelo FV-2 EDG e aquecida até aproximadamente 1000°C por duas horas, em seguida a amostra foi retirada do forno e instantaneamente jogada em um recipiente com água com gelo.

3.4 Calcinação

Após a realização do tratamento térmico de solubilização, duas amostras foram colocadas em forno EDC-3P modelo 7000, como mostrado na Figura 10, sendo aquecidas até a temperatura de 450 °C por 1 hora. Posteriormente uma das amostras foi retirada do forno, sendo resfriada a temperatura ambiente e a outra amostra foi deixada dentro do forno tendo um resfriamento menos acelerado.



Figura 10 – Forno utilizado para o reaquecimento das amostras.

4. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

4.1 Difração de Raio-X

A análise de difração de Raios-X foi realizada em um equipamento Rigaku Gieger-Flex, como mostrado na Figura 11, situado no Departamento de Engenharia de Materiais, UFSCAR-SP.



Figura 11-Equipamento utilizado para a análise de difração de raio-x.

As amostras utilizadas para o ensaio foram seccionadas em tiras e as análises por difratometria de raios X foram feitas utilizando radiação $K\alpha$ do cobre (comprimento de onda de 15,42 nm), com varredura em um intervalo de $10^\circ \leq 2\theta \leq 100^\circ$. Calculou-se então as distâncias interplanares (d) dos planos difratados das amostras por meio da Lei de Bragg, $n\lambda = 2.d.\text{sen}\theta$, e comparou-se com as análises realizadas por ZHOU et al. (2005).

4.2 Microscopia Ótica

Com a finalidade de analisar as transformações microestruturais em cada etapa do processo acima descrito, as amostras foram analisadas. Resultados microscópicos foram obtidos após a fusão, homogeneização, solubilização revenimento e normalização. Essas análises foram realizadas no microscópio óptico, modelo Nikon Epiphot 200, situado no

Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá (FEG).

Para a análise microestrutural se fez necessário a secção transversal das amostras em uma máquina de corte com disco diamantado ISOMET Buehler modelo 4000, representada pela Figura 13. Em seguida as amostras foram embutidas em uma resina especial para não interferir em parâmetros da análise. Após o embutimento foi realizada a metalografia das amostras, que consistia no lixamento das mesmas em lixas de carbeto de silício (SiC) com diferentes granulometrias. As lixas estão representadas na Figura 14 e apresentavam granulometrias de 600, 1200, 1500 e 200. Terminada a etapa acima descrita, as amostras foram polidas na Politriz modelo DPU 10, representada pela Figura 15, com um pano especial (OP-Chem) e ácido oxálico 5%. Após o polimento as amostras foram atacadas com um reagente composto por 5ml de Ácido Fluorídrico, 10 ml de Ácido Nítrico e 85 ml de água para revelar a microestrutura.



Figura 13 – Isomet Buehler 4000.



Figura 14 – Lixas utilizadas na preparação das amostras.



Figura 15 – Politriz utilizada na preparação das amostras.

4.3 Microdureza

O ensaio foi realizado em um microdurômetro Shimadzu modelo HMV 2T, situado no Laboratório de Polímeros da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá. As amostras foram perfuradas com a utilização de um penetrador Vickers diamantado com forma piramidal de base quadrada com ângulo de 136° entre planos. Foram realizadas em 3 diferentes regiões da amostra 5 medidas de dureza, totalizando 15 medidas por amostra. Os resultados foram fornecidos pelo próprio aparelho, medindo-se a diagonal das mossa produzidas nos corpos de

prova. Para a obtenção dos resultados de dureza Vickers foram realizadas as médias das medidas em cada corpo de prova.

Para a análise da microdureza se fez necessário a secção transversal das amostras em uma máquina de corte com disco diamantado ISOMET modelo 4000. Em seguida as amostras foram embutidas em uma resina especial para não interferir em parâmetros da análise. Após o embutimento foi realizada a metalografia das amostras, que consistia no lixamento das mesmas em lixas de carbetto de silício (SiC) com diferentes granulometrias. As lixas apresentavam granulometrias de 600, 1200, 1500 e 2000. Terminada a etapa acima descrita, as amostras foram polidas na Politriz modelo DPU 10, com um pano especial (OP-Chem) e ácido oxálico 5%. Após o polimento as amostras foram atacadas com um reagente composto por 5ml de Ácido Fluorídrico, 10 ml de Ácido Nítrico e 85 ml de água para revelar a microestrutura.

5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

5.1 Fases e Morfologia no Estado Bruto de Fusão

A Figura 16 representa a microestrutura da liga Ti-15Mo no estado bruto de fusão. Nota-se a formação de uma estrutura β ao longo de toda a amostra e também a presença de grãos grandes. Outro fato relevante é a ausência da fase α '.

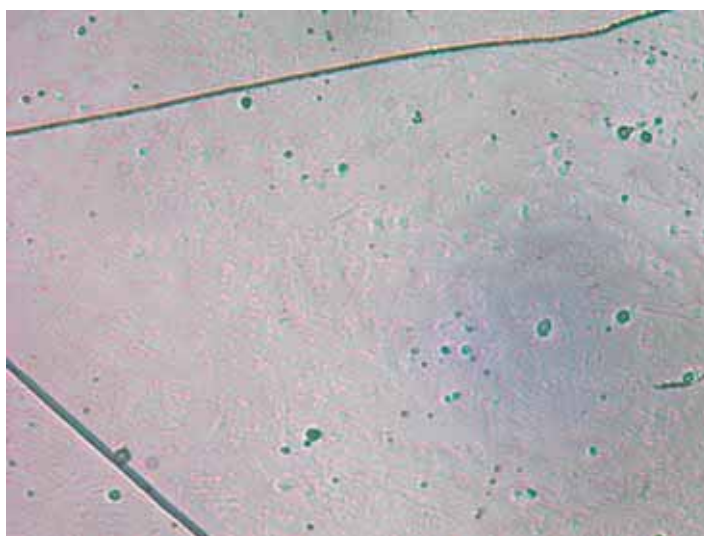


Figura 16 – Microestrutura da liga Ti-15Mo no estado bruto de fusão.

5.2 Fases e Morfologia Após o Tratamento de Homogeneização

Observando a Figura 17, percebe-se que a amostra apresenta uma estrutura β ao longo de sua extensão, como era esperado para uma liga com presença de elementos de liga beta estabilizantes e que teve resfriamento suficientemente lento para garantir difusão.

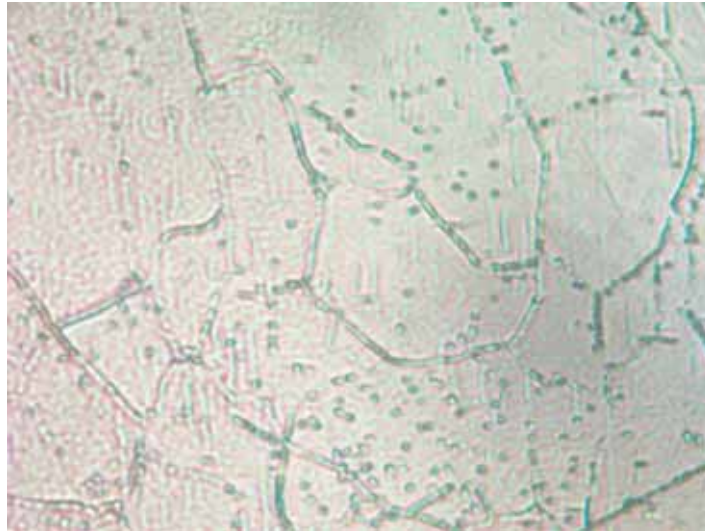


Figura 17- Estrutura da amostra homogeneizada no aumento de 1000x.

5.3 Fases e Morfologia Após Tratamento de Solubilização

Através da análise das Figuras 18 e 19 nota-se a presença de uma estrutura homogênea ao longo de toda a extensão da amostra, com grãos definidos e uma estrutura martensítica representada pela Figura 20. Consultando a bibliografia observamos que a estrutura martensítica não aparece em ligas com teores de molibdênio superiores a 13%. Logo devemos supor que houve a segregação de parte do molibdênio usado na fundição.

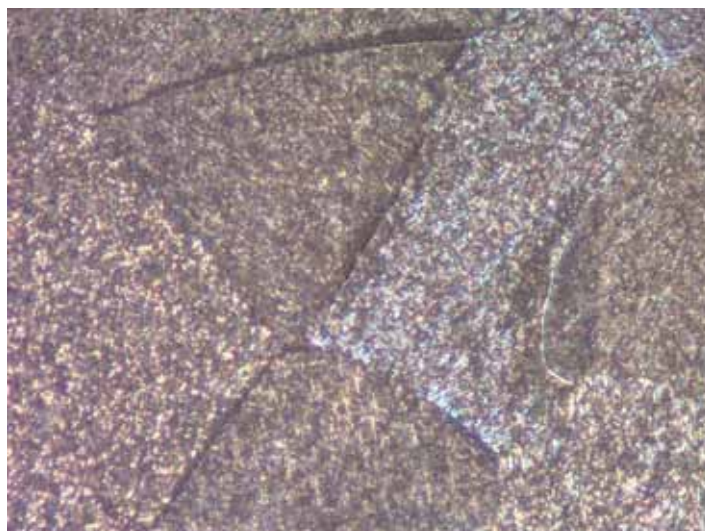


Figura 18- Estrutura da amostra solubilizada no aumento de 50x.

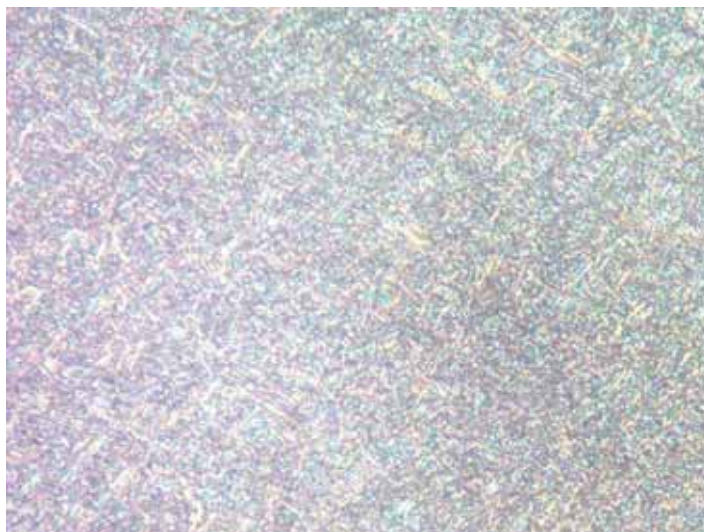


Figura 19-Estrutura da amostra solubilizada no aumento de 200x.

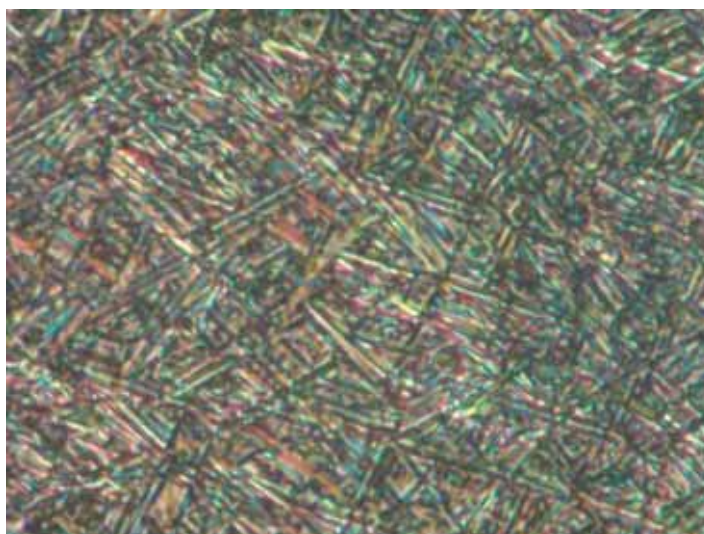


Figura 20- Estrutura da amostra solubilizada no aumento de 1000x.

5.4 Fases e Morfologia Após Simulação de Calcinação

Um dos tratamentos de superfície correntes em ligas de titânio é o crescimento de nanotubos de óxido de titânio em sua superfície. Durante a realização desse tratamento os nanotubos sobre a liga são levados ao forno, aquecidos a 450 °C durante 1 hora, depois resfriados dentro do forno.

Esse tratamento térmico foi reproduzido para as ligas sem cobertura de nanotubo a fim de investigar se existe variação na estrutura do metal durante o procedimento.

Observando a Figura 21, percebe-se a formação de grãos grandes devido o resfriamento lento, com estruturas dendríticas em seu interior. É importante notar que a orientação das dendritas muda de um grão para o outro.



Figura 21- Estrutura da amostra resfriada dentro do forno no aumento de 100x.

Ainda com o intuito de observar a influência do proposto tratamento na estrutura da liga, outra condição foi realizada. Após o aquecimento durante 1 hora a amostra foi resfriada fora do forno, à temperatura ambiente. A estrutura dessa amostra pode ser observada pela Figura 22.

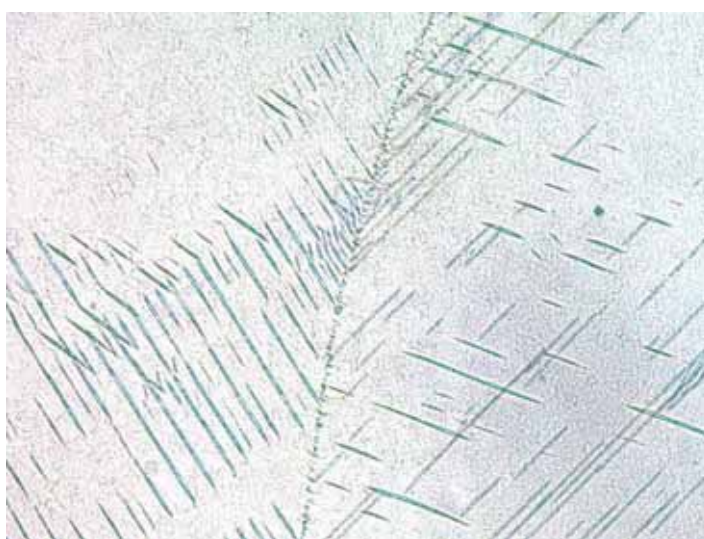


Figura 22- Estrutura da amostra resfriada fora do forno no aumento de 100x.

Fica evidente que apesar de a amostra ainda apresentar grãos grandes, a diferença na taxa de resfriamento gera um crescimento muito menor da fase dendrítica.

5.5 Microdureza

Com a intenção de avaliar a dureza da liga Ti-15Mo submetida a diferentes tratamentos térmicos foram realizados ensaios de microdureza. Foram analisadas 5 amostras, sendo uma bruta de fusão (BF), uma homogeneizada (H), uma solubilizada (S), uma aquecida a 450 °C e resfriada fora do forno (TF) e outra resfriada dentro do forno (TD). O instrumento utilizado para avaliar essa propriedade foi um microdurômetro modelo HMV 2T da Shimadzu, com um penetrador de forma piramidal para microdureza Vickers. A carga utilizada no ensaio foi de 100 gramas e o tempo de duração foi de 15 segundos para cada medida.

Para cada amostra foram realizadas 15 penetrações divididas em 3 regiões distintas da peça, sendo essas regiões dispostas conforme a Figura 23.

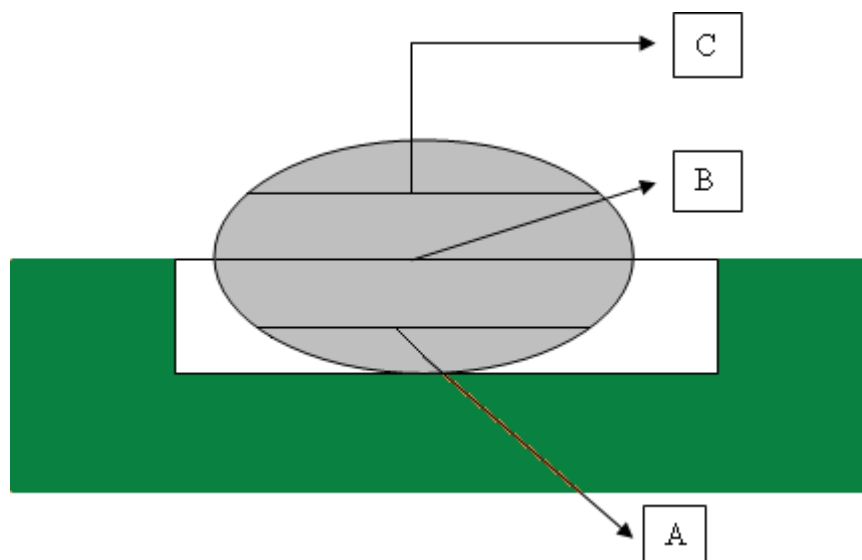


Figura 23- Representação esquemática das regiões avaliadas pelo microdurômetro.

Os resultados obtidos estão disponíveis na Tabela 8 e são os resultados médios obtidos em cada região, lembrando que em cada amostra foram realizadas 15 medidas, sendo 5 medidas em cada uma das 3 regiões distintas.

Tabela 8- Tabela com os valores médios da dureza em cada região.

Amostras	1ª Região	2ª Região	3ª Região	Média	Desvio
BF	365,4	412,4	430,6	402,8	33,64
H	314,2	315,6	313,4	314,4	1,11
S	268	252,6	262,4	261	7,79
TD	569	560	569,6	569	5,37
TF	551	527,8	556,8	545,2	15,34

Analisando cada região de uma mesma condição, verifica-se que o maior desvio apresentado, ou seja, a condição que apresenta regiões com características mais distintas é a bruta de fusão. Esse resultado é bastante condizente, pois as demais condições foram submetidas a tratamentos que buscam homogeneizar todo o seu volume.

Comparando uma condição com a outra, verificamos que a estrutura martensítica, após solubilização, apresentou o menor valor médio de microdureza, enquanto o maior valor médio foi encontrado nas duas peças com presença de martensita acicular, sendo que a condição TD a qual apresentava maior concentração de martensita acicular é a mais dura, pois essa estrutura representa uma barreira ao deslocamento de discordâncias.

6. CONCLUSÃO

É possível concluir que a adição de molibdênio como elemento de liga é relevante na formação de estrutura β no material e é notável que a concentração desse elemento altera a fase obtida. Para tanto se deve garantir que não exista segregação de molibdênio, seja por sucessivas fusões no material bruto, ou por tratamentos térmicos subsequentes.

No que tange a relação de tratamentos térmicos e alterações das características da liga, conclui-se que tanto a homogeneização quanto a solubilização levam a formação de estruturas diferentes, sendo que após solubilização a microestrutura formada é a de menor dureza, ou seja, é a fase preferível para realizar-se conformação mecânica. Denotamos ainda que o tratamento realizado como forma de simular as condições utilizadas para crescimento de nanotubos de óxido de titânio é responsável pelo aparecimento de martensita acicular, uma modificação estrutural que gera um aumento substancial da microdureza do material.

Finalmente, o trabalho de obtenção e caracterização de ligas de titânio permitiu extensa aquisição de conhecimentos, na área de metalurgia, tratamentos térmicos e caracterização de estruturas, passando pelos três pilares da ciência dos materiais: Propriedades, estrutura e processamento. Além de mostrar-se uma oportunidade de aplicação prática desses conhecimentos.

REFERÊNCIAS

- ANKEM, S.; GREENE, C. A. **Recent developments in microstructure/property relationships of beta titanium alloys**. Material Science and Engineering A263, p. 127 - 131, 1999.
- BIELER, T R; TREVINO, R M; ZENG, L. **Alloys: Titanium**. Michigan: Elsevier, 2005.
- CRAIG, R.G; POWERS, J.M. **Materiais dentários restauradores**. 11 ed. São Paulo: Livraria Editora Santos, 2004, 704p.
- DONACHIE Jr., M. J. **Titanium a technical guide**. ASM International, 1989.
- FREITAS, Maria Cristina de Souza Rosa de. **Caracterização da Liga Ti-15Mo após tratamento termomecânico**. 2005. 57 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Taubaté, Taubaté, 2005.
- Geetha, m., Singh, A.K., Asokamani, R., Gogia, A.K. **Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review**. Progress in Materials Science, v. 54, n. 3, p. 397 - 425, maio. 2009.
- GODLEY, R., STAROSVETSKY, D., GOTMAN, I. **Bonelike apatite formation on niobium metal treated in aqueous NaOH**. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, Holanda, v.15, n.10, p.1073-1077, out. 2004.
- GORDIN, D.M. et al. **Development of a b-type Ti-12Mo-5Ta alloy for biomedical applications: cytocompatibility and metallurgical aspects**. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, v.15, p.885-891, 2004.
- HO, W. F.; JU, C. P.; CHERN LIN, J. H. **Structure and properties of cast binary Ti-Mo alloys. Biomaterials**. V20, p. 2115-2122, 1999.
- HO, W.F. et al. **Structure, mechanical properties, and grindability of dental Ti-Zr alloys**. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, v.19, p.3179-3186, 2008.

KANG, D.K. et al. **Properties of experimental titanium-silver-copper alloys for dental applications.** Journal of Biomaterials Research Part B: Applied Biomaterials, v.90 B, p.446-451, 2009.

KIKUCHI, M. et al. **Mechanical properties and microstructures of cast Ti-Cu alloys.** Dental Materials, v.19, p. 174-181, 2003.

KNOLL, P K; SCHAEFFER, L. **Análise Microestrutural da liga de Titânio Ti-6Al-4V Forjada a Quente.** In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 17., 2006, Foz do Iguaçu. **Análise Microestrutural da Liga Ti-6Al-4V, Forjada a Quente.** Porto Alegre: Ufrgs, 2006. p. 1 - 12.

KUMAR, Setendra; NARAYANAN, T.s.n Sankara. **Corrosion Behaviour of Ti-15Mo alloy for dental implant applications.** Journal Of Dentistry, Chennai, p. 500-507. 25 mar. 2008.

KURODA, D. et al. **Design and mechanical properties of new β type titanium alloys for implant materials.** Materials Science and Engineering. A243, p.244-249, 1998.

LAUTENSCHLAGER, E.P; MONAGHAN, P. **Titanium and titanium alloys as dental materials.** International Dental Journal, v. 43, p.245-253, 1993.

LIU, X., CHU, P.K., CHUANXIAN, D. **Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications.** Materials Science and Engineering R, Nova York, v.47, n.3-4, p. 49-121, dez. 2004.

METALS HANDBOOK, ASM, 1971.

NIINOMI, M. **Materials Science and Engineering A**, v. 243, p. 231-236, 1998.

NIINOMI, M. **Mechanical properties of biomedical titanium alloys.** Materials Science and Engineering A, v. 243, n.1-2 , p. 231 - 236, março. 1998

- NIINOMI, Mitsuo; NAKAI, Masaaki; HIEDA, Junko. **Development of new metallic alloys for biomedical applications.** *Acta Biomaterialia*, Sendai, 26 jun. 2012. p. 1-16.
- OH, K; SHIM, H; KIM, K. **Properties of titanium- silver alloys for dental applications.** *J. Biomed. Mater Res Parte B: Appl Biomater*, v.74B, p.649-658, 2005.
- OLIVEIRA, N.T.C. et al. **Materials Science and Engineering A**, v.452-453, p.727-731, 2007.
- ROCHA, S.S. et al. **Vickers hardness of cast commercially pure titanium and Ti-6Al-4V alloy submitted to heat treatments.** *Brazilian Dental journal*, v.17, p.126-129, 2006
- SMITH, F. W. **Structure and Properties of Engineering Alloys.** McGraw-Hill, Inc., p. 433-486, 1993.
- VALLET-REGI, M., GONZALEZ-CALBET, J.M. **Calcium phosphates as substitution of bone tissues.** *Progress in Solid State Chemistry*, v. 32, n. 1-2, p.1-31, 2004.
- WALKER, P.R.; LE BLANC, J; SIKORSKA, M. **Effects of aluminum and other cations on the structure of brain and liver chromatin.** *Biochemistry*, v.28, p. 3911-3915, 1998.
- WATAHA, J. C. **Biocompatibility of dental casting alloys: a review.** *Journal of Prosthetic Dentistry*. V.83, p.223-234, 2000.
- WATANABE, I; TOPHAM, D.S. **Tension Strength and elongation of laser – Welded Ti and Ti-6Al-7Nb.** *J Biomed Mater Res. Part B: Appl Biomater*. 71B: p46-51, 2004.
- WANG, K., **The use of titanium for medical applications in the USA.** *Materials Science and Engineering*. A213, p. 134-137, 1996.
- LIN, D. J. et al. **Structure and properties of Ti-7,5Mo-xFe alloys.** *Biomaterials*, v.23. p. 1723-1730, 2002.

KOHN, D. H. **Metals in medical applications.** Solid State & Materials Science, p.309-316, 1998.

IKEDA, M. et al. **Aging behavior of the Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr new beta alloy for medical implants.** Metallurgical and Materials Transactions A, v. 33A , p. 487-493, 2002.