

UNESP - UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”

Campus de Guaratinguetá

**Guaratinguetá
2011**

Reginaldo Toshihiro Konatu

AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO SOB
DEFORMAÇÃO DA LIGA Ti-30Ta VISANDO 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

Orientadora: Prof. Dr. Ana Paula Rosifini Alves Claro

Guaratinguetá
2011

K82
c

Konatu, Reginaldo Toshihiro

Avaliação do comportamento mecânico sob deformação da liga Ti-30Ta visando aplicações biomédicas / Reginaldo Toshihiro Konatu – Guaratinguetá : [s.n], 2011.

63 f. : il.

Bibliografia: f. 61-63

Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2011.

Orientador: Prof^a Dr^a Ana Paula Rosifini Alves Claro

1. Ligas de titânio I. Título

CDU 669.295

Avaliação do comportamento mecânico sob deformação da liga Ti-30ta visando aplicações biomédicas

Reginaldo Toshihiro Konatu

ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUANDO COMO
PARTE DO REQUISITO PARA A OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE
GRADUADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE GRADUAÇÃO
EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

Prof. Dr. Marcos Valério Ribeiro
Coordenador

Banca examinadora:



Prof. Dr. Ana Paula R. Alves Claro
UNESP-FEG



Prof. Dr. Ângelo-Goporalli Filho
UNESP-FEG



Prof. Dr. Marcelino Pereira do Nascimento
UNESP-FEG

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Tomio e Amélia, sempre incentivaram nossos estudos e esforço realizado com enorme apoio durante esses anos de crescimento.

À Professora Dr. Ana Paula Rosifini Alves Claro pela compreensão, paciência, amizade e, principalmente, pelo incentivo como orientadora.

A todos os professores do Departamento de Materiais e Tecnologia, e em especial aos professores Rogério Hein, Marcelino e Ângelo que, de um modo ou outro, contribuíram para a realização deste trabalho, estando sempre dispostos a ajudar.

Ao Professor Dr. Rubens Caram, professor da UNICAMP, e seus orientados, e em especial à Alessandra, Nathalia, Rodrigo e Victor pela ajuda e cooperação neste trabalho.

Aos amigos e colegas de república, pelo companheirismo nestes anos.

Aos técnicos do Departamento de Materiais e Tecnologia pela disposição e dedicação em nos auxiliar.

Aos funcionários da Biblioteca do Campus de Guaratinguetá pela dedicação,

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

KONATU, R.T. **Avaliação do comportamento mecânico sob deformação da liga Ti-30Ta, visando aplicações biomédicas.** Trabalho de Graduação de Engenharia de Materiais - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

RESUMO

Ligas de titânio estão sendo utilizadas em aplicações Biomédicas devido as suas excelentes propriedades, tais como elevada resistência à corrosão, biocompatibilidade e propriedades mecânicas. Neste trabalho, as propriedades mecânicas e microestrutural da liga de Ti-30Ta são avaliadas durante o processamento de lingotes de Ti-30Ta, que foram produzidos a partir de titânio comercialmente puro (99,9%) e tântalo(99,9%). A fusão foi realizada em um forno a arco elétrico com atmosfera de argônio. O lingote é homogeneizado a 1200 °C, forjado a frio, onde uma amostra de 13mm de diâmetro é obtida. A amostra é forjada até que obtenha uma redução de 15%. Depois da deformação, a microestrutura é avaliada por microscopia óptica em cada condição. Assim como a microdureza Vicker das amostras, que foram medidas e constituição de fase foi avaliada pela análise DRX.

PALAVRAS-CHAVE: Ligas de titânio. Caracterização Macroestrutural. Propriedades Mecânicas. Difração de raios-X (DRX).

KONATU, R.T. Characterization of Ti - 30Ta after forming mechanism deformation for medical applications. Undergraduate Work of Materials Engineering - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

ABSTRACT

Titanium and its alloys have been used for biomedical applications due their excellent properties such as high corrosion resistance, biocompatibility and mechanical properites. In this study, microstructural and mechanical properties of Ti-30Ta alloy was evaluated during its processing. Ti-30Ta alloy ingots were produced from sheets of commercially pure titanium (99.9%) and tantalum (99.9%). Its melting was realized in arc melting furnace in an argon atmosphere. After homogenizing at 1200°C, ingots were cold worked by swaging. Samples with 13 mm in diameter were obtained. They were forging at the reduction ratios of 15%. After deformation, microstructure was evaluated by optical microscopy in each condition. Also, Vickers microhardness of samples was measured and phase constitution was evaluated using XRD analysis.

KEYWORDS: Titanium alloys. Microstructural characterization. Mechanical properties . X-ray diffraction (XRD).

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	11
1. OBJETIVOS	12
2. REVISÃO BIBLIOGRAFICA.....	13
2.1. Considerações Gerais	13
2.2. Titânio e Suas Ligas	14
2.2.1. Titânio.....	14
2.2.2. Ligas de Titânio.....	16
2.4. Sistema Binário Ti-Ta	20
2.5. Analises	Erro! Indicador não definido.
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	22
3.1. Processamento.....	22
4.1.1. obtenção dos lingotes da liga Ti-30Ta	23
4.1.2. Tratamento Térmico de Homogeneização	25
4.1.3. Forjamento Rotativo	26
4.1.4. Usinagem	27
4.1.5. Tratamento térmico de Têmpera	28
4.1.6. Ensaio de Compressão	30
4.1.7. Resumo do Processamento	32
4.2. Caracterização Microestrutural e mecânica	32
4.2.1. Caracterização microestrutural	35
4.2.2. Difração de raios-X	38
4.2.3. Ensaio de Microdureza	39
4.2.4. DSC	41
4.2.5. Difração De Raios-X Em Alta Temperatura	43
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	45
5.1. Analise de DSC	45
5.2. Bruta de Fusão – Corpo de Prova 2 (Amostra C).....	47

5.3. Processamento Normal- Corpo de Prova 1 (Amostras A e B).....	48
5.4. Tratamento térmico de Tempera – Corpo de prova 3 (Amostras D e E).....	52
6. CONCLUSÃO	56
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	57

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Modelos de prótese femoral sem (a) e com revestimento cerâmico(b).	12
Figura 2 - Cartilagem da articulação (Adaptado site culturamix).....	13
Figura 3- Articulação (a) e Ossos da região do quadril com fratura (b) (Culturamix) .	14
Figura 4- Estrutura cristalina da fase α e β presente na liga de Ti.(adaptado de Kidmaid 2010).....	16
Figura 5 – Fases em função da porcentagem de estabilizadores de fase. (Adaptado Flower, 1990).....	17
Figura 6 – elementos estabilizadores. (adaptado de Donachie, 1989)	18
Figura 7 – Sistema binário de Ti-Ta. (Adaptado de Souza, 2003).....	21
Figura 8- fluxograma dos procedimentos para obtenção da liga de Ti	22
Figura 9 – Forno a arco voltaico.....	23
Figura 10 – Detalhe do cadinho de cobre refrigerado a água e o eletrodo de tungstênio.	24
Figura 11 – (a) Tampa lateral do forno; (b) detalhe dos materiais colocados no cadinho de cobre.....	25
Figura 12- Cadinho de cobre com a liga de Ti fundido.....	25
Figura 13 – Detalhe da amostra após encapsulamento à vácuo	26
Figura 14 Máquina de forjamento rotativo (a) e detalhe frontal da máquina (b).....	27
Figura 15- Usinagem do corpo de Prova.....	27
Figura 16 – Esquema do corpo de prova	28
Figura 17- Curva de transformação Tempo x Temperatura em resfriamento contínuo. (Adaptado de Joshi, 2006).....	29
Figura 18- forno de tratamento térmico com atmosfera controlada.....	29
Figura 19 – máquina de ensaio de compressão.	30
Figura 20 Máquina de ensaio de compressão (a) e o equipamento completo, com sistema de aquisição de dados.	31
Figura 21 detalhe da amostra entre as placas de compressão.....	31
Figura 22- Fluxograma de atividades realizadas em cada corpo de prova.....	32
Figura 23- Fluxograma dos processos e das análises feitas em cada amostra.	34

Figura 24 - equipamento de corte Isomet (a), Amostra seccionada (b), Embutidora (c), Amostra embutida em baquelite (d), pranchetas de lixamento (e), Politriz (f).....	35
Figura 25 Microscopio optico Epiphot 200.....	37
Figura 26 Equipamento de difração de raios x.....	39
Figura 27 suporte, emissor e analisador do equipamento de difração de raios x.....	39
Figura 28 – Penetrador do ensaio Vickers de ensaio de dureza.	40
Figura 29 Microdurometro Shimadzu	41
Figura 30 Penetrador de diamante piramidal de base quadrada.....	41
Figura 31 Equipamento para realizar ensaio de DSC.....	43
Figura 32 Curva DSC da liga de Ti-30Ta solubilizada.	45
Figura 33 - DRX com variação de temperatura	47
Figura 34- Difração de Raios X da liga de Ti-30Ta (amostra C) com indicações de presença de fase	47
Figura 35 - Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra C) após ataque químico (ampliação de 100x)	48
Figura 36 – Difração de Raios X da liga de Ti-30Ta (amostra A) com indicações das fases presente.....	49
Figura 37 Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra A) após ataque químico (ampliação de 100x)	49
Figura 38 Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra A) após ataque químico (ampliação de 200x)	50
Figura 39- Difração de Raios X da liga de Ti-30Ta (amostra B) com indicações das fases presente.....	51
Figura 40 Figura Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra B) após ataque químico (ampliação de 50x).....	51
Figura 41 - Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra B) após ataque químico (ampliação de 200x)	52
Figura 42 - Difração de Raios X da liga de Ti-30Ta (amostra C) com indicações das fases presente.....	53
Figura 43- Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra D) após ataque químico (ampliação de 50x)	53
Figura 44 - Difração de Raios X da liga de Ti-30Ta (amostra E) com indicações das fases presente.....	54

Figura 45- Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra E) após ataque químico (ampliação de 100x)	54
--	----

LISTAS DE TABELAS

Tabela 1 Amostra gerada a partir dos corpos de prova	33
Tabela 2- Dureza das amostras analisadas	55

LISTAS DE QUADROS

Quadro 1 Propriedades mecânicas do osso (adaptado http://saude.culturamix.com). ..	13
Quadro 2 Características do Ti. (www.wolframalpha.com/input/?i=titanium)	15
Quadro 3 Composição química do titânio comercialmente puro	16
Quadro 4 Características do tântalo (www.wolframalpha.com)	19
Quadro 5 Comparação das características entre Ti e Ta puros	20
Quadro 6 da liga Ti-Ta em diferentes concentrações (Adaptado Zhou)	21
Quadro 7 Característica dos equipamentos microscopia.....	35

LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS E SIGLAS

Å	- (Angstrom) unidade de pequenas escalas de medida de distância; corresponde a 10^{-10} m
σ	- Tensão
λ	- comprimento de onda
θ	- ângulo de difração de raios X
°C	- graus Celsius
%	- por cento
μm	- micrometro, corresponde a 10^{-6} metros
DRX	- Difração de raios-X
g	- gramas
mA	- unidade de corrente elétrica, corresponde a 10^{-3} ampère
mL	- mililitro, corresponde a 10^{-3} litros
mm	- milímetro, corresponde a 10^{-3} metros
nm	- nanômetro, corresponde a 10^{-9} metros
Ta	- símbolo do elemento tântalo
Ti	- símbolo do elemento titânio
V	- unidade do potencial elétrico (Volt)

1 INTRODUÇÃO

Em 1795 um material com grandes propriedades mecânicas e físicas foi descoberto por Gregor. Neste mesmo ano, Klaproth o batizou como titânio em referência aos Titãs, seres mitológicos de grande força e resistência. Somente cem anos após sua descoberta, o titânio foi produzido com grau de pureza entre 98 e 99,5% . (Nakajima e Okabe, 1996).

Devido ao elevado custo, inicialmente, o uso do titânio se restringia ao uso laboratorial e aeroespacial, devido à sua resistência à corrosão e estabilidade metalúrgica. A partir da década de 1940, muitas ligas de titânio foram estudadas visando o uso aeronáutico e aeroespacial, tais como a liga Ti-6Al-4V, empregada na confecção de motores devido à alta resistência à fluência (Norris, G., 1994).

Na década de 1960 as ligas de titânio começaram a ser utilizadas na fabricação de implantes cirúrgicos, devido às suas propriedades superiores para essas aplicações, quando comparadas a outros metais empregados na época como o aço inoxidável, principalmente a, resistência à corrosão, a mecânica. (Giudice, 2011), capacidade de osteointegração e a condutividade térmica, resultando em uma boa biocompatibilidade (LAUTENSCHLAGER & MONAGHAN, 1993).

Essa liga foi utilizada até que estudos mostraram que o vanádio (V) e o alumínio (Al) podem causar danos à saúde devido à sua toxicidade e à associação do elemento com doenças neurológicas. (Eisenbarth et. al, 2004; Zaffe, 2004; Silva, 2004; KOIKE et al, 2005). Dessa forma, novas ligas de titânio com adição de elementos de liga não citotóxicos passaram a ser estudadas. Essa pesquisa tem-se intensificado nos últimos anos devido ao aumento da expectativa de vida da população. Além disso, o elevado número de acidentes traumáticos tem levado à realização de um maior número de cirurgias de artroplastia, principalmente do quadril.

Um implante tem durabilidade de 12 a 15 anos devido a desgastes e afrouxamento mecânico, necessitando de novas cirurgias após um determinado tempo. Tem cirurgias que tornam-se mais críticas, considerando que a maioria dos pacientes tem idade avançada (Rack e Qazi, 2006) Mais de 200.000 cirurgias de substituição total de quadril são feitas nos Estados Unidos a cada ano e número semelhante ocorre na Europa, o que acelerou a pesquisa e desenvolvimento da área de biomateriais. (Shackelford)

Material utilizado em aplicações médico segue normas específicas para implantes metálicos (por exemplo: normas ASTM) e devem ser rigorosamente testados quanto à

composição química, às características estruturais e mecânicas, Em atendimento as tais normas (Oréfice, 2006).

Um implante (Figura 1) ou dispositivo médico deve ser desenhado em função do processamento do mesmo, uma vez que as propriedades das propriedades finais do material dependem do seu processamento, (Oréfice, 2006).



Figura 1 Modelos de prótese femoral sem (a) e com revestimento cerâmico(b).

1.1 Objetivos

Este trabalho tem por finalidade caracterizar liga de Ti-30Ta (%peso) após conformação mecânica quanto a suas propriedades físicas e mecânicas, visando aplicações biomédicas.

2 REVISÃO BIBLIOGRAFICA

2.1. Considerações Gerais

O esqueleto humano é constituído por 206 ossos, que podem ser divididos em três grupos: ossos longos, curtos e planos. O esqueleto é dividido em esqueleto axial (composto pela cabeça, pescoço e tronco) e Apendicular (composto pelos membros superiores e inferiores)(www.auladeanatomia.com/osteologia/generalidades.htm).

O tecido ósseo é um compósito natural, constituído por colágeno e hidroxiapatita, resultando em um material de densidade entre 1,6 e 1,7 g/cm³, com propriedades anisotrópicas (Quadro 1). Nas junções entre os ossos ficam as articulações (Figura 3 (a)), componente importante para o sistema esquelético. Nessa região, a superfície é recoberta com cartilagem (**Erro! Fonte de referência não encontrada.**), constituída de fluidos corpóreos ue lubrificam e proporcionam um coeficiente de atrito baixo, facilitando o movimento dos ossos. (Callister)

Quadro 1 Propriedades mecânicas do osso (adaptado <http://saude.culturamix.com>).

Propriedades	Paralelo ao eixo do osso	Perpendicular ao eixo do osso
Modulo de elasticidade, GPa	17,4	11,7
Limite de resistência a ruptura, em tração, MPa	135	61,8
Limite de resistência a ruptura, em compressão, MPa	196	135
Alongamento na fratura	3-4%	-



Figura 2 - Cartilagem da articulação (**Adaptado site culturamix**)

As articulações são pontos de transmissão de cargas (Figura 3 (a)). Nelas passam carga de osso para osso através da ação muscular e geralmente por um movimento relativo entre os

ossos. Quando ocorre uma fratura (Figura 3(b)) o osso demora um tempo até sua cicatrização e se regenerar por completo e volte a ter as características mecânicas de antes da fratura.



Figura 3- Articulação (a) e Ossos da região do quadril com fratura (b) (Culturamix)

A substituição de tecidos ósseos por biomateriais que restaurem sua função já é uma realidade na Engenharia Biomédica, o projeto e seleção desses materiais dependerão da aplicação. O desenvolvimento de novos biomateriais é um esforço interdisciplinar e requer uma parceria entre engenheiros, patologistas e clínicos.

Os biomateriais podem ser classificados como bioinertes (bio-tolerantes), bioativos ou bioabsorvíveis (Kidmaid, 2010). Biotolerante ou bioinerte são materiais, que quando implantados, não são rejeitados pelo organismo, mas geralmente encapsulados por uma membrana fibrosa que os isolam do meio biológico ao qual foram implantados. Bioativo são materiais que permitem a troca de íons entre o implante e o tecido ósseo, proporcionando a osseointegração, favorecendo o crescimento de células ósseas.

Bioabsorvíveis são materiais que são degradados e absorvidos pelo hospedeiro, dando condições para o crescimento do tecido natural (Vallet-regi 2001; kidmaid, 2010).

2.2. Titânio e Suas Ligas

2.2.1. Titânio

O titânio é um metal de transição, de número atômico 22 e peso molecular 47,90. Possui alotropia, sendo que a temperatura ambiente ele se apresenta na fase α (HCP) e quando

aquecido acima da temperatura de 883 °C se transforma na fase β (CCC), outras características estão descritas no quadro 2 (Quadro 2).

Quadro 2 Características do Ti. (www.wolframalpha.com/input/?i=titanium)

Informações gerais	
Nome, símbolo, número	Titânio, Ti, 22
Série química	metais de transição
Densidade, dureza	4507 kg/m ³ , 6
Propriedade atômicas	
Massa atômica	47,867(1) u
Raio atômico (calculado)	140 (176) PM
Raio covalente	136 pm
Estado(s) de oxidação	4 (anfótero)
Estrutura cristalina	Hexagonal
Propriedades físicas	
Estado da matéria	Sólido
Ponto de fusão	1941 K
Ponto de ebulição	3560 K
Entalpia de fusão	15,45 kJ/mol
Entalpia de vaporização	421 kJ/mol
Diversos	
Eletronegatividade (Pauling)	1,54
Calor específico	520 J/(kg·K)
Condutividade elétrica	2,34×10 ⁶ S/m
Condutividade térmica	21,9 W/(m·K)

O titânio possui camada eletrônica incompleta, que possibilita formar ligações químicas com vários outros elementos, resultando em ligações, que podem gerar ligas metálicas. Dependendo da relação entre o elétron e o átomo (ou o grupo), o elemento de liga irá definir se ele estabilizará a fase α ou a fase β (Figura 4).

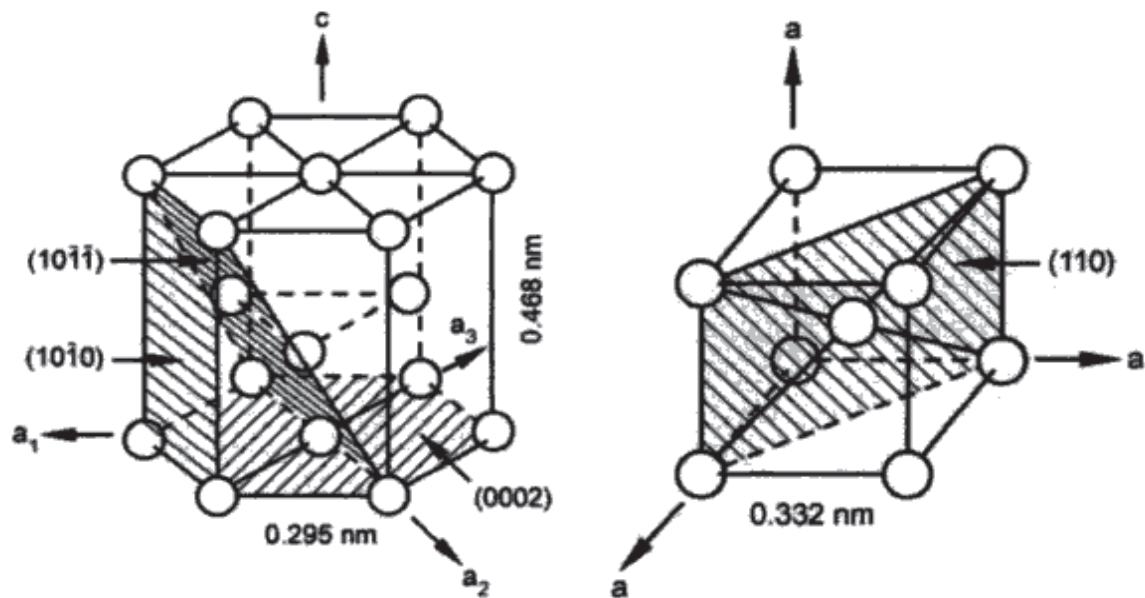


Figura 4- Estrutura cristalina da fase α e β presente na liga de Ti.(adaptado de Kidmaid 2010)

O titânio comercialmente puro (CP) é dividido em classes, conforme seu grau de pureza, que varia conforme composição química descrita no quadro 3

Quadro 3 Composição química do titânio comercialmente puro

%p Ti	Grau	%p C	%p Fe	%p N	%p O	%p H
99,5	1	0,08	0,20	0,03	0,18	0,015
99,2	2	0,08	0,25	0,03	0,20	0,015
99,1	3	0,08	0,25	0,05	0,30	0,015
99,0	4	0,08	0,50	0,05	0,40	0,015

O titânio CP de Grau 1 apresenta menores valores de elementos residuais, conferindo a ele ductilidade e conformabilidade a frio, porém menor resistência mecânica. O de grau 2 apresenta boa ductilidade e resistência mecânica, pode-se trabalhar a frio. Sua resistência mecânica é próxima a apresentada pelo aço inoxidável, tornando-o mais empregado na indústria. No de grau 3 a ductilidade é afetada pela presença de resíduos, porém isso eleva levemente sua resistência mecânica. O de grau 4 é o mais utilizado na indústria aero espacial e médica, que apresenta melhor resistência mecânica. Dentre os citados, o de grau 3 e 4 são os mais empregados na fabricação de implantes dentários. (Mountford, 2001apud Kidmaid,2010).

2.2.2. Ligas de Titânio

As ligas de titânio têm como principais características: resistência à corrosão, baixa densidade, alta dureza, fácil conformabilidade, resistência a fadiga e estabilidade microestrutural. Assim, elas são empregadas em indústrias químicas e de processo, aplicações navais, em biomedicina, em indústria automobilística, aeronáutica e aeroespacial. (Joshi, 2006)

Ligas de titânio podem ser classificadas como ligas α , quase α , $\alpha+\beta$, β metaestável e β (Figura 5).

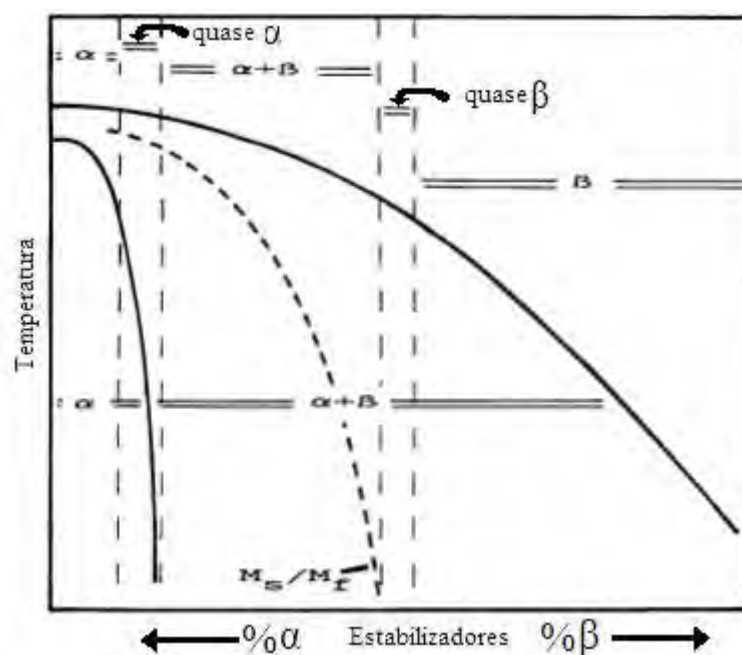


Figura 5 – Fases em função da porcentagem de estabilizadores de fase. (Adaptado Flower, 1990)

Ligas α apresentam estrutura cristalina hexagonal compacta (HCP), o que lhes confere propriedades mecânicas em temperaturas criogênicas. Não é endurecida pelo tratamento térmico de tempera, esse tratamento reduz sua dureza, ao contrário dos aços que endurecem, resultando em boa solvabilidade, tenacidade ao entalhe. Ligas quase α são formadas com pequenas adições (1-2%) de β estabilizadores (Figura 6), o que melhora a resistência e a trabalhabilidade. Tanto a liga α quanto a quase α tem ótima resistência à oxidação assim como à fluência em altas temperaturas. (Kidmaid, 2010- Weiss e Semiatin, 1999)

Ligas $\alpha+\beta$ apresentam uma quantidade considerável (4-6%) de β estabilizadores, de modo que crie condições para que a fase beta exista, mesmo em pequenas proporções, à temperatura ambiente. Isso resultará em propriedades intermediária entre a fase α e a fase β . A fase β é

passível de tratamento térmico, tornando a liga $\alpha+\beta$ tratável termicamente. Sua resistência de fluência a quente é afetada e são mais adequadas para se conformar a quente.

Ligas próxima de β ou β metaestável contêm uma quantia entre 10-15% de β estabilizadores, enquanto as ligas β apresentam uma grande adição de β estabilizadores (acima de 30%), quantia que evita a formação de martensita durante o resfriamento. Ele têm alta temperabilidade, resistência à fadiga, podem ser forjadas em uma grande faixa de temperatura, apresentam resistência em altas temperaturas e resistência à corrosão.



Figura 6 – elementos estabilizadores. (adaptado de Donachie, 1989)

2.3. Tântalo

O tântalo apresenta número atômico 73, possui peso atômico 180,95 g/mol é encontrado com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC), outras características do tântalo puro podem ser encontradas do tântalo puro no Quadro 4Quadro 4 Características do tântalo

(www.wolframalpha.com). Pertence aos metais de transição e tem como principais características a tenacidade à fratura, a trabalhabilidade e a resistência à corrosão.

Estudos realizados na década de 1990 por Gibbesch et. al. (1992) mostram que o tântalo melhora as propriedades de adesão entre cerâmica e metal. Na década de 1940, Burke introduziu a utilização do tântalo em implantes cirúrgicos, na forma de parafusos de ossos e placas.

Zhou (2003) estudou o módulo de elasticidade da liga Ti-Ta em diferentes concentrações de Ta (10, 30, 50 e 70%) e constatou que o Ta diminui o módulo de elasticidade da liga, mas que em concentrações de 30 e 70% apresentaram os menores módulo de elasticidade.

Quadro 4 Características do tântalo (www.wolframalpha.com)

Informações gerais	
Nome, símbolo, número	Tântalo, Ta, 73
Série química	Metal de transição
Densidade, dureza	16650 kg/m ³ , 6,5
Propriedade atômica	
Massa atômica	180,94788 (2) u
Raio atômico (calculado)	200 pm
Raio covalente	138 pm
Estado(s) de oxidação	5, 4, 3, 2, -1
Estrutura cristalina	cúbica centrada no corpo
Propriedades físicas	
Estado da matéria	Sólido
Ponto de fusão	3 290 K
Ponto de ebulição	5 731 K
Entalpia de fusão	31,6 kJ/mol
Entalpia de vaporização	743 kJ/mol
Diversos	
Eletronegatividade (Pauling)	1,5
Condutividade térmica	57,5 W/(m·K)

2.4. Sistema Binário Ti-Ta

O titânio e o tântalo puro apresentam propriedades interessantes para o campo médico (Quadro 5) devido às suas propriedades mecânicas, mas principalmente pela sua resistência à corrosão. (Zhou, 2004)

Quadro 5 Comparação das características entre Ti e Ta puros

Propriedades	Ti CP	Ta CP
Numero atômico	22	73
Peso atômico (g/mol)	7,9	180,95
Estrutura Cristalina	HC e CCC	CCC
Densidade (g/cm ³)	4,51	16,6
Temperatura de fusão (°C)	1650	2996
Condutividade Térmica (W/mK)	19,2	57,5
Modulo de elasticidade (GPa)	107	186

A combinação entre o titânio e o tântalo faz com que a temperatura de fusão do tântalo reduza significativamente (Figura 7) e que o titânio comece a formar fases $\alpha+\beta$ e β . Zhou (2004) estudou a variação de tântalo na composição da liga do sistema binário Ti-Ta, a densidade (Quadro 6) e as estruturas formadas e suas propriedades como módulo dinâmico de Young.

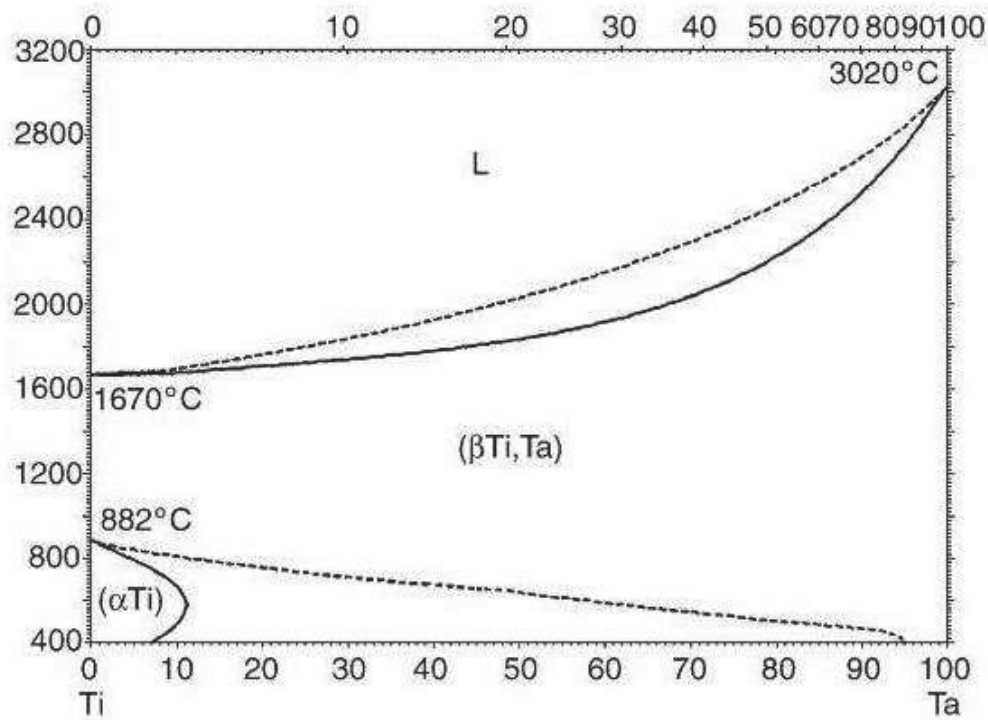


Figura 7 – Sistema binário de Ti-Ta. (Adaptado de Souza, 2003)

Quadro 6 Densidade da liga Ti-Ta em diferentes concentrações (Adaptado Zhou)

Liga	Densidade (g/cm ³)
Ti 10% Ta	4,82
Ti 20% Ta	5,23
Ti 30% Ta	5,71
Ti 40% Ta	6,30
Ti 50% Ta	7,03
Ti 60% Ta	7,92
Ti 70% Ta	9,17
Ti 80% Ta	10,68

A liga Ti-Ta proporciona características intermediárias entre as dos elementos puros, tais como temperatura de fusão, que se encontra aproximadamente entre 1650 e 3000 °C (Figura 7), e sua densidade que varia conforme o Quadro 6.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Processamento

O método de obtenção dos lingotes, que possibilitaram a confecção dos corpos de prova para serem analisados, seguiu o fluxograma representado pela Figura 8.

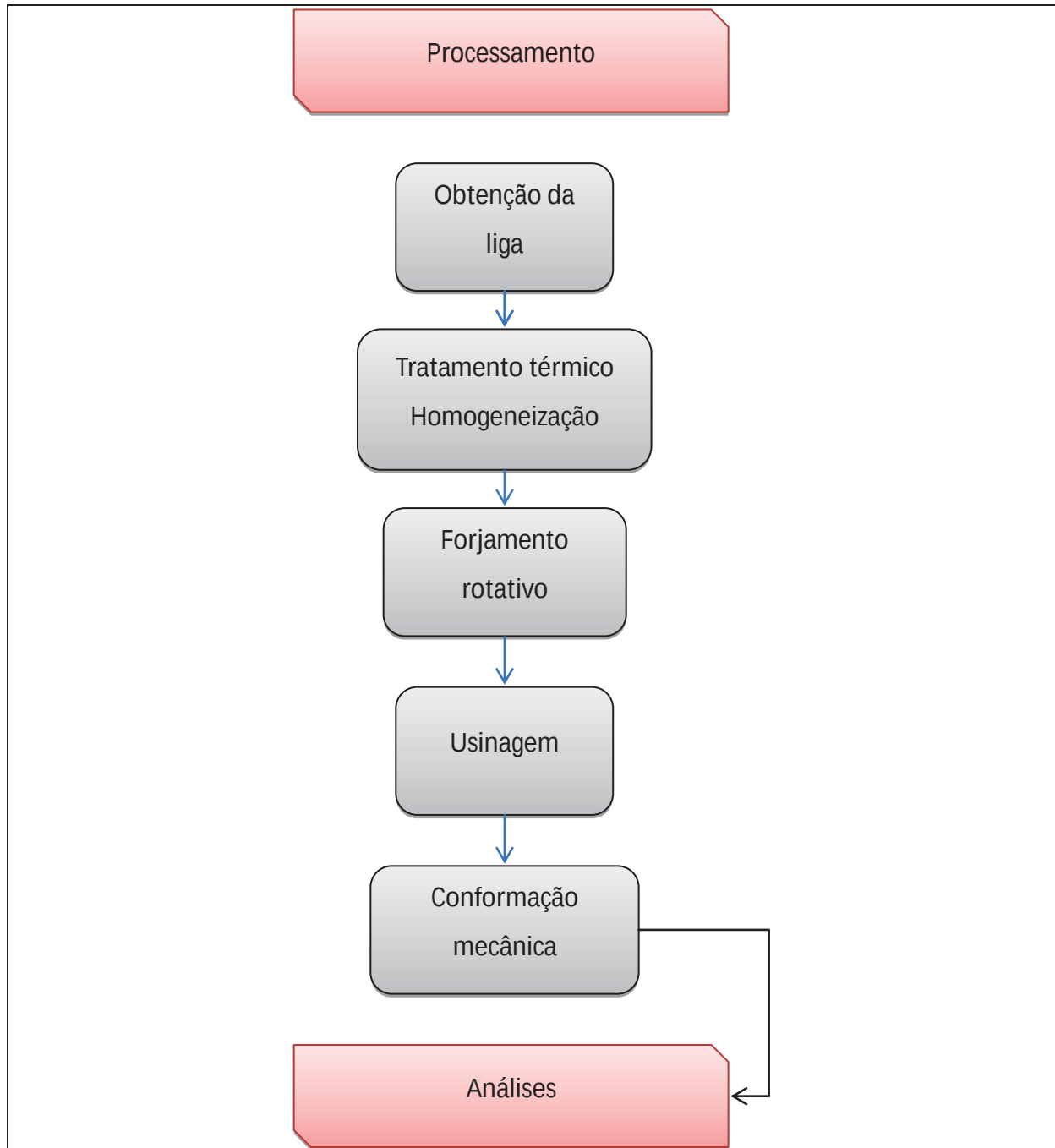


Figura 8- fluxograma dos procedimentos para obtenção da liga de Ti

3.1.1. Obtenção Dos Lingotes da Liga Ti-30Ta

A liga foi obtida a partir de titânio comercialmente puro (fornecido pela Saninxo) e tântalo comercialmente puro (fornecido pela Sigma Aldrich), . O material foi adquiridos em chapas e cortados em pedaços menores. O titânio (grau 2 de pureza) foi decapado com uma solução ácida (50mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4), 20mL de ácido fluorídrico (HF), 20mL de ácido nítrico (HNO_3) e 10mL de água destilada) . Após a limpeza, os materiais foram pesados em uma balança analítica com a seguinte composição: 70% em peso de titânio e 30% em peso de tântalo. Os metais foram fundidos em um forno a arco voltaico (Figura 9), com eletrodo não consumível de tungstênio e sob atmosfera inerte de gás argônio. A câmara e cadinho de cobre são refrigerados à água (Figura 10).



Figura 9 – Forno a arco voltaico.



Figura 10 – Detalhe do cadinho de cobre refrigerado a água e o eletrodo de tungstênio.

O forno à arco elétrico segue o princípio de funcionamento utilizado na soldagem com eletrodo de tungstênio (TIG), com o eletrodo de tungstênio sendo o cátodo e o cadinho de cobre o ânodo. O equipamento é modificado de tal forma a ter uma câmara com atmosfera controlada. Essa modificação possibilita trabalhar com o metal em altas temperaturas sem que exista contaminação por elementos no ar atmosférico.

O equipamento inicia seu funcionamento ao apertar o pedal que é ligado a uma fonte retificadora que gera a corrente e a tensão necessárias para criar o arco elétrico. O eletrodo se move por meio de uma haste presente na câmara. Ele tem movimento sobre o cadinho de cobre, para poder trabalhar com a amostra.

O material, após limpo e pesado nas devidas proporções, foi colocado dentro do cadinho seguindo a ordem de densidade: os metais de baixa densidade são colocados sob os metais de maior densidade. A câmara é devidamente fechada (Figura 11), iniciando o processo o vácuo e injeção de argônio, repetiu este processo por cinco vezes, para assegurar a completa remoção dos gases que possam contaminar a amostra.

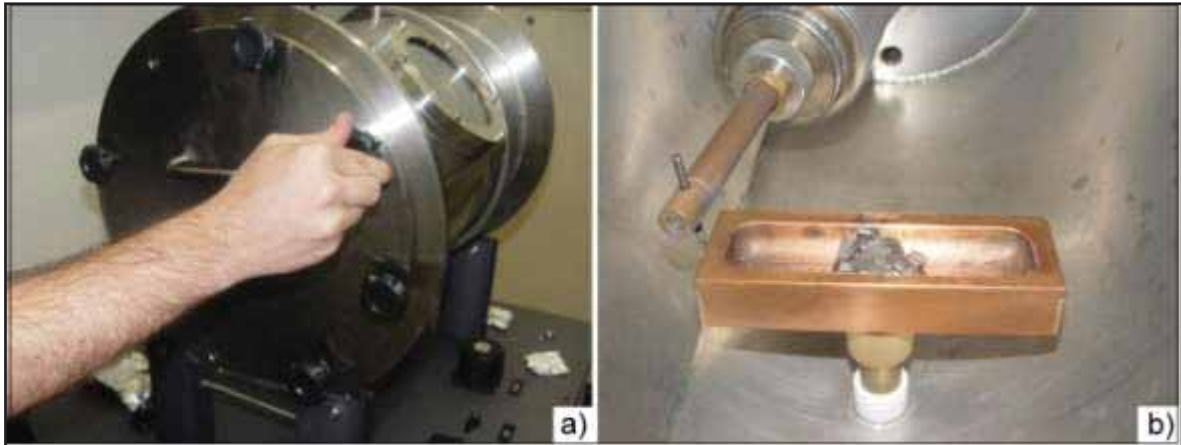


Figura 11 – (a) Tampa lateral do forno; (b) detalhe dos materiais colocados no cadinho de cobre

Os metais foram fundidos e após solidificados são virados com auxílio do eletrodo e fundidos novamente, este processo é repetido por dez vezes para obter uma maior homogeneização da liga após sua fusão. A Figura 12 mostra o lingote após sua fusão.



Figura 12- Cadinho de cobre com a liga de Ti fundido.

3.1.2. Tratamento Térmico de Homogeneização

Depois de obtido a liga, realizou-se um tratamento térmico de homogeneização. Para este procedimento, a amostra foi encapsulada em um tubo de silício à vácuo e fechada (Figura

13).A amostra encapsulada foi aquecida a 1000 °C durante vinte e quatro horas. A amostra deve ser encapsulada para evitar a contaminação por elementos presente na atmosfera. Esta etapa do procedimento foi realizada no Departamento de Materiais da escola de Engenharia de Lorena, USP.



Figura 13 – Detalhe da amostra após encapsulamento à vácuo

3.1.3. Forjamento Rotativo

No Departamento de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena , USP, realizou a conformação mecânica do lingote dando uma forma cilíndrica e realizando uma redução de 20% do diâmetro da amostra. Para este procedimento utilizou-se uma forja rotativa (Figura 14), modelo 3F – FENN.



(a) (b)
Figura 14 Máquina de forjamento rotativo (a) e detalhe frontal da máquina (b)

3.1.4. Usinagem

Após o forjamento rotativo, os lingotes não saem totalmente cilíndricos e para deixar nas dimensões especificadas, devem ser usinados (Figura 15).

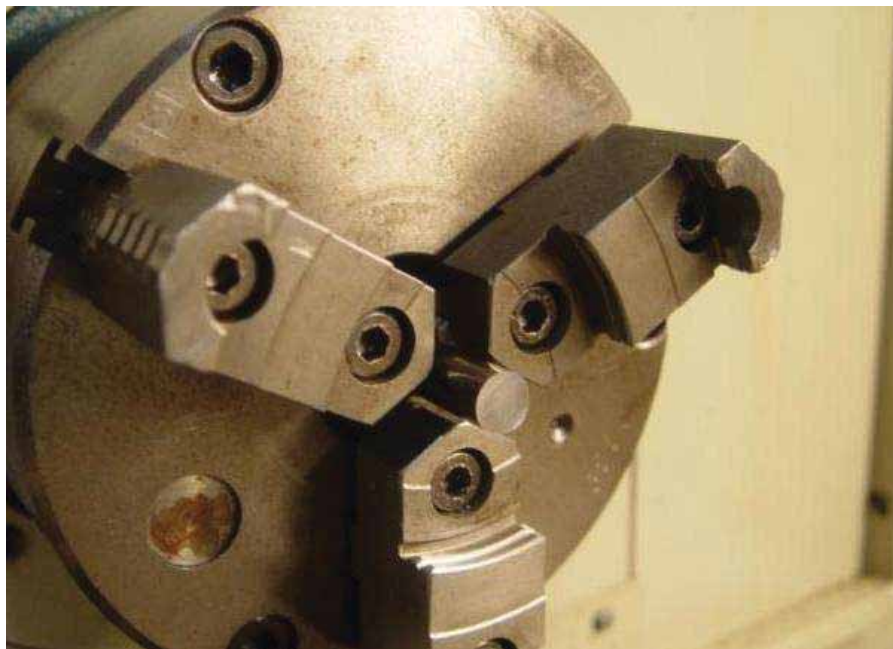


Figura 15- Usinagem do corpo de Prova

A norma da ASTM padroniza forma, tamanhos e diâmetros para realizar o ensaio mecânicos. A norma ASTM E9-09 define os parâmetros para realizar o ensaio de compressão a frio com material não ferroso.

Baseado na norma e com o tamanho do lingote após o forjamento rotativo, defini-se o formato (Figura 16) e a proporção entre altura e diâmetro (L/D) seria de 2. Com essas

especificações foram usinados 2 corpos de prova: o primeiro com 20 mm de altura e 10 mm de diâmetro; e outro com 24mm de altura e 12 mm de diâmetro.

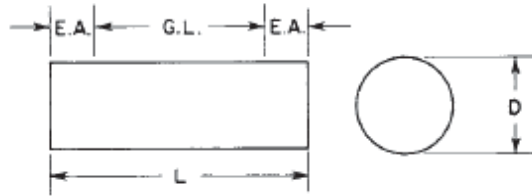


Figura 16 – Esquema do corpo de prova

3.1.5. Tratamento Térmico de Têmpera

Os tratamentos térmicos são realizados em ligas com a finalidade de mudar a microestrutura dos materiais por meio da temperatura e do tempo. O tratamento térmico por solubilização consiste em aquecer o metal até que forme uma solução monofásica e é seguida pelo tratamento térmico de têmpera, que consiste em resfriá-lo rapidamente até a temperatura ambiente, com a finalidade de evitar difusão e formação de uma das fases. (Callister, 2007). Em aços esse tratamento térmico resulta em aumento da dureza do material, porém, em ligas de titânio resulta em redução da dureza.

O processo de solubilização elevará a temperatura fazendo com que o titânio até que forme a fase β (Figura 17- Curva de transformação Tempo x Temperatura em resfriamento contínuo. (Adaptado de Joshi, 2006)). A liga é mantida neste patamar até que todo o material se encontre nesta fase. A liga é então submetida ao tratamento de têmpera, com resfriamento em água ou óleo até a temperatura ambiente, resultando em uma estrutura metaestável.

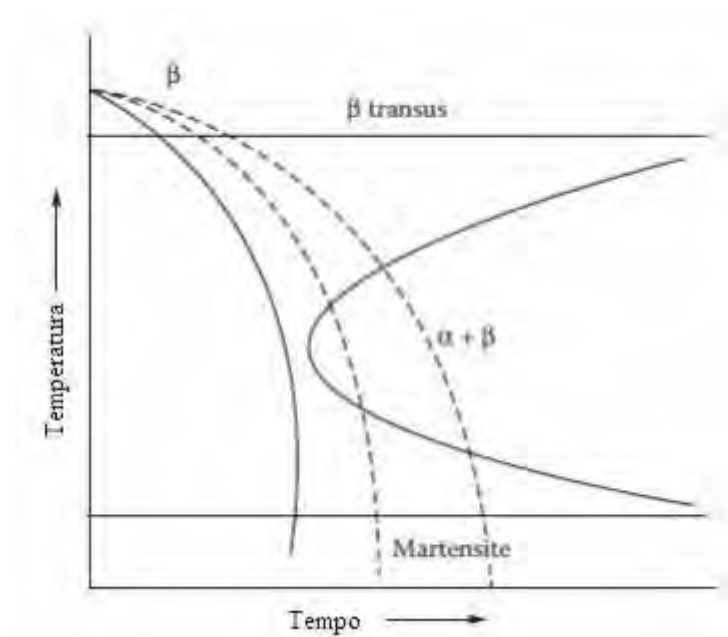


Figura 17- Curva de transformação Tempo x Temperatura em resfriamento contínuo. (Adaptado de Joshi, 2006)

Uma das amostras foi aquecida em um forno tubular revestida por um tubo de silício fechado e com vácuo (Figura 18). A amostra foi aquecida a uma temperatura de 1000 °C por 60 min, após este tempo, a amostra é retirada rapidamente e resfriada rapidamente em água. Este procedimento visou estabilizar a fase metaestável para analisar as fases que formariam quando as amostras fossem aquecidas.



Figura 18- forno de tratamento térmico com atmosfera controlada.

3.1.6. Ensaio de Compressão

Para a confecção das próteses, o material é forjado na forma desejada. O ensaio de compressão é realizado para simular a o processo de forjamento a frio. O ensaio de compressão consiste em aplicar forças sobre um material, o qual irá deformar-lo, dependendo da sua geometria e da magnitude da força aplicada. O ensaio é realizado em um equipamento (Figura 19) que aplica força sobre um corpo de prova que está sobre uma superfície fixa, onde a velocidade de aumento de carga pode ser controlada e registrada.

Materiais se deformam proporcionalmente à magnitude da carga aplicada sobre ele. A tensão (σ) aplicada pode ser calculada pela equação 1, e o alongamento pode ser definido pelas equações 2 e 3 .

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (1)$$

$$\varepsilon = \frac{(l - l_0)}{l_0} \quad (2)$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (3)$$

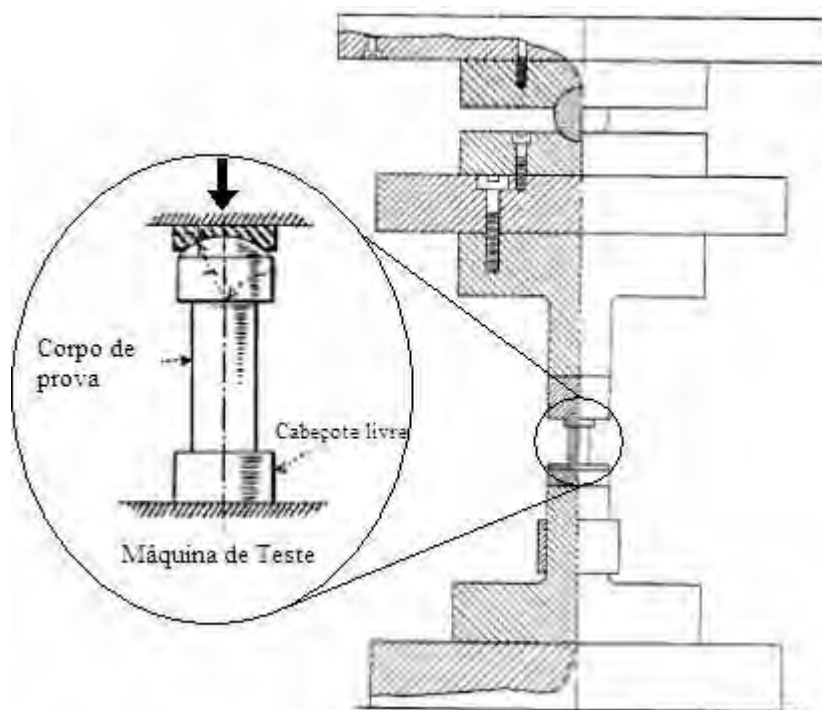


Figura 19 – máquina de ensaio de compressão.

O ensaio de compressão foi realizado em um equipamento de compressão (Erro! Fonte de referência não encontrada.) com placas planas e livres (Figura 21), aonde se aplicou forças sobre os corpos de prova, a fim de comprimi-los e deformá-los. As duas amostras foram submetidas ao ensaio de compressão.



(a)



(b)

Figura 20 Máquina de ensaio de compressão (a) e o equipamento completo, com sistema de aquisição de dados.

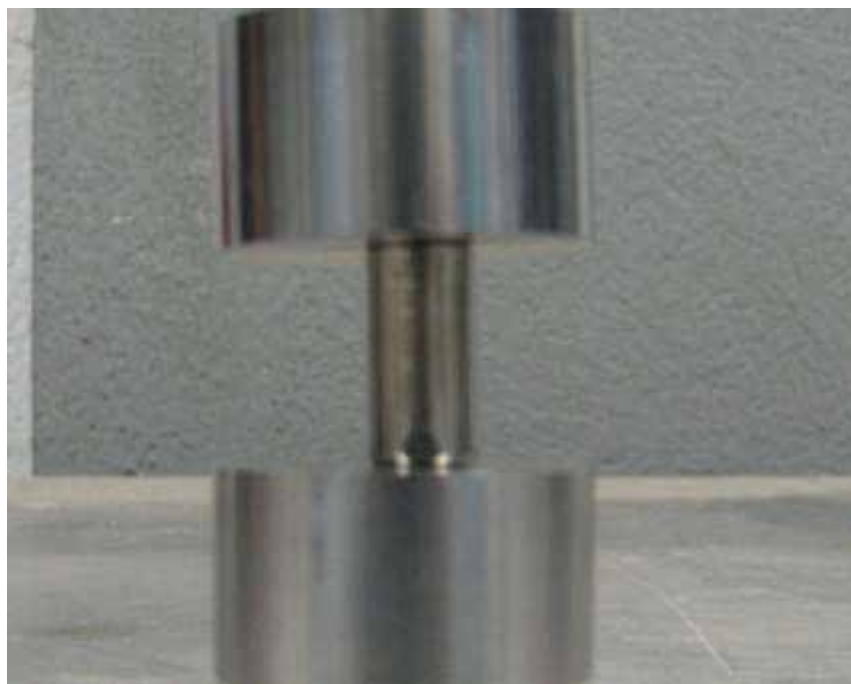


Figura 21 detalhe da amostra entre as placas de compressão.

3.1.7. Resumo do Processamento

A seqüência de processos foi esquematizada no fluxograma da Figura 22 e os corpos de prova que foram processadas em cada atividade.

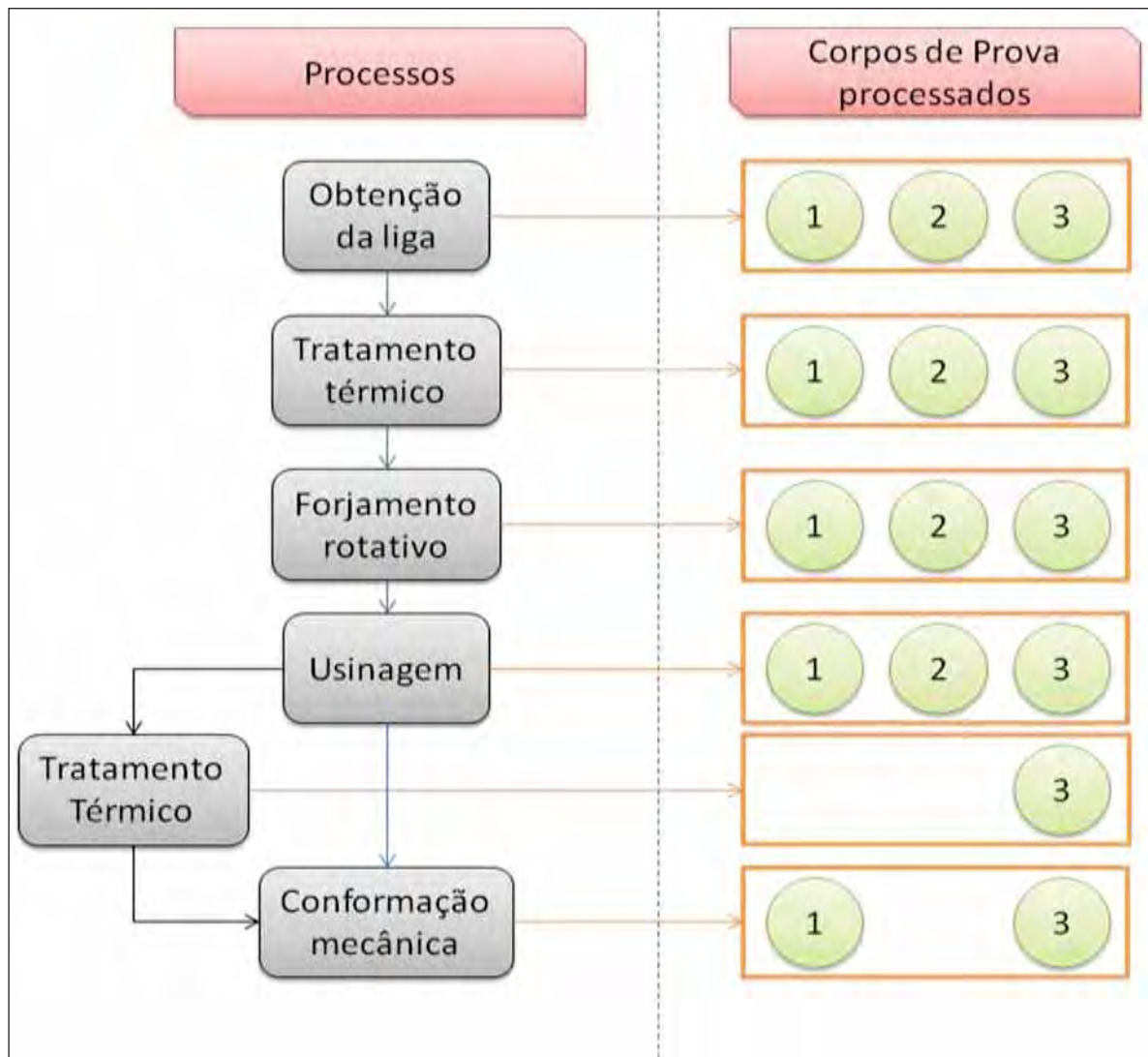


Figura 22- Fluxograma de atividades realizadas em cada corpo de prova.

Para este trabalho foram confeccionados três corpos de provas. O primeiro corpo de prova (cdp 1) foi fundido no forno à arco voltaico, homogeneizado, forjado na forja rotativa, usinado para confeccionar o corpo de prova e foi conformado mecanicamente. O segundo corpo de prova (cdp 2) seguiu os procedimentos do primeiro corpo de prova (cdp 1) sendo analisado após a usinagem. Como o terceiro corpo de prova, seguiu com procedimento semelhante ao do primeiro corpo de prova (cdp 1), realizando um tratamento térmico de têmpera antes da conformação mecânica, procurando reduzir a dureza do material antes da conformação.

3.2. Caracterização Microestrutural e Mecânica

Para a caracterização e análise dos corpos de prova, eles foram seccionados e cada secção foi trabalhada e analisada. A Tabela 1 Amostra gerada a partir dos corpos de prova mostra a relação entre as amostras obtidas e os corpos de prova que as originaram. A Figura 23 correlaciona a análise realizada com a amostra e em que parte do processamento a amostra estava.

Tabela 1 Amostra gerada a partir dos corpos de prova

Amostra	Corte	Corpo de Prova
A	Transversal	1
B	Longitudinal	1
C	Longitudinal	2
D	Longitudinal	3
E	Transversal	3
F	Longitudinal	2

Para as análises, as amostras foram seccionadas de forma transversal (Figura 24 (b)) e longitudinal, utilizando a máquina de corte Isomet – Buheler(Figura 24 (a)) com disco diamantado originando as amostras A,B,C,D e E, que foram analisadas

As amostra A e B, proveniente do corpo de prova 1, cujo processamento realizou desde a fusão até a conformação mecânica, sem realizar tratamento térmico de têmpera. A amostra C deriva do corpo de prova 2, que foi fundida e processada até a usinagem. As amostras D e E foram geradas a partir do Corpo de prova 3, com um processamento semelhante ao do corpo de prova 1, com o acréscimo do tratamento térmico de têmpera após a usinagem. A amostra F foi feita a partir da amostra C, realizando o tratamento térmico de têmpera.

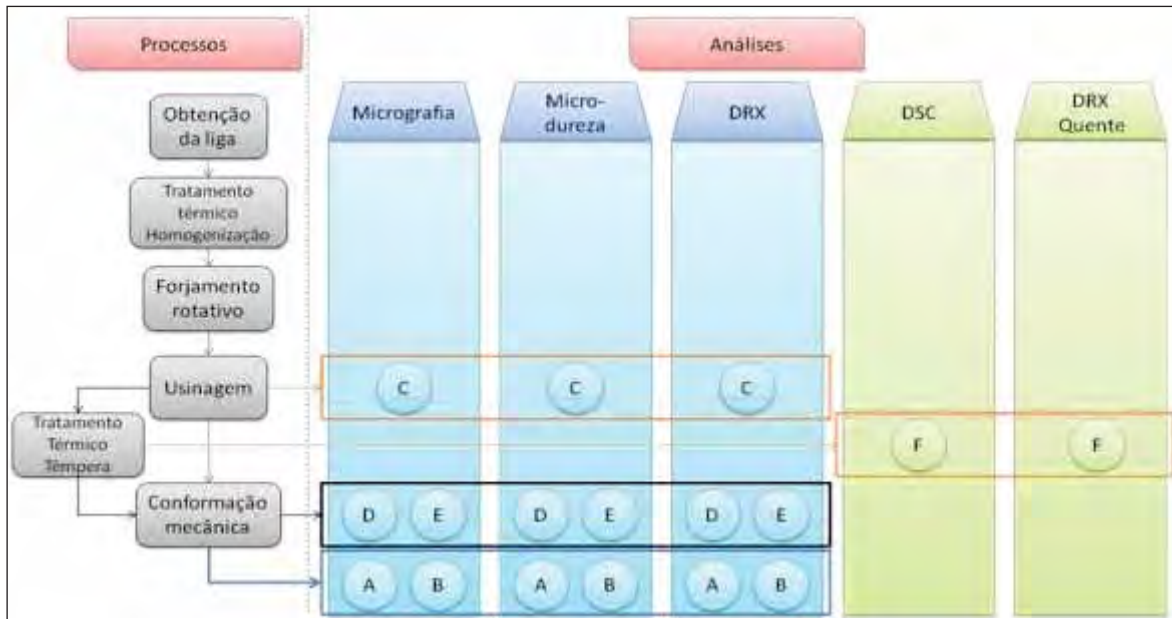


Figura 23- Fluxograma dos processos e das análises feitas em cada amostra.

As amostras A,B,C,D e E foram analisadas por microscopia óptica e microdureza no Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP de Guaratingutá. As amostras mesmas foram analisadas por difração de raios x, e a amostra F foi analisada por DSC e difração de raios x em alta temperatura no Departamento de Engenharia Mecânica da UNICAMP.

Para analisar as amostras A,B,C,D e E, elas tiveram que ter suas superfícies tratadas deixando-as lisas, para isso, elas foram embutidas (Figura 24 (c)) em baquelite (Figura 24 (d)), passaram por um processo de desgaste com lixas de carbeto de silício (SiC) de granulometria variando de 80 a 1500 em banquetas (Figura 24 (e)), com fluxo de água. Após serem lixadas, as amostras passam pelo ultra-som para a remoção de partículas do processo de lixamento, seguindo para o polimento, que ocorre em uma politriz rotativa com pano especial OP-Chen – Struers. No polimento (Figura 24 (f)), utiliza-se uma solução de sílica coloidal e água em uma proporção de 1:1. O segundo polimento é realizado com ácido oxálico 5%. As amostras passam novamente pelo ultra-som para remoção de partículas resultantes do polimento.

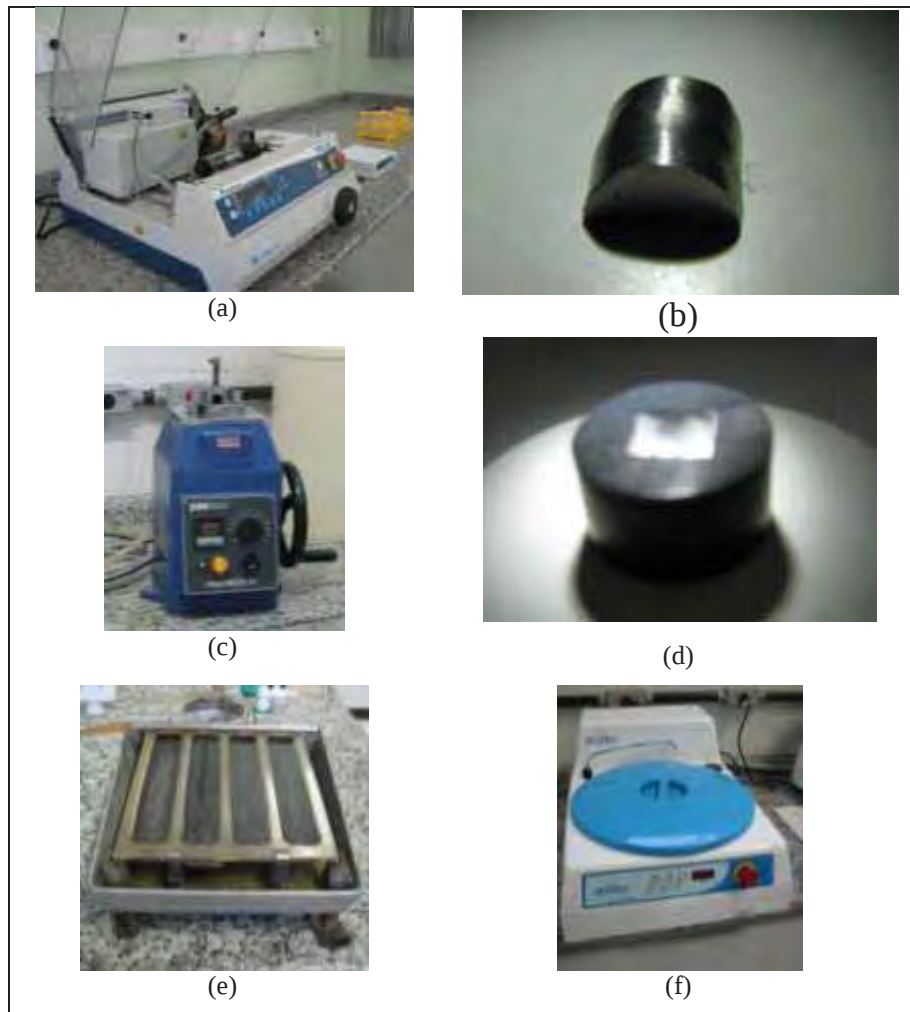


Figura 24 - equipamento de corte Isomet (a), Amostra seccionada (b), Embutidora (c), Amostra embutida em baquelite (d), pranchetas de lixamento (e), Politriz (f)

3.2.1. Caracterização microestrutural

A microscopia é uma técnica de construção de imagens ampliadas de objetos. Para isso utiliza-se de instrumentos tais como microscópios ópticos e eletrônicos. Esses instrumentos podem ampliar a amostra de cinco até mil vezes e ter uma resolução de 0,1 nm (0,000000001 m), como observado no Quadro 7. Característica dos equipamentos microscopia

Quadro 7 Característica dos equipamentos microscopia

Microscópio	Resolução aproximada	Ampliação	Fonte	Requisito amostra	Cristalografia
Olho humano	100 μm	-	Luz	Material (volume)	Não
Microscópio de luz	100 nm	5 – 1500 x	Luz	Material (superfície)	Não

				polida)	
Microscópio eletrônico de varredura	10 nm	100 – 200000 x	Feixe eletrônico	Material (volume)	Depende do modelo
Microscópio eletrônico de Transmissão	0,5 nm	1000 – 300000 x	Feixe eletrônico	Filmes finos (espessura ~100 nm)	Sim
Microscópio eletrônico de transmissão de alta resolução	0,1 nm	3000 – 1000000 x	Feixe eletrônico	Filmes finos (espessura ~100 nm)	Sim

Análise por microscopia óptica utiliza os princípios físicos da radiação eletromagnética para construir as imagens. A luz tem um comportamento particular e ondulatório, possui parâmetros importantes, como velocidade, frequência, comprimento de onda, dentre outros.

O comprimento de onda (λ) e a velocidade de propagação (v) têm uma relação, que é dada pela equação (4).

$$c = \lambda \cdot v \quad (4)$$

A energia de radiação (E) está associada com a frequência da radiação (ν) e a constante de Planck(h), descrito pela equação 5.

$$E = h \cdot \nu \quad (5)$$

O espectro visível se encontra entre 400 nm (violeta) até 750 nm (vermelho) dentro dessa faixa de comprimento de onda a luz é visível ao olho humano, acima ou abaixo desta faixa somente com equipamentos especiais.

A luz realiza interações importantes com a matéria, tais com: absorção, refração e difração.

- Absorção ocorre quando a matéria absorve a radiação provocando transições energéticas nela.
- Refração resulta da alteração da propagação do feixe ao passar por um meio aonde o índice de refração é diferente.
- Difração do feixe de luz, quando um objeto se encontra no caminho óptico do feixe luminoso acarretando na alteração da direção de propagação.

Para se obter uma boa análise por microscopia, deve-se ter conhecimento de parâmetros importante para poder formar uma boa imagem, tais como resolução, contraste, profundidade de campo e distorção.

Ernst Abbe e Carl Zeiss publicaram em 1877 definindo a lei de Abbe (formula 6):

$$D = \frac{\lambda}{2.n.\text{sen}(\theta)} \quad (6)$$

Um parâmetro importante para análise por microscopias é a resolução, parâmetro que define a menor distancia entre dois pontos. Em altas ampliações quanto menor a resolução melhor a qualidade da imagem. Outro fator importante é o contraste, característica que pode ser definida como a diferença de intensidade entre o ponto mais claro e o mais escuro.

Neste experimento, para revelar as microestruturas, foi feito um ataque químico com uma solução acida composta por 5% HF, 10% de HNO₃ e 85% de H₂O, formulação retirada de Vandervoort (1984). As amostras sofrem o ataque entre dez e quinze segundo.

As amostras foram analisadas em um microscópio óptico Epiphot 200, Nikon (Figura 25) pertencente ao Departamento de Materiais e Tecnologia (DMT) da UNESP de Guaratinguetá. Foram analisadas com ampliações de 50x, 100x e 200x com luz polarizada para melhorar a contraste entre as fases.



Figura 25 Microscopio optico Epiphot 200

3.2.2. Difração de raios-X

Os raios-X são uma onda de comprimento 10-5 a 100 Å, porém a espectroscopia convencional trabalha na região de 0,1 a 25 Å. Essas ondas são geradas pelo bombardeamento de um alvo metálico por um feixe de elétrons de alta energia.

A fonte geradora emite radiação, que é colimada e direcionada para o material de análise em feixes paralelos. A difração corresponde à alteração da direção da onda por centros de espalhamento, que pode ser observada quando houver interferência construtiva entre as ondas.

Quando o comprimento dos caminhos entre os raios-X adjacentes for igual a um número inteiro (n) de comprimento de onda (λ), a relação envolvendo a distância interplanar e o ângulo de espalhamento(θ), que demonstra esta condição é a equação de Bragg (equação 7):

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad (7)$$

Como resultado da difração de raios x, tem-se um espectro da intensidade em função do ângulo de difração (2θ), onde os espectros devem ser comparados com fichas padrão que contêm dados sobre a estruturas de um determinado material.

Análise por difração de raios x foi realizada em Campinas (Figura 26), na UNICAMP, no Departamento de Engenharia Mecânica (FEM). Para esta análise, elas tiveram que ser retiradas do embutimento e polidas novamente para remover a superfície atacada.

Utilizou-se o equipamento X'Pert Pro (Figura 26 Equipamento de difração de raios x.Figura 26) para analisar as fases presente nas amostras, para isso as amostras foram colocadas em pequenos suportes e fixadas no entre o analisador e o emissor de raios-X. As amostras foram analisadas com tensão de 40 V e corrente de 30 mA, com varredura de 30° até 90° (2θ).



Figura 26 Equipamento de difração de raios x.

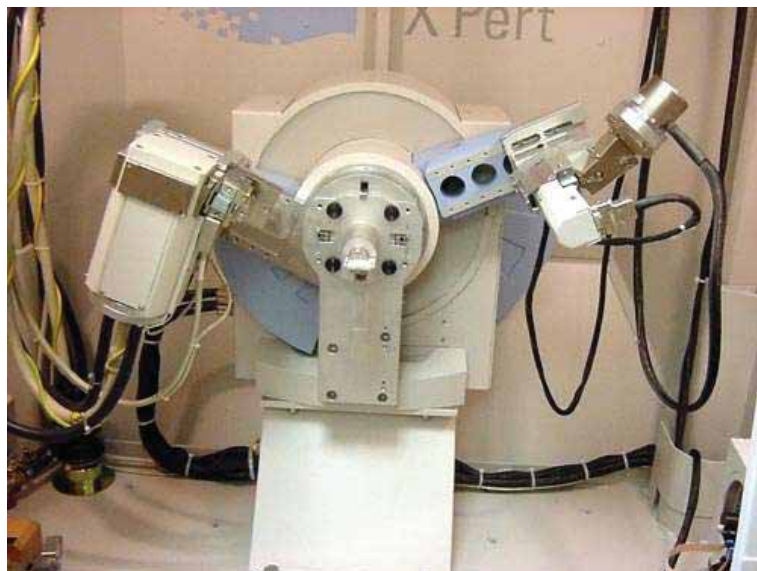


Figura 27 suporte, emissor e analisador do equipamento de difração de raios x

3.2.3. Ensaio de Microdureza

Dureza é definida com característica que mede a resistência à penetração na superfície do material. Para avaliar esta característica foram desenvolvidos vários tipos de ensaios, dentre eles os mais comuns são os ensaios de dureza Brinell, Vickers e Rockwell.

O ensaio de microdureza se baseia no ensaio de dureza Vickers, onde um penetrador com ponta de diamante na forma de pirâmide de base quadrada e com um ângulo de 136° entre as faces da mesma (Figura 28), que é forçado sobre a superfície do material por certo

tempo com uma determinada carga, deixando uma impressão quadrada na superfície e a distancia entre as diagonais será medida, determinado a sua dureza.

Para determinar a dureza, utiliza-se a equação 9, que leva em consideração a diagonal (equação 8) e a carga aplicada.

$$L = \frac{L_1 + L_2}{2} \quad (8)$$

$$HV = \frac{\text{Carga}}{\text{Área da superfície pirâmida}} = \frac{2Q \operatorname{sen} \frac{136}{2}}{L^2} \quad (9)$$

O material a ser implantado ficará em contato direto com outros tecidos, por isso a dureza de uma liga deve estar dentro de uma faixa onde não desgaste outro tecido e nem sofra desgaste quando em contato com outro material (Wataha, 2002). A liga deve apresentar uma dureza Vicker entre 125 e 340 Kg/mm². (CRAIG; POWERS, 2004)

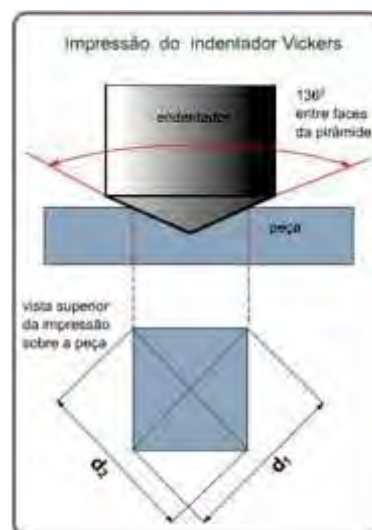


Figura 28 – Penetrador do ensaio Vickers de ensaio de dureza.

O ensaio de microdureza foi realizado no Departamento de Materiais e Tecnologia (DMT), UNESP de Guaratinguetá, em um microdurômetro HMV 2T, Shimadzu (Figura 29) com as amostras embutidas. Para o ensaio foi utilizado o método Vickers, com um penetrador piramidal de base quadrada com ângulo de 136° entre planos (Figura 30), com carga de 50 gramas por 15 segundos. Para as amostras transversais foram feitas 30 medidas, e as amostras longitudinais 20 medidas foram realizadas.



Figura 29 Microdurometro Shimadzu .

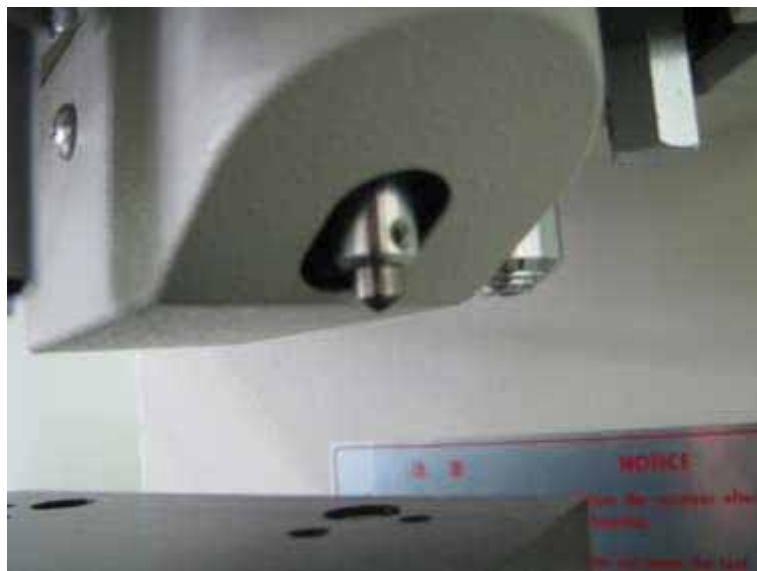


Figura 30 Penetrador de diamante piramidal de base quadrada.

3.2.4. DSC

Análise por calorimetria diferencial (DSC) é utilizada para se determinar em quais temperaturas ocorrem alterações na quantidade de energia absorvida pela amostra. Para essa análise duas amostras são aquecidas simultaneamente: a amostra de referência, geralmente um cadinho vazio, e a amostra que se quer analisar.

O material a ser analisado é colocado em um cadinho de platina que é colocado sobre termopares; eles são inseridos em um forno tubular fechado, e é criada uma atmosfera inerte com gás argônio, evitando assim possíveis contaminações por gases presente na atmosfera.

Um programa controla o aquecimento e registra a temperatura dos cadinhos (referência e amostra). Os cadinhos estarão sob a mesma temperatura, mas os termopares estão sobre amostras diferentes; a diferença entre as temperaturas das amostras é registrada uma corrente elétrica gerada pelos termopares.

As transições de primeira ordem são processos que podem ser endotérmicos ou exotérmicos, alterando a curva, criando picos que são registrados pelo programa. Transições de segunda ordem são caracterizadas por alterações lineares chamados “degraus”, em que não ocorrem alterações na entalpia, mas sim há mudanças na capacidade calorífica.

A análise por DSC (Figura 31) realizado em Campinas, na UNICAMP no Departamento de Engenharia Mecânica. O corpo de prova 2, proveniente da bruta de fusão, foi realizado um tratamento térmico de têmpera em um forno tubular por sessenta minutos a uma temperatura de 1000 °C e resfriado rapidamente em água, com a finalidade de criar uma estrutura meta estável, que revelaria as fases presente durante o aquecimento.

Uma amostra de dois milímetros foi retirada para análise. Essa pequena amostra foi colocada em um pequeno cadinho de platina. São colocados dois cadinhos no aparelho: um contendo a amostra e outro vazio, como referência. Eles são fechados em um forno tubular aonde é formado vácuo para eliminar outros gases e criar uma atmosfera inerte com gás argônio. Inicia-se o aquecimento do forno com as amostras dentro. Um fluxo de gás argônio é criado de modo a proteger a amostra. O aparelho é aquecido a uma taxa de 2 °C/min. As amostras são aquecidas até a temperatura de 1000 °C. Também é registrada o resfriamento que ocorre de 1000 °C até 100 °C.

Durante o aquecimento é registrada a diferença de potencial elétrico medida por termopares que ficam sob os cadinhos, o que corresponde à diferença de temperaturas entre a amostra e a de referência.

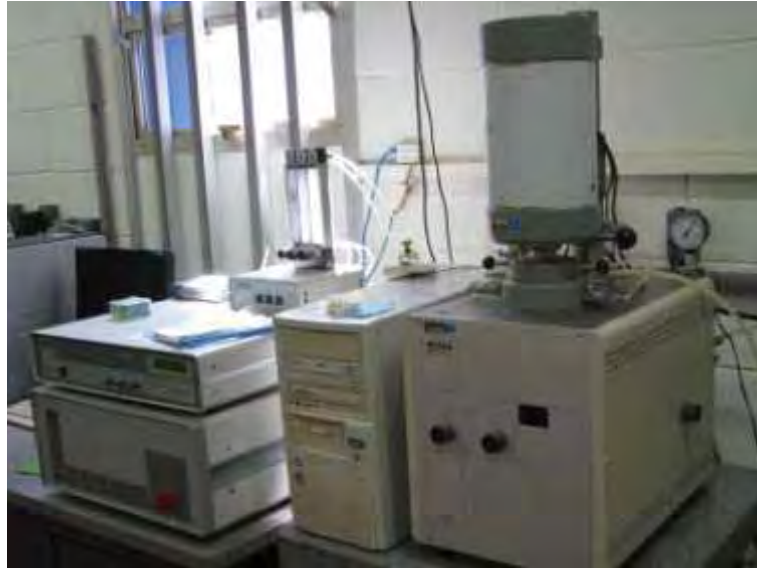


Figura 31 Equipamento para realizar ensaio de DSC.

3.2.5. Difração De Raios-X Em Alta Temperatura

A maioria dos materiais utilizados em engenharia são materiais que tem estrutura atômica regular e repetitiva, denominada célula unitária. Os conjuntos de células unitárias formam a rede cristalina. As principais estruturas cristalinas são: Cúbica de Corpo Centrado (CCC), Cúbica de face centrada (CFC), e Hexagonal Compacta (HC).(Shackelford)

Utilizando a difração de raios x pode-se definir a estrutura cristalina do material. Utilizado em materiais que possuem alotropia, definem-se quais fases estão presentes. Variando a temperatura, possibilita-se a movimentação atômica e a formação de outras estruturas cristalinas, que dão origem a novas fases.

O equipamento é o mesmo utilizado na análise por difração de raios-X com um dispositivo que é equipado com uma placa de tungstênio, que será aquecida. Sobre esta placa é colocada a amostra que deve ser a mais fina possível para que a diferença entre a temperatura da base e a temperatura da superfície analisada seja a menor possível devido à transferência térmica.

O corpo de prova 2 foi seccionado em uma amostra fina , realizou-se o tratamento térmico de têmpera, essa amostra foi submetida a um processo de desgaste, passando pelas lixas de granulométrica de 220 até 1500. Fez-se uma pequena concavidade em nas bordas da amostra, de forma a poder posicionar um termopar sobre ele, para que fosse possível medir a temperatura superficial da amostra. A amostra foi colocada sobre um filamento de tungstênio

que foi aquecida com uma taxa de 50 °C por análise e realização de uma varredura entre os ângulos de 30° e 90°.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. Análise de DSC

Na Figura 32 o resultado da análise DSC é mostrado. Para a amostra avaliada após a solubilização (amostra F) observou-se uma transformação de fase a 700 °C

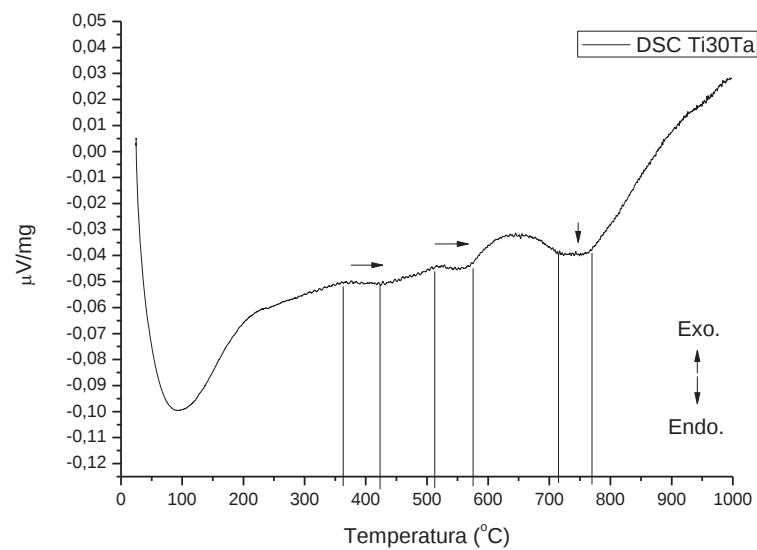
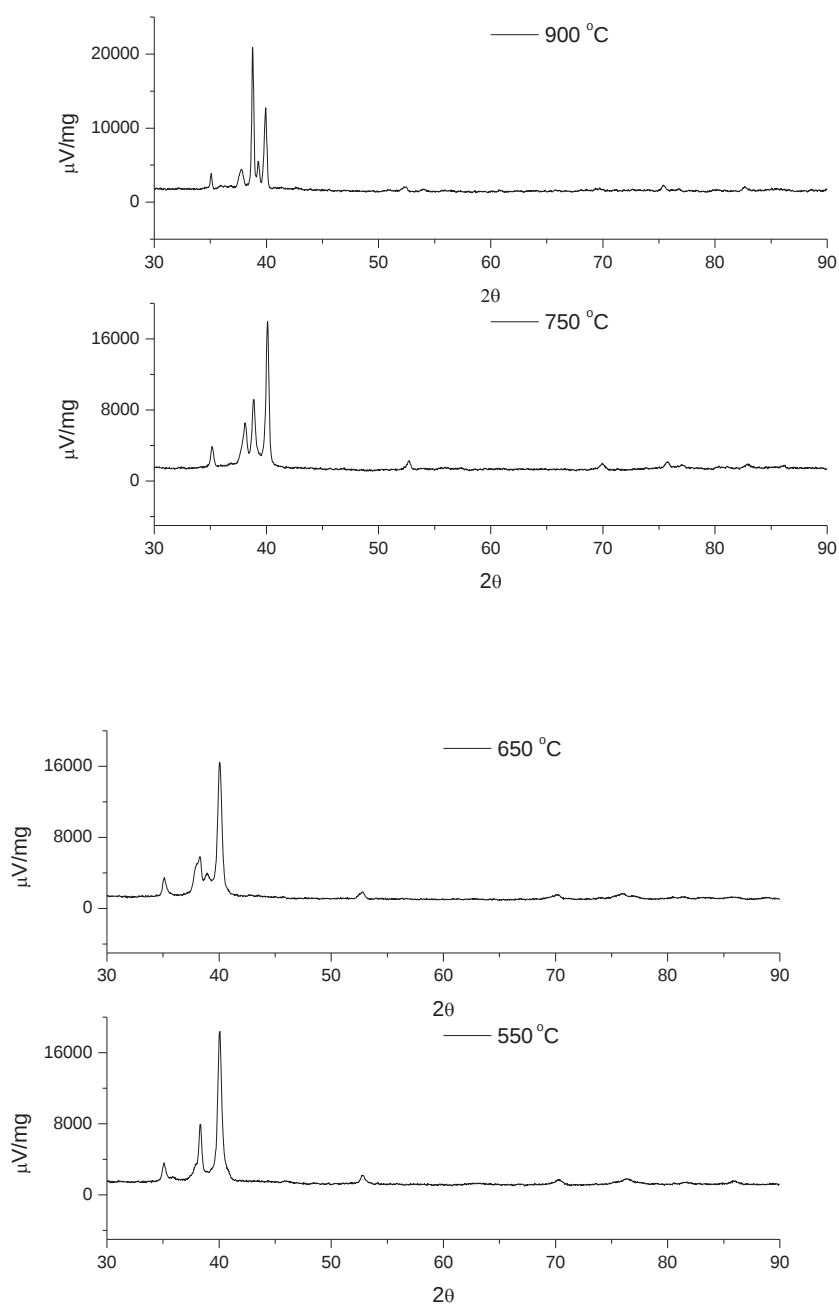


Figura 32 Curva DSC da liga de Ti-30Ta solubilizada.

A partir da análise da difração de raios-x em alta temperatura da mesma amostra, foi possível observar a formação de apenas uma fase



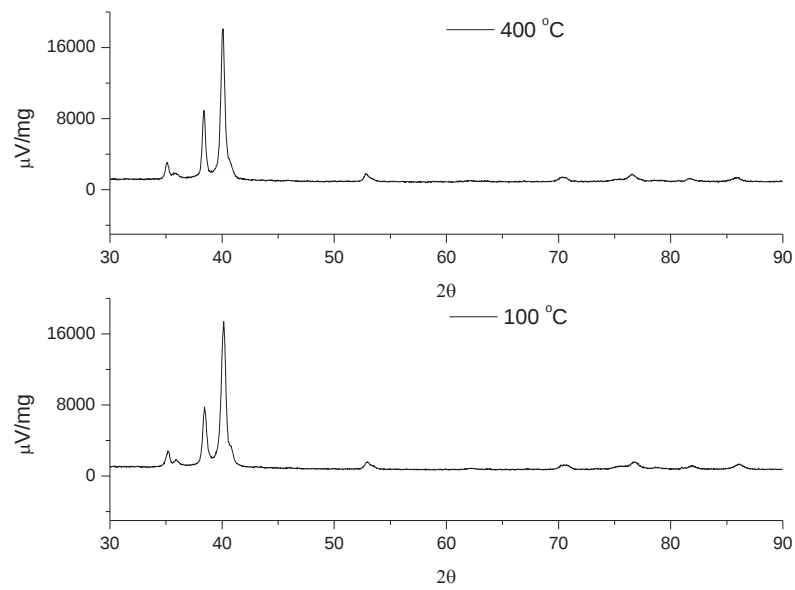


Figura 33 - DRX com variação de temperatura

4.2. Bruta de Fusão – Corpo de Prova 2 (Amostra C)

Nas Figura 34 observa-se os resultados da análise por DRX e Figura 35 é o resultado da análise de microscopia óptica para a amostra C, observa-se formação das fases $\alpha + \beta$.

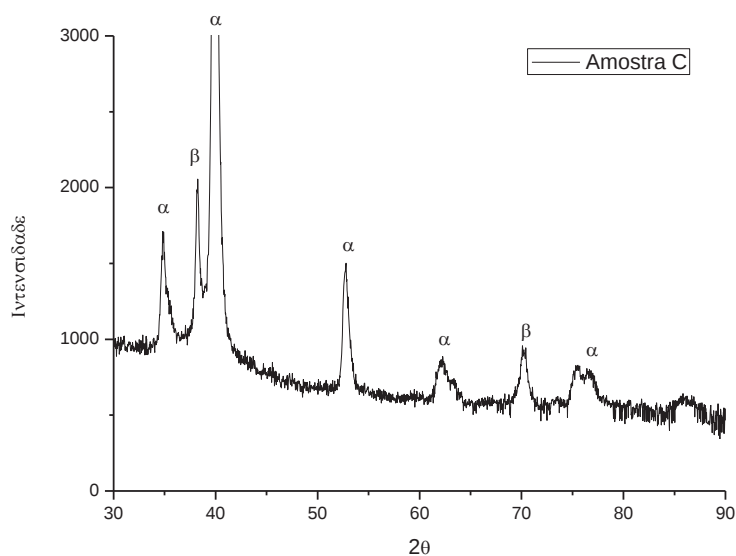


Figura 34- Difração de Raios X da liga de Ti-30Ta (amostra C) com indicações de presença de fase

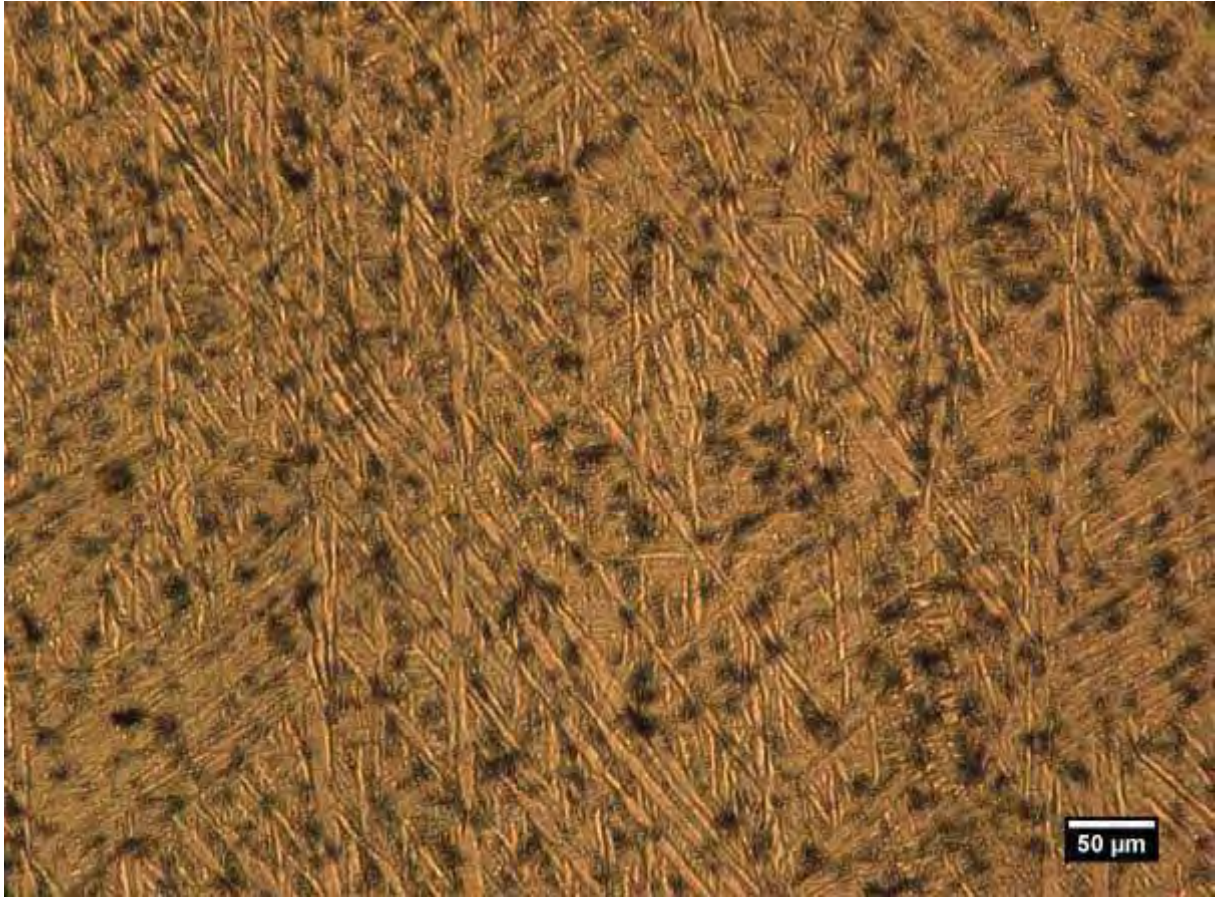


Figura 35 - Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra C) após ataque químico (ampliação de 100x)

4.3. Processamento Normal- Corpo de Prova 1 (Amostras A e B)

A análise das amostras A e B apresentaram os seguintes resultados de difração de raios X (Figura 36 e Figura 39), aonde apresentam formação de fase α , β e α'' , resultado da compressão. Os resultados da análise por microscopia óptica estão

representados nas Figura 38e Figura 41.

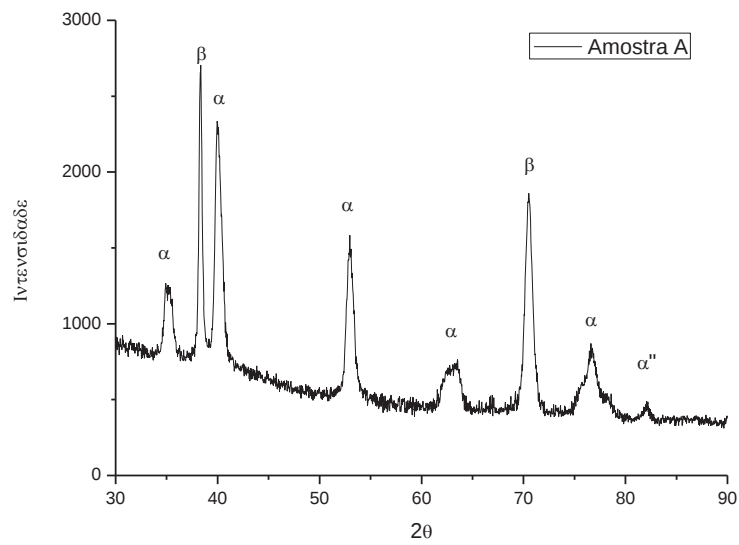


Figura 36 – Difração de Raios X da liga de Ti-30Ta (amostra A) com indicações das fases presente.

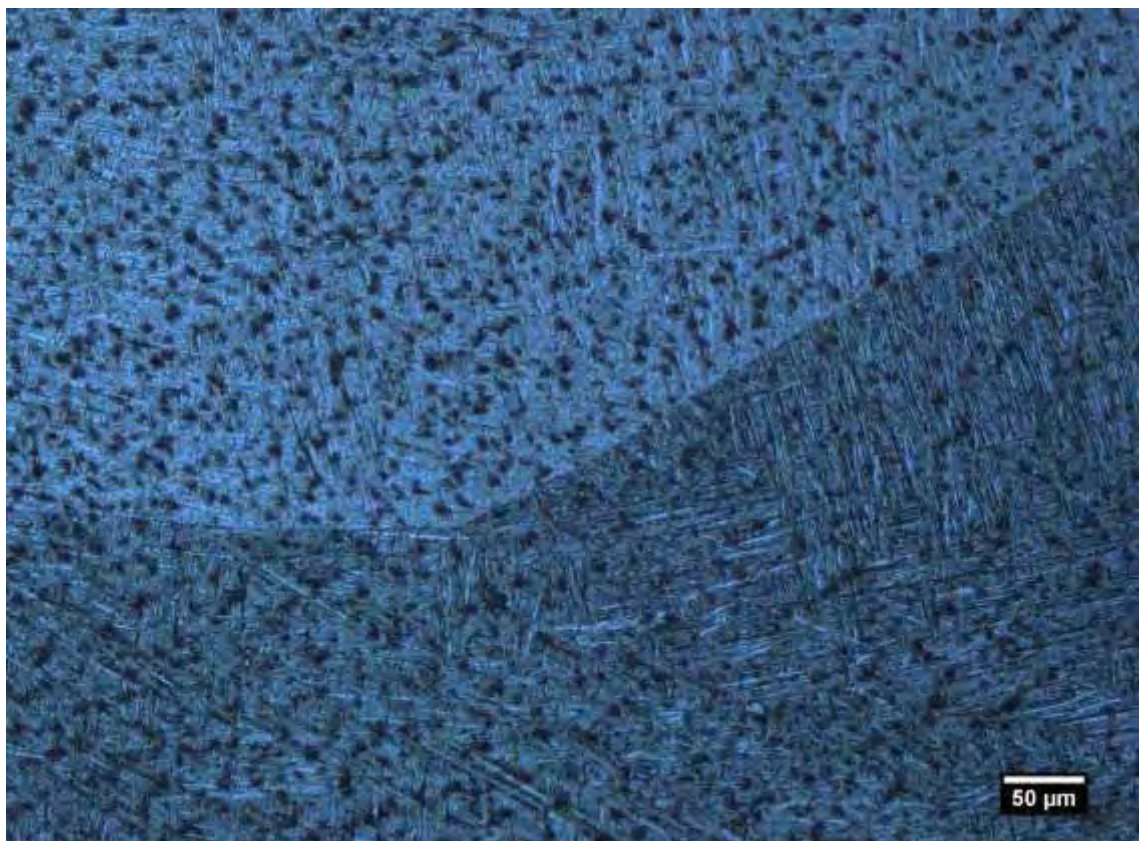


Figura 37 Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra A) após ataque químico (ampliação de 100x)

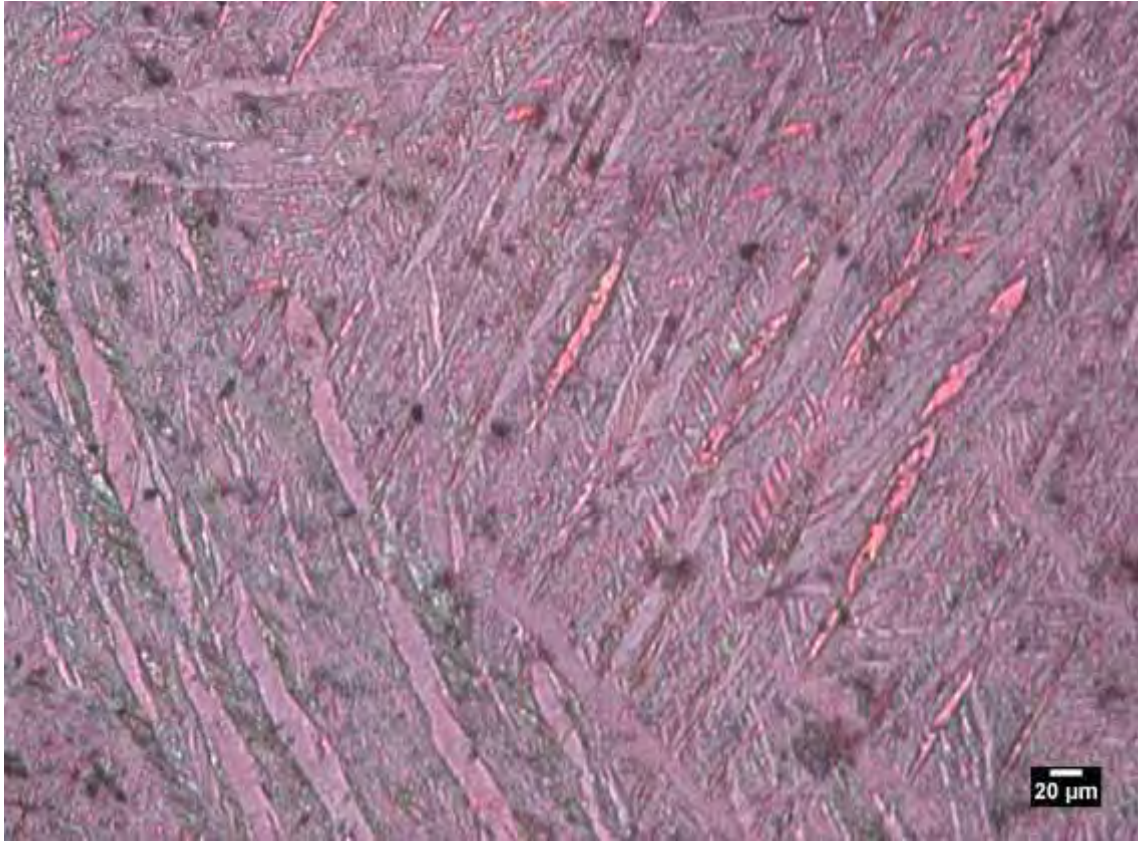


Figura 38 Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra A) após ataque químico (ampliação de 200x)

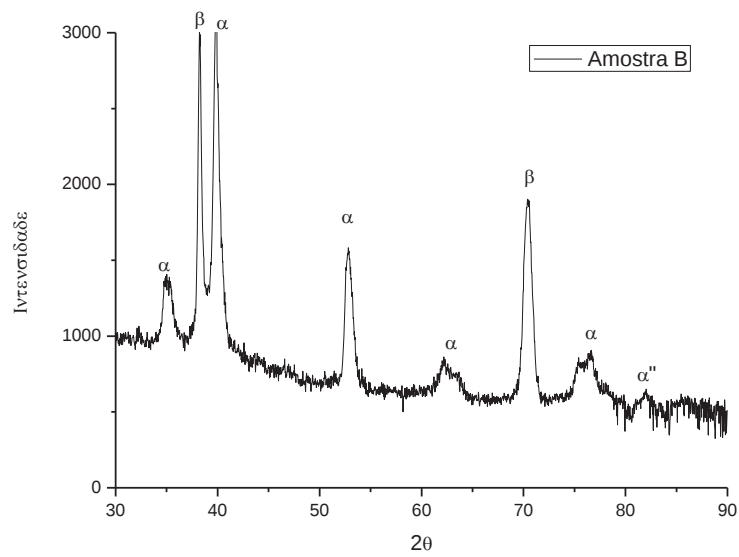


Figura 39- Difração de Raios X da liga de Ti-30Ta (amostra B) com indicações das fases presente.

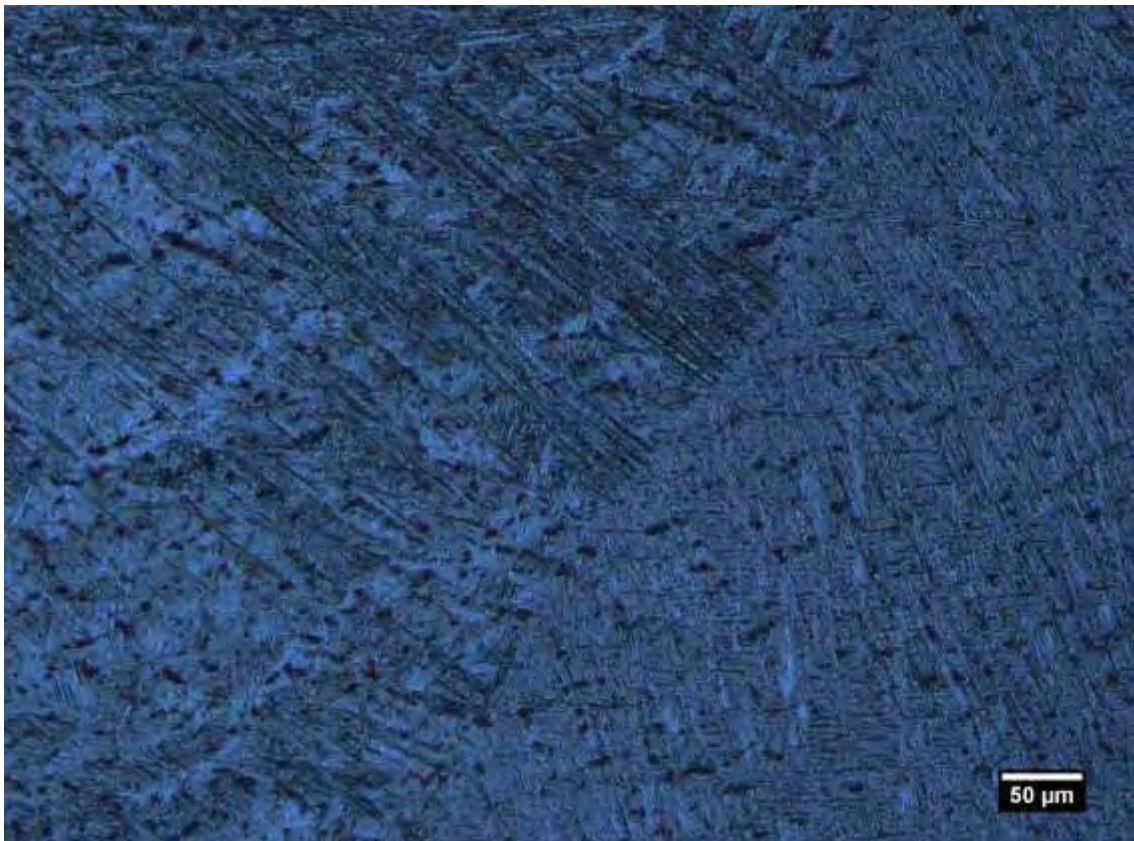


Figura 40 Figura Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra B) após ataque químico (ampliação de 50x)

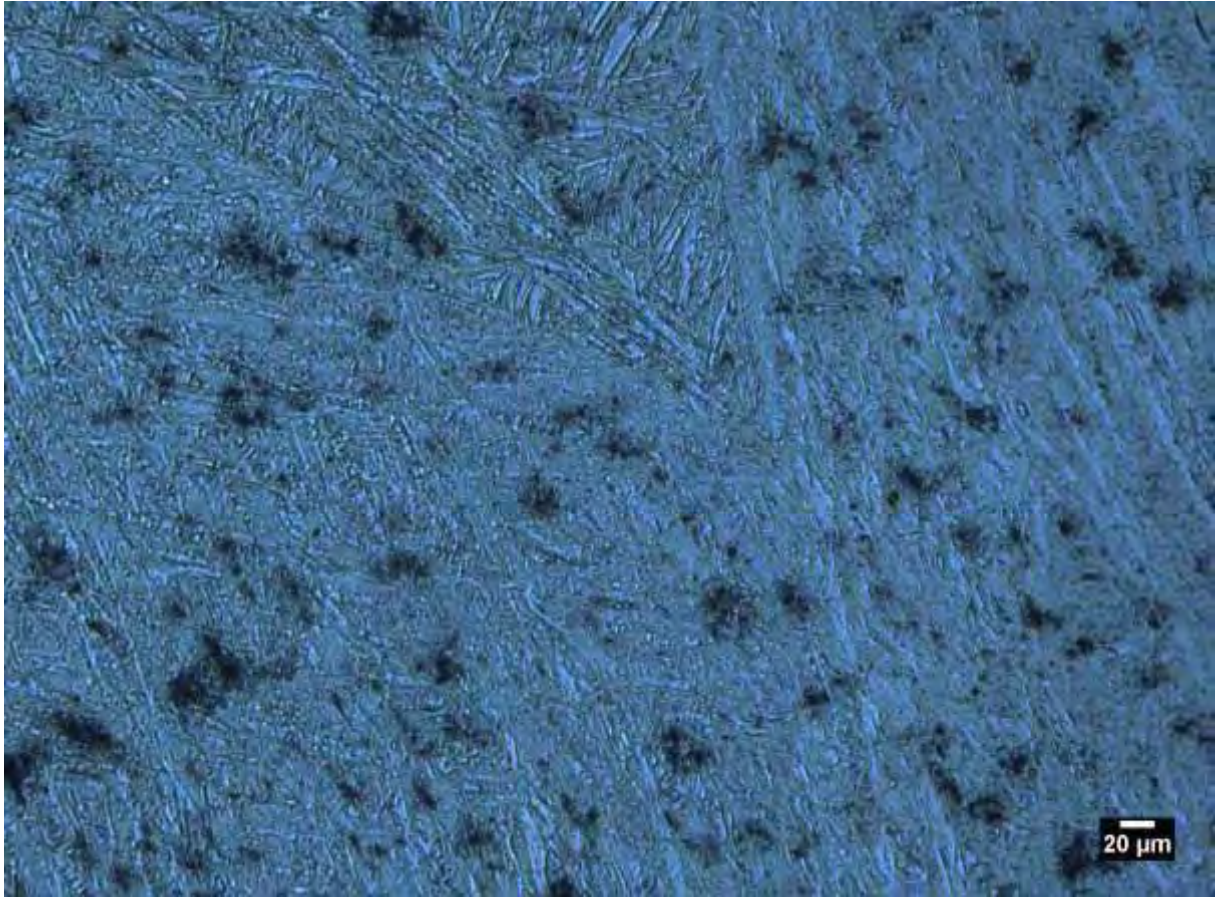


Figura 41 - Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra B) após ataque químico (ampliação de 200x)

4.4. Tratamento térmico de Tempera – Corpo de prova 3 (Amostras D e E)

Nas Figura 42 e Figura 44 observa-se os resultados da análise por DRX para as amostras D e E , mostrando a formação de fases α e β , resultando uma liga $\alpha + \beta$. A análise por microscopia (Figura 43e Figura 45).apresenta fases distintas que

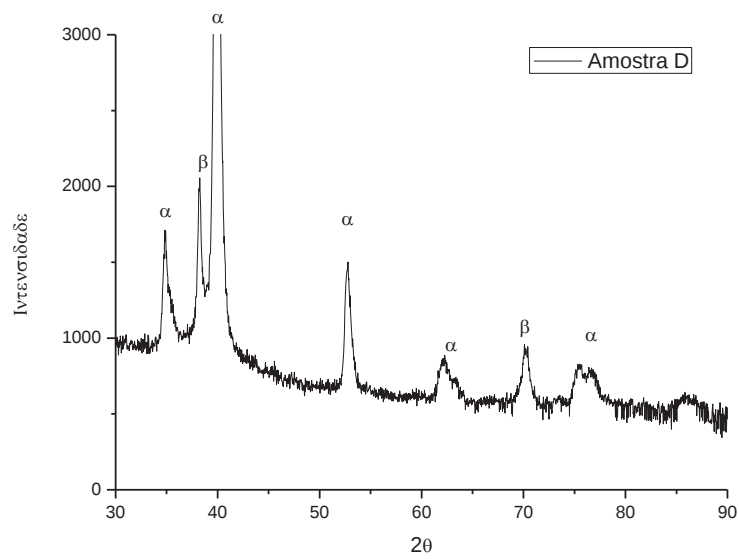


Figura 42 - Difração de Raios X da liga de Ti-30Ta (amostra C) com indicações das fases presente.

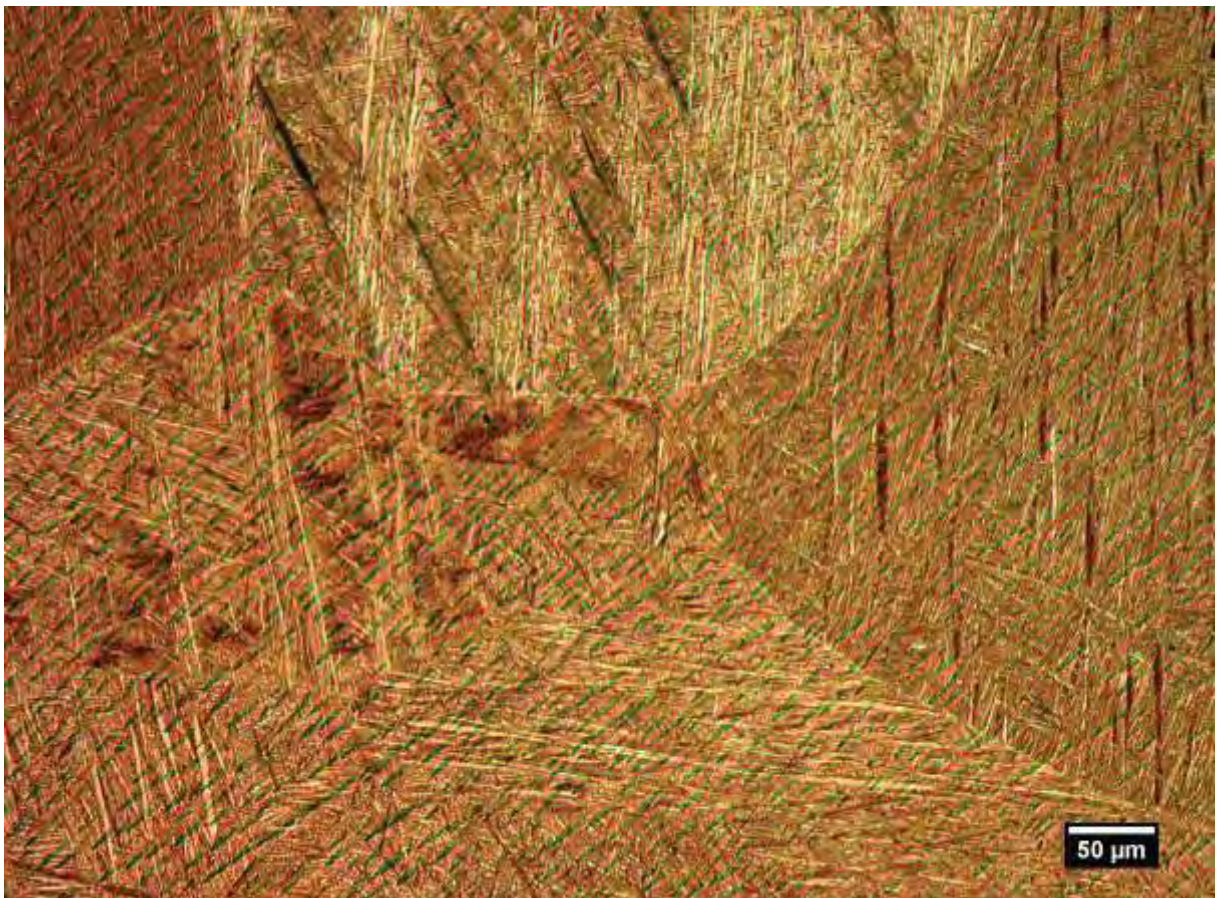


Figura 43- Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra D) após ataque químico (ampliação de 50x)

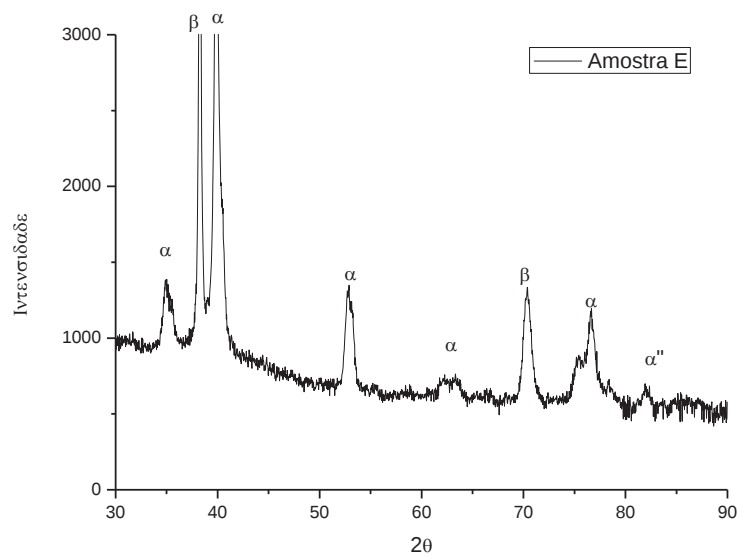


Figura 44 - Difração de Raios X da liga de Ti-30Ta (amostra E) com indicações das fases presente.

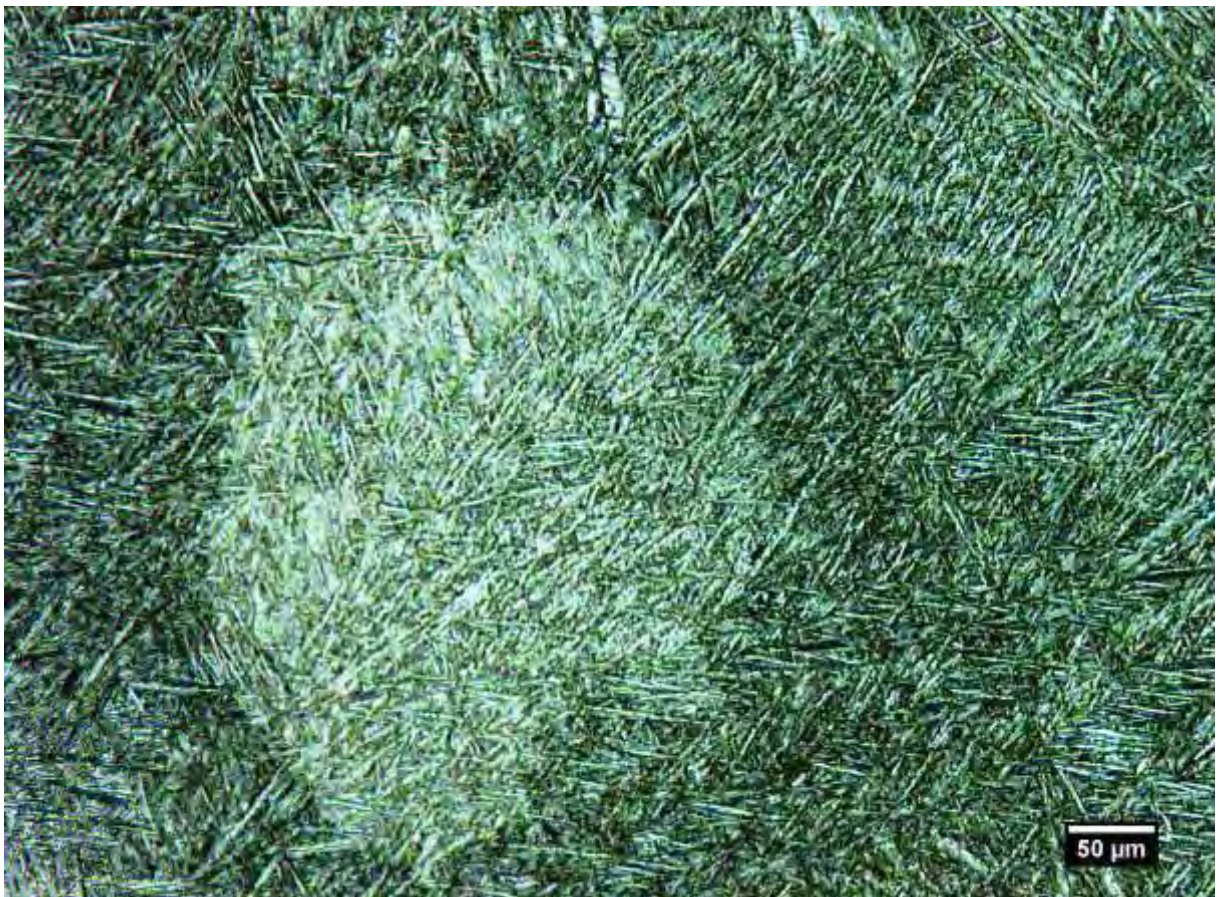


Figura 45- Imagem da microscopia óptica da liga Ti-30Ta (amostra E) após ataque químico (ampliação de 100x)

As amostras apresentaram dureza presente na Tabela 2. Pelos resultados analisados pode-se observar que a dureza diminui quando realizado o tratamento térmico de tempera.

Tabela 2- Dureza das amostras analisadas

CDP	Amostra	Dureza (HV)
1	A	233
	B	268,5
2	C	250
3	D	227
	E	228

5. CONCLUSÃO

A partir da realização desse estudo foi possível concluir que a liga de Ti-30Ta apresentou difícil conformação a frio, e a quantidade de tântalo é insuficiente para estabilizar a fase β , mas foi capaz de formar a fase $\alpha + \beta$.

O forjamento a frio resultou em um aumento da dureza do material na secção transversal (amostra B), porém a secção longitudinal (amostra A) manteve a dureza próxima ao da bruta de fusão (amostra C).

O tratamento térmico de tempera resultou na redução da dureza do material, mas não mostrou diferença entre a dureza das secções transversais e longitudinais.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALMEIDA, J. M. V., SENA, L. A., VIDIGAL Jr., G. M., SOARES, G. A., Avaliação da adesão de hidroxiapatita sobre implantes metálicos utilizando jato com suspensão de bicarbonato de sódio. Revista Brasileira de Engenharia Biomédica, Rio de Janeiro, RJ, 2002.

ASTM, E9-09, 2009

Calliste, W.D. Ciência e engenharia de materiais uma introdução. 7a Ed., Rio de Janeiro, LTC, 2007. 705 p.

EISENBARTH, E. et al. Biocompatibility of β -stabilizing elements of titanium alloys. Biomaterials. V 25, p. 5705-5713, 2004.

Flower, H. M. Microestrutural development in relation to hot working of titanium alloyws. MST 1265

Giudice, M.L.C., 2011, Estudo da recristalizacao da liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada por laminacao a frio. Campinas, p 1,.

Joshi, V.A.; Titanium alloys an atlas of structures and fracture features, CRC, p247, 2006

Kimaid, M. I. E. Crescimento de nanoapatita na Liga Ti-30Ta para aplicações odontológicas. Dissertação de mestrado, Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2010.

KOIKE, M et al. Corrosion behavior of cast Ti-6Al-4V alloyed with Cu. J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater, v.73 B, p.368-374, 2005.

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

Melo, I. G. M. ESTUDO MICROESTRUTURAL DA LIGA Ti-6Al-4V APÓS ENSAIO DE FLUÊNCIA.

METALS HANDBOOK, ASM, 1971.

NAKAJIMA, H., OKABE, T. Titanium in dentistry: development and research in the U.S.A. Dent. Mater. J., Tokyo, v.15, n.2, p.77-90, Dec. 1996.

Norris, G., 1994, Feeling the Heat. Metal Bulletin Monthly, v. 386, pp. 36-39.

Oréfice, R.O. et al. Biomateriais fundamentos e aplicações, ed. Rio de Janeiro , Cultura Medica, 2006, 538 p.

Qazi, J.I.; Rack, H.J. High-strength metastable beta-titanium alloys for biomedical applications. JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society Volume 56, numero 11, 2007.

Shackelford, J.F. Ciência dos materiais. 6a ed. São Paulo, 2008. 556 p.

Silva, G.F.; LOPES, M.G.R. Caracterização das ligas experimentais do sistema binário ti-ta visando aplicações odontológicas. Trabalho de Graduação de Engenharia de Materiais - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2009.

SILVA, H. M., SCHNEIDER, S. G., MOURA NETO, C., Study of nontoxic aluminum and vanadium-free titanium alloys for biomedical applications, Materials Science and Engineering C, v. 24, p. 679-682, 2004.

SOUZA, S.A.S. A. Transformações de Fases e Correlações Microestrutura/ Propriedades de Ligas Biocompatíveis dos Sistemas Ti-Nb e Ti-Nb-Ta, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2008.167 p. Tese (Doutorado).

WATAHA, J. C. Alloys for prosthodontics restorations. Journal of Prosthetic Dentistry. V.87, p.351-363, Apr. 2002.

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.

Vander Voort G. F. - Metallography: Principles and Practice, McGraw-Hill Book Co., New York, 1984.

ZAFFE, D., BERTOLDI, C., CONSOLO, U., Accumulation of aluminum in lamellar bone after implantation of titanium plates, Ti-6Al-4V screws, hydroxyapatite granules, Biomaterials, v. 25, pp. 3837-3844, 2004.

Zhou, Y.L. ; Niinomi, M.; Akahori T. Effects of Ta content on Young's modulus and tensile properties of binary Ti-Ta alloys for biomedical applications. Materials Science and Engineering. A371, p.284-290, 2003.

ZHOU, Y.L., et al. Decomposition of martensite during aging treatments and resulting mechanical properties of Ti-Ta alloys. Materials Science and Engineering. A384, p. 92-101, 2004.

ZHOU, Y.L., et al. Corrosion resistance and biocompatibility of Ti-Ta alloys for biomedical applications. Materials Science and Engineering. A398, p. 28-36, 2005.

<http://> , acessado em 10 de Outubro de 2011

<http://www.auladeanatomia.com/osteologia/generalidades.htm> , acessado em 10 de Outubro de 2011

<http://saude.culturamix.com/medicina/pubis> , acessado em 10 de outubro de 2011