

UNESP

Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá

Guaratinguetá

2016

CELSO BORTOLINI JÚNIOR

INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO A FRIO NA
RECRISTALIZAÇÃO DA LIGA Ti30Ta PARA APLICAÇÕES
MÉDICAS

Orientadora: Prof. Dr. Ana Paula Rosifini Alves Claro

Co-orientador: Prof. Dr. Ângelo Caporalli Filho

GUARATINGUETÁ

2016

B739i	Bortolini Júnior, Celso Influência da deformação a frio na recristalização da liga Ti-30Ta para aplicações médicas / Celso Bortolini Júnior – Guaratinguetá, 2016. 78 f. : il. Bibliografia: f. 73-78 Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2016. Orientadora: Profª Drª Ana Paula Rosifini Alves Claro Coorientador: Prof. Dr. Ângelo Caporalli Filho 1. Ligas de titânio 2. Materiais Deformações 3. Materiais biomédicos 4. Microestrutura I. Título CDU 669.295(043)
-------	--

CELSO BORTOLINI JÚNIOR

**ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA”**

**PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA: MATERIAIS**

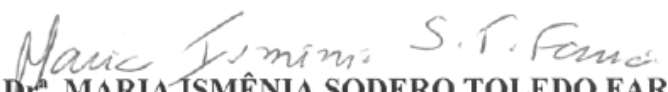
APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO


Prof. Dr. Edson Cocchiari Botelho
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. ANA PAULA ROSIFINI ALVES CLARO
UNESP/FEG


Prof. Dr. MARCOS VALEIRO RIBEIRO
UNESP/FEG


Prof. Dr. MARIA ISMÊNIA SODERO TOLEDO FARIA
EEL/USP

DADOS CURRICULARES

CELSO BORTOLINI JÚNIOR

NASCIMENTO 19.12.1990 – Catanduva / SP

FILIAÇÃO Celso Bortolini
Oneide Teresinha Paludo

2009/2013 Curso de Graduação em Engenharia de Materiais
Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade
Estadual Paulista/UNESP

DEDICATÓRIA

Dedico este Mestrado à minha mãe
Oneide Teresinha Paludo e à minha madrinha
Marisa Aparecida Bortolini pelo incentivo e
apoio em todas as minhas escolhas e decisões.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, fonte de vida e sabedoria, por estar sempre ao meu lado.

À minha mãe Oneide Teresinha Paludo e à minha irmã Bianca Bortolini por acreditar e me incentivar sempre e pelo apoio em todas as horas.

À minha madrinha Marisa Aparecida Bortolini e ao meu primo Brunno Bortolini que mesmo estando longe sempre me apoiaram e incentivaram.

Especialmente à minha orientadora, Professora Doutora Ana Paula Rosifini Alves Claro pelo apoio, dedicação, paciência e principalmente por acreditar no meu potencial e me incentivar a seguir em frente.

Aos meus amigos e familiares que participaram direta ou indiretamente na realização deste trabalho.

Aos professores e técnicos do Departamento de Materiais e Tecnologia da FEG/UNESP pela dedicação e cooperação na realização deste trabalho.

Aos meus amigos do grupo de Biomateriais Reginaldo Toshihiro Konatu, Marisa Aparecida de Sousa, João Pedro Aquiles Carobolante, Adelvam Pereira Junior, André Rangel pelo apoio, dedicação e constante colaboração.

Aos meus amigos e estudantes da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá/UNESP em especial aos alunos Renan Marucci e Roberto Carneiro Filho pelo apoio e ajuda na realização deste trabalho.

E a todos que de alguma forma estiveram relacionados direta ou indiretamente na elaboração deste trabalho.

“Pouco conhecimento faz com que as pessoas se sintam orgulhosas.
Muito conhecimento, que se sintam humildes. É assim que as espigas sem
grãos erguem desdenhosamente a cabeça para o Céu, enquanto que as cheias as
baixam para a terra, sua mãe.”

(Leonardo da Vinci)

BORTOLINI JÚNIOR, C. **Influência da deformação a frio na recristalização da liga Ti30Ta para aplicações médicas**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2016.

RESUMO

Titânio e suas ligas são utilizados em implantes biomédicos devido a suas excelentes propriedades de volume, como resistência mecânica. Porém, tais propriedades estão diretamente ligadas à microestrutura, que por sua vez depende do processamento. O objetivo deste trabalho foi avaliar a microestrutura e a evolução da recristalização da liga Ti30Ta deformada a frio, após tratamento térmico. Os lingotes da liga Ti30Ta foram obtidos em um forno de fusão a arco voltaico. A liga foi tratada em um forno tubular sob vácuo a 950°C por 24 horas para garantir a homogeneidade química e então foi forjada a frio em barras de 10 mm de diâmetro. As amostras foram solubilizadas a 900°C por 2 horas e temperadas em água. Discos de 3 mm de espessura foram usados para análise. Para a avaliação da recristalização, foi realizado um tratamento térmico a 750°C, 800°C e 850°C por 12 horas seguido de têmpera em água. A morfologia, composição e estrutura foram investigadas usando microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão e difração de raios X. As análises de microscopia e difração de raios X indicaram a presença apenas da fase martensítica α'' na amostra solubilizada e a presença das fases α'' e α' nas amostras recristalizadas. Os ensaios mecânicos mostraram que houve uma melhoria nas propriedades mecânicas após a recristalização, sendo a temperatura de 750° que teve maior influência, porém houve também um incremento no módulo de elasticidade, o que é indesejado.

PALAVRAS-CHAVE: Ligas de Titânio, propriedades mecânicas, caracterização microestrutural, recristalização.

BORTOLINI JÚNIOR, C. **Influence of the cold swaging on the recrystallization of the Ti30Ta alloy for medical applications.** Master's degree dissertation in Mechanical Engineering - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Univ. Estadual Paulista – UNESP, Guaratinguetá, 2016.

ABSTRACT

Titanium and its alloys have been used in biomedical devices due their excellent bulk properties, such as mechanical strength. However, these properties are very sensitive of microstructures which depend of the processing. The purpose of this study was to evaluate the microstructure and evolution of recrystallization of the cold-swaged Ti30Ta alloy after heat treatment. Ingots of Ti30Ta alloy were obtained in arc melting furnace. Alloys were treated at 950° C for 24 hours for chemical homogenization in vacuum tubular furnace and cold worked by swaging into rods with 10 mm in diameter. Samples were then solution treated at 900° C for 2 hours and water quenched. Discs with 10 mm in diameter and 3 mm in thickness were used for analysis. For recrystallization evaluation, heat treatment was carried out at 750° C, 800° C and 850° C for 12 hours followed by water quenching. The morphology, composition and structure were investigated using optical microscopy, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy and XRD (X-rays Diffraction Analysis). The microscopy and XRD analysis indicate the presence of the martensitic phase α'' for the solution treated sample and the presence of both α'' and α' phases for the recrystallized samples. Mechanical tests shows an increase in the mechanical strength to all the samples after recrystallization, with the temperature of 750° being the most impacting, however, it led an unwanted increase to the elastic modulus.

KEYWORDS: Titanium alloys, microstructural characterization, mechanical properties, recrystallization.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	15
1.1	OBJETIVOS.....	20
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	21
2.1	TITÂNIO E SUAS LIGAS.....	21
2.2	O SISTEMA BINÁRIO Ti-Ta.....	28
2.3	DEFORMAÇÃO PLÁSTICA.....	32
2.4	RECUPERAÇÃO E RECRISTALIZAÇÃO.....	33
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	38
3.1	OBTENÇÃO DA LIGA.....	39
3.2	CARACTERIZAÇÃO DA LIGA.....	43
3.2.1	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	44
3.2.1.1	MICROSCOPIA ÓPTICA.....	44
3.2.1.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	45
3.2.1.3	DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	46
3.2.1.4	DSC.....	47
3.2.1.5	DIFRAÇÃO DE RAIOS X COM AQUECIMENTO.....	48
3.2.1.6	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO.....	49
3.2.2	CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA.....	50
3.2.2.1	ENSAIO DE TRAÇÃO.....	50
3.2.2.2	ENSAIO DE MICRODUREZA.....	51
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	53
4.1	CARACTERIZAÇÃO DA LIGA NO ESTADO BRUTA DE FUSÃO.....	53
4.2	CARACTERIZAÇÃO DA ROTA DE PROCESSAMENTO DA LIGA Ti30Ta.....	57
4.3	CARACTERIZAÇÃO DA LIGA APÓS RECRISTALIZAÇÃO.....	63
4.4	CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA.....	71
5	CONCLUSÕES.....	73
	REFERÊNCIAS	74

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Expectativa de vida em alguns países da Europa e Ásia.....	15
Figura 2 Primeira prótese de quadril total de aço inoxidável preconizada por Philip Whiles.....	16
Figura 3 Componentes das próteses de quadril comerciais nos dias atuais.....	17
Figura 4 Células unitárias das fases α (a) e β (b).....	21
Figura 5 Tipos de elementos de liga e seus efeitos na temperatura β transus.....	22
Figura 6 Microestrutura da fase α	24
Figura 7 Microestrutura da fase β	25
Figura 8 Microestrutura da fase $\alpha+\beta$	26
Figura 9 Diagrama de fases Ti-Ta.....	29
Figura 10 Módulo de elasticidade em função do teor de Ta presente na liga.....	30
Figura 11 Variação das propriedades mecânicas em função do teor de Ta presente na liga.....	31
Figura 12 Variação do módulo de elasticidade das ligas de Ti-Ta com as temperaturas de envelhecimento.....	32
Figura 13 Representação esquemática dos principais processos que ocorrem na recuperação e recristalização de um material: (a) estado deformado; (b) recuperado; (c) parcialmente recristalizado; (d) totalmente recristalizado; (e) crescimento de grãos e (f) crescimento anormal de grão.....	36
Figura 14 Fluxograma da metodologia empregada nessa pesquisa.....	38
Figura 15 Metais empregados na obtenção da liga (a) Titânio, (b) Tântalo.....	39
Figura 16 Forno a arco voltaico, (a) o equipamento completo, (b) detalhe dos materiais depositados no cadinho refrigerado, (c) botão obtido após a fusão.....	40
Figura 17 Forno tubular com atmosfera de Argônio.....	41
Figura 18 Gráfico da temperatura em função do tempo do tratamento de homogeneização.....	41
Figura 19 Esquematização da temperatura em função do tempo no tratamento térmico de solubilização.....	42
Figura 20 Barra do material e o cadinho de alumina.....	43
Figura 21 Condições utilizadas na pesquisa.....	44
Figura 22 Microscópio óptico Axio Imager.Z2m (Zeiss).....	45
Figura 23 Microscópio eletrônico de varredura Evo LS-15 (a), Microscópio eletrônico de varredura TM3000 (b).....	46
Figura 24 Difrátômetro de raios X.....	47
Figura 25 Equipamento de DSC.....	48
Figura 26 Equipamento de difração de raios X com aquecimento.....	49
Figura 27 Microscópio eletrônico de transmissão Tecnai.....	50
Figura 28 (a) Equipamento de ensaio de Tração, (b) detalhe do corpo de prova com o extensômetro.....	51
Figura 29 Microdurômetro.....	52
Figura 30 Esquematização das medidas do ensaio de microdureza.....	52
Figura 31 Diagrama de equilíbrio do sistema binário Ti-Ta.....	53

Figura 32 Representação esquemática do cadinho e imagens de microscopia eletrônica de varredura.....	54
Figura 33 Espectro obtido após análise térmica DSC.....	55
Figura 34 Análise de difração de raios X com variação de temperatura.....	56
Figura 35 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição homogeneizada, com ampliação de 1000x.....	57
Figura 36 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição homogeneizada, com ampliação de 5000x.....	58
Figura 37 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição forjada, com ampliação de 1000x.....	59
Figura 38 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição forjada, com ampliação de 5000x.....	59
Figura 39 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição solubilizada, com ampliação de 500x.....	60
Figura 40 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição solubilizada, com ampliação de 1000x.....	61
Figura 41 Espectros de difração de raios X da amostra forjada e solubilizada.....	62
Figura 42 Imagens de microscopia óptica nas condições (a) solubilizada, (b) recristalizada a 750°C, (c) recristalizada a 800°C, (d) recristalizada a 850°C.....	63
Figura 43 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição recristalizada a 750°C, com ampliação de 500x.....	64
Figura 44 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição recristalizada a 750°C, com ampliação de 1500x.....	64
Figura 45 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição recristalizada a 800°C, com ampliação de 500x.....	65
Figura 46 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição recristalizada a 800°C, com ampliação de 1000x.....	65
Figura 47 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição recristalizada a 850°C, com ampliação de 500x.....	66
Figura 48 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição recristalizada a 850°C, com ampliação de 1000x.....	66
Figura 49 Espectro de difração de raios X das amostras de Ti30Ta em suas respectivas condições.....	67
Figura 50 Imagem de Microscopia eletrônica de Transmissão e difração de área selecionada da amostra solubilizada.....	69
Figura 51 Imagem de Microscopia eletrônica de Transmissão e difração de área selecionada da amostra recristalizada a 750°C.....	69
Figura 52 Imagem de Microscopia eletrônica de Transmissão e difração de área selecionada da amostra recristalizada a 800°C.....	70
Figura 53 Imagem de Microscopia eletrônica de Transmissão e difração de área selecionada da amostra recristalizada a 850°C.....	70
Figura 54 Curvas tensão-deformação obtidas para a liga Ti30Ta e suas condições.....	71

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 Ligas comerciais utilizadas na fabricação de implantes biomédicos.....	18
Quadro 2 Comparação das propriedades mecânicas das ligas com fases α , β e $\alpha+\beta$	22

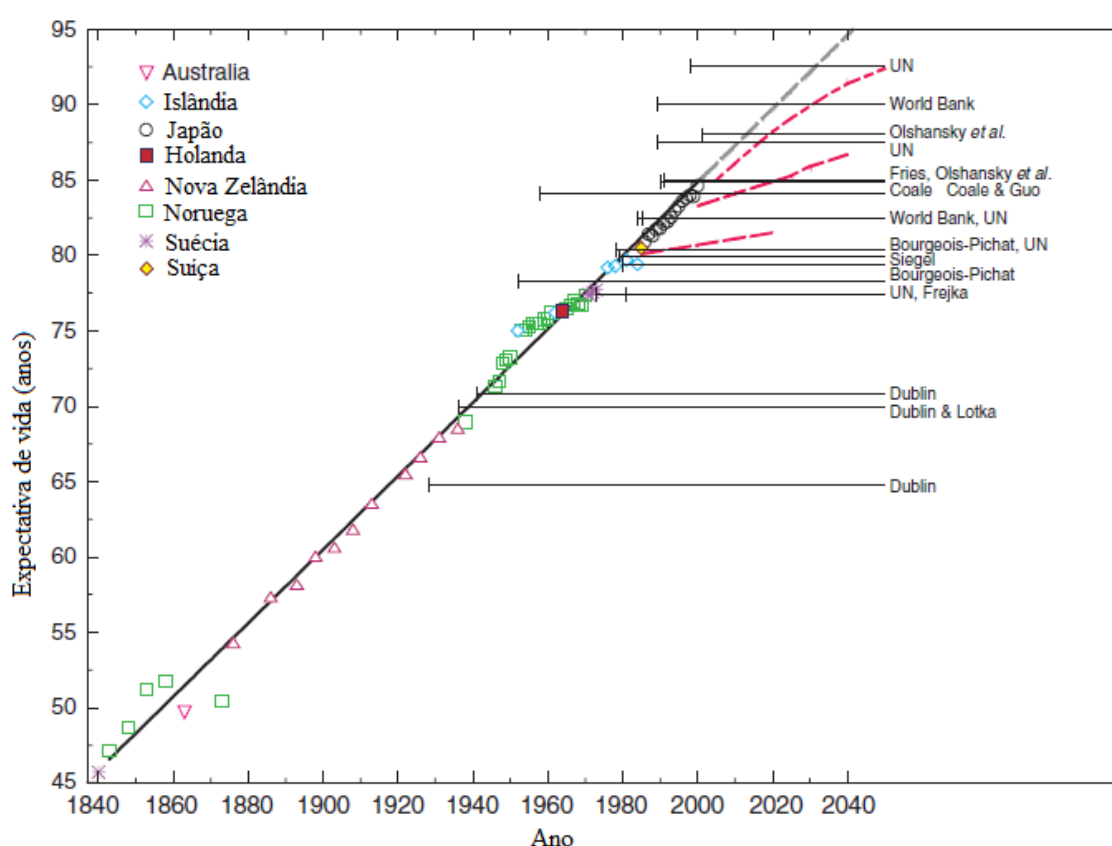
LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Propriedades mecânicas do Ti CP, da liga Ti-6Al-4V e os valores obtidos para a liga Ti-30Ta neste estudo.....	71
Tabela 2 Medidas de microdureza das amostras em suas condições.....	72

1 INTRODUÇÃO

O aumento da expectativa de vida da população que ocorreu progressivamente a partir da década de 1940 levou a uma demanda no estudo de materiais empregados na fabricação de implantes biomédicos. Na Figura 1 é possível observar o aumento da expectativa de vida e a sua projeção para os próximos anos em alguns países da Europa e Ásia (OEPPEN; VAUPEL, 2002).

Figura 1 Expectativa de vida em alguns países da Europa e Ásia.



Fonte: Adaptado de Oeppen e Vaupel, 2002

No início desse século, mais de 500.000 cirurgias de substituição coxofemoral foram realizadas (ZHOU *et al.*, 2004). Segundo Learmonth (2005), a primeira prótese para substituição coxofemoral foi desenvolvida por Philip Whiles na Inglaterra em 1938, consistindo em um hemisfério de aço inoxidável parafusado ao acetábulo, acoplado em um encaixe de metal que por sua vez era preso ao fêmur. Devido ao seu formato rudimentar foram verificadas complicações fisiológicas e também mecânicas devido ao seu sistema de fixação ser externo (Fig. 2). Desde então, as próteses foram

aperfeiçoadas e atualmente são mais sofisticadas, tendo sua fixação diretamente na parte interna do fêmur.

Figura 2 Primeira prótese de quadril total de aço inoxidável preconizada por Philip Whiles



Fonte: Adaptado de Learmonth, 2005

Atualmente, as próteses comerciais são produzidas a partir de diversos tipos de materiais como metálicos, cerâmicos e também poliméricos. Um exemplo desse tipo de prótese pode ser visualizado na Figura 3. Os materiais metálicos utilizados na fabricação da haste incluem o aço inoxidável 316L, ligas a base de cobalto-cromo (Co-Cr) e ligas a base de titânio. No entanto, os elementos como níquel, cromo e cobalto podem ser liberados devido à corrosão sofrida quando inseridos no corpo humano, acarretando a efeitos tóxicos ao paciente (GEETHA et al., 2009).

Figura 3 Componentes das próteses de quadril comerciais nos dias atuais.



Fonte: Adaptado de Geetha, 2009

Em adição à toxicidade dos materiais, tanto as ligas de Co-Cr quanto o aço inoxidável possuem módulo de elasticidade muito maior do que o do osso humano (Quadro 1). Segundo Niinomi e Nakai (2011) a transferência de carga entre o implante e o osso não é homogênea quando há diferença entre o módulo de elasticidade dos materiais, acarretando o efeito de *stress shielding*, que consiste na carga insuficiente do osso, podendo levar à reabsorção óssea, falha do implante e até uma nova fratura. Desse modo, titânio e suas ligas são candidatos ideais para substituírem as atuais ligas de Co-Cr e aço inoxidável, pois apresentam menor módulo de elasticidade, maior biocompatibilidade e maior resistência à corrosão (GEETHA et al., 2009).

No Quadro 1 são apresentadas as ligas comerciais mais utilizadas na fabricação de implantes biomédicos (ZHOU, 2004).

Quadro 1 Ligas comerciais utilizadas na fabricação de implantes biomédicos.

Liga	Módulo de Elasticidade (GPa)	Resistência à tração (MPa)	Deformação (%)	Razão entre Resistência e Módulo
Ti Comercialmente Puro	103-104	240-550	15-24	2.31-5.34
Co-Cr-Mo	220	655-690	8	2.98-3.14
Ti-6Al-4V	110-114	895-930	6-10	7.85-8.45
Ti-6Al-7Nb	114	900-1050	8.1-15	7.89-9.21
Aço Inoxidável 316L	200	695	22	2.55
Osso Humano	10-28	120-150	7-10	5.36-12

Fonte: Adaptado de Zhou, 2004

O uso de ligas de titânio é recomendável devido a baixa resistência mecânica do titânio CP (550 MPa). A liga Ti-6Al-4V, amplamente empregada na década de 1960 na indústria aeronáutica e que devido as suas propriedades mecânicas passou a ser empregada em aplicações biomédicas. No entanto, vários estudos indicaram que a toxicidade dessa liga aumenta a longo prazo com a liberação de íons no organismo, podendo acarretar em complicações locais, como dores e irritações devido aos íons de vanádio e resultados mais graves como o mal de Alzheimer, relacionado com os íons de alumínio (LONG; RACK, 1998).

Uma alternativa ao uso da liga Ti-6Al-4V foi a liga Ti-6Al-7Nb, substituindo o vanádio por nióbio. Um estudo realizado por Kobayashi *et al.* (1998) avaliou as propriedades mecânicas da liga, comparando com os valores do Ti-6Al-4V concluindo que a liga Ti-6Al-7Nb possuía propriedades mecânicas superiores. Mareci *et al.* (2009) avaliaram a resistência à corrosão e compararam com a liga Ti-6Al-4V e outras ligas. Segundo os autores, a liga Ti-6Al-7Nb possui uma resistência à corrosão superior que a liga Ti-6Al-4V porém ainda não está livre do alumínio.

Um estudo realizado por Zhou *et al.* (2004) avaliou as propriedades de diversas ligas de Ti-Ta com diferentes composições para fins biomédicos e verificaram que a liga Ti30Ta é uma forte opção para aplicações biomédicas pois a liga possui baixos valores de módulo de elasticidade, altos valores de resistência mecânica e uma alta razão entre módulo e resistência mecânica quando comparada às ligas atualmente utilizadas. Mareci *et al.* (2009) compararam a resistência à corrosão da liga Ti30Ta com as ligas Ti-6Al-4V e Ti-6Al-7Nb e concluíram que esta apresentou uma resistência à

corrosão superior que as outras, reforçando seu potencial como substituta das ligas comerciais atuais.

Como se pode observar no Quadro 1 os valores do módulo de elasticidade ainda são muito maiores quando comparados com o valor do osso humano (10-28 GPa) e segundo Zhou *et al.* (2004) um meio de se alterar as propriedades mecânicas de uma liga é através de tratamentos térmicos, logo pode-se alterar o módulo de elasticidade e a resistência à tração. Dessa forma, o emprego de tratamentos térmicos pode ser uma técnica adequada para alterar a resistência mecânica desses materiais sem alterar o valor do módulo de elasticidade.

Em materiais submetidos a elevadas taxas de deformação é comum o emprego de tratamentos térmicos como recozimento e recristalização para o alívio de tensões, o que por sua vez altera o seu comportamento mecânico.

1.1 OBJETIVOS

Esta pesquisa tem como objetivo caracterizar a liga experimental Ti30Ta (% massa) após deformação a frio a partir da realização de tratamentos térmicos de recristalização nas temperaturas de 750°C, 800°C e 850°C.

Para atingir esse objetivo foram traçadas as seguintes metas:

- Caracterização microestrutural das ligas nas condições bruta de fusão, solubilizada, forjada a frio e recristalizadas;
- Caracterização mecânica após a solubilização e recristalização;

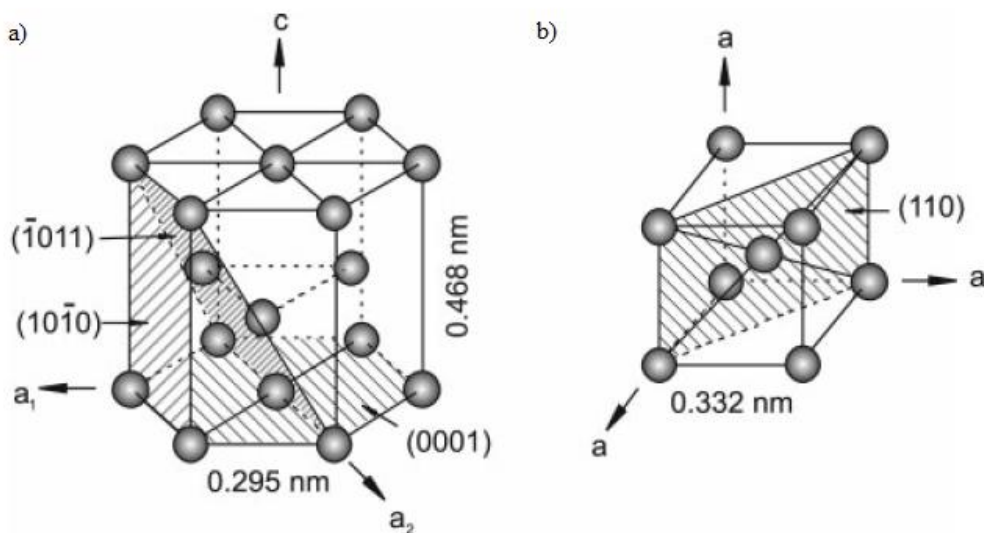
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 TITÂNIO E SUAS LIGAS

O titânio é um material que foi descoberto em 1790, mas não foi isolado até o início de 1900 e só foi extensivamente usado após 1950, iniciando a ser implementado no campo industrial e militar devido à sua baixa densidade e seu comportamento próximo de superligas.

O titânio comercialmente puro possui um ponto de fusão de 1660°C e apresenta duas formas alotrópicas, α com microestrutura hexagonal (figura 4 (a)) e β com microestrutura cúbica de corpo centrado (figura 4 (b)). Para este material, a temperatura β *transus*, ou seja, a temperatura em que o material passa de estrutura α para β é de 883°C , ocorrendo assim, abaixo desta temperatura a chamada fase α e acima de 883°C a chamada fase β .

Figura 4 Células unitárias das fases α (a) e β (b)



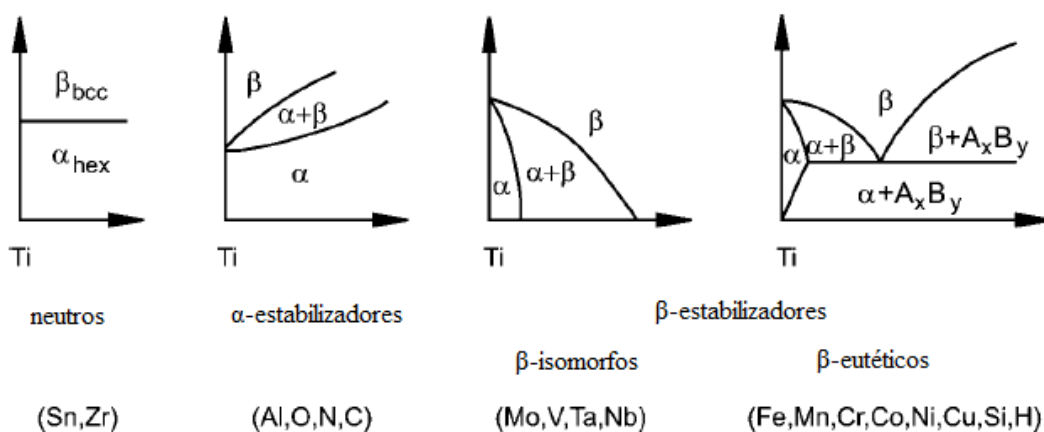
Fonte: adaptado de Leyens e Peters (2003)

Um meio de garantir a estabilidade da estrutura durante o trabalho é a adição de elementos de liga que alteram a temperatura β *transus*. Dependendo da influencia na temperatura β *transus*, os elementos de liga podem ser classificados como neutros, α

estabilizadores e β estabilizadores. Elementos α estabilizadores ampliam o campo α , elevando a temperatura β *transus*, enquanto os elementos β estabilizadores ampliam o campo β , reduzindo a temperatura β *transus*. Elementos neutros exercem pouca influência na temperatura β *transus*. (BANERJEE; MUKHOPADHYAY, 2010; DONACHIE 2000)

Os elementos de liga podem ser substitucionais, que substituem os átomos de titânio na rede cristalina, ou intersticiais, que entram nos interstícios dos átomos na rede. Os elementos α estabilizadores mais importantes são Al, que é substitucional, O, N e C, que são intersticiais. Além de estender a fase α para temperaturas mais elevadas, os elementos α estabilizadores criam um campo bifásico $\alpha+\beta$. Os elementos β estabilizadores são subdivididos em β -isomorfos, sendo os mais importantes Mo, V e Ta devido à sua grande solubilidade no titânio, e β -eutéticos, sendo os mais importantes Fe, Mn, Cr, Co, Ni, Cu, Si e H, e sabe-se que até mesmo pequenas frações volumétricas destes elementos pode levar à formação de compostos intermetálicos. Sn e Zr são considerados neutros, pois não exercem influência na temperatura β *transus*. (LEYENS; PETERS, 2003). Na Figura 5 é possível observar o efeito dos elementos de liga na temperatura β *transus*.

Figura 5 Tipos de elementos de liga e seus efeitos na temperatura β *transus*



Fonte: Adaptado de Leyens e Peters (2003)

Além das fases α , β e $\alpha+\beta$, que são fases estáveis, podem ocorrer ainda 3 fases metaestáveis α' , α'' e ω , que são formadas pela decomposição da fase β em condições

fora da condição de equilíbrio, como por exemplo à altas temperaturas, tratamentos térmicos e deformações mecânicas.

No Quadro 2 é apresentada uma comparação das propriedades mecânicas das ligas com fases α , β e $\alpha+\beta$.

Quadro 2 Comparação das propriedades mecânicas das ligas com fases α , β e $\alpha+\beta$

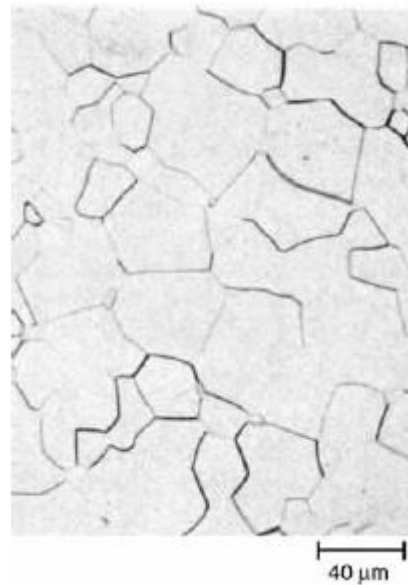
	α	$\alpha+\beta$	β
Densidade	+	+	-
Resistência à deformação	-	+	++
Ductilidade	-/+	+	+/-
Tenacidade à fratura	+	-/+	+/-
Resistência ruptura	+	+/-	-
Resistência a corrosão	++	+	+/-
Resistência a oxidação	++	+/-	-
Solubilidade	+	+/-	-
Conformação a frio	--	-	-/+

Fonte: Adaptado de Leyens e Peters (2003)

As ligas de fase α apresentam predominantemente a fase α em temperaturas abaixo de 540°C, alta resistência à corrosão, maior resistência mecânica que as ligas β e $\alpha+\beta$ e um módulo de elasticidade em torno de 110 GPa (LEYENS; PETERS, 2003), no entanto, sua ductilidade e tenacidade são comprometidas em temperaturas abaixo de 0°C.

Por possuir transformações de fase limitadas sob condições normais de tratamento térmico, ou seja, a estrutura permanece toda ou quase toda α , as ligas α geralmente não podem ter suas propriedades mecânicas melhoradas por tratamentos térmicos. Os grãos da estrutura cristalina podem ser modificados induzindo a recristalização por trabalho a frio e envelhecimentos (DONACHIE, 2000). Na figura 6 é possível observar um exemplo da microestrutura da fase α (VANDERVOORT, 2004).

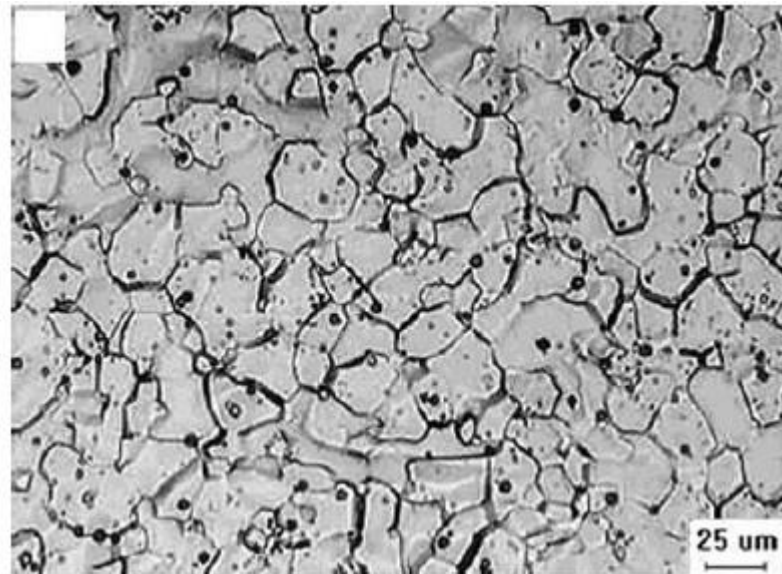
Figura 6 Exemplo de Microestrutura da fase α



Fonte: Adaptado de Vandervoort (2004)

As ligas de fase β apresentam predominantemente a fase β à temperatura ambiente, podendo ser metaestável dependendo da porcentagem de β estabilizadores. Por ser metaestável, a fase β tende a formar uma fase $\alpha+\beta$ quando em equilíbrio. Devido a sua metaestabilidade, trabalhos a frio em ligas β ou um leve aquecimento podem causar uma transformação parcial para fase α , então a metaestabilidade é explorada para produzir estruturas excepcionais a partir de ligas β . A fase α formada pela decomposição da fase β se dá em forma de partículas finas dispersas na matriz β retida. Ligas β apresentam maior densidade, menor resistência à tração e menor ductilidade quando comparadas com ligas de outras fases, porém apresentam boa trabalhabilidade à frio e um módulo de elasticidade significativamente menor que as ligas de outras fases, em torno de 55 a 85 GPa. (NIINOMI *et al.*, 1998; BANERJEE; MUKHOPADHYAY, 2010). Na figura 7 é possível observar um exemplo da microestrutura da fase β (GUO *et al.*, 2008).

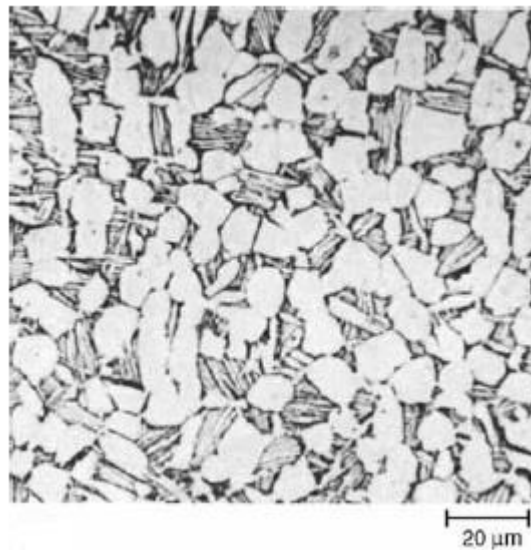
Figura 7 Exemplo de Microestrutura da fase β .



Fonte: Adaptado de Guo et al. (2008)

As ligas do tipo $\alpha+\beta$ apresentam de 4 a 6% de α estabilizadores apresentam de 10 a 20% da fase β a temperatura ambiente. O exemplo mais comum de liga $\alpha+\beta$ é a liga Ti-6Al-4V. Ao mover a composição da liga para longe da linha α solvus estas ligas formam uma fase β significativa quando aquecidas. Quando há β estabilizadores suficientes, é fácil exceder a temperatura β transus e manter a estrutura toda β após o resfriamento, podendo também reter quantidades significativas de fase β não transformada após tratamentos térmicos de solubilização e resfriamento. A quantidade de fase β disponível para transformação depende da quantidade de β estabilizadores presentes na composição da liga e das condições de processamento. Uma ampla variedade de microestruturas podem ser geradas controlando os parâmetros dos processos termomecânicos (DONACHIE, 2000; BANERJEE; MUKHOPADHYAY, 2010). Na figura 8 é possível observar um exemplo da microestrutura da fase $\alpha+\beta$ (VANDERVOORT, 2004).

Figura 8 Exemplo de Microestrutura da fase $\alpha+\beta$.



Fonte: Adaptado de Vandervoort (2004)

Enquanto as forças termodinâmicas que controlam as transformações de fases $\beta \rightarrow \alpha$, $\beta \rightarrow \alpha'$, $\beta \rightarrow \alpha''$ e $\beta \rightarrow \omega$ são influenciadas pela composição da liga, o caminho cinético que define o tipo de morfologia microestrutural formado é influenciado pela variação da taxa de resfriamento, como comumente é o caso de resfriamento rápido, no qual uma quantia significativa de fase β metaestável é retida na microestrutura final em adição a formação de fases metaestáveis α' , α'' e ω . (PRABHA *et al.*, 2011)

O mecanismo de transformação de fase $\beta \rightarrow \alpha$ tem sido amplamente estudado devido às propriedades mecânicas da fase α . Em altas temperaturas, ligas de titânio compostas por β estabilizadores, exibem a fase β estável, porém, quando resfriadas lentamente, precipitam a fase α . Existem cinco locais heterogêneos de nucleação da fase α comumente conhecidos: placas de fase α'' , partículas de fase ω , placas de fase α previamente formadas, discordâncias e contornos de grão (NAG, 2008).

Geralmente, a nucleação ocorre nos contornos de grão, formando nessa região uma camada de fase α . O resfriamento lento permite que a fase α cresça em direção ao interior da fase β no formato de placas paralelas, sendo chamadas de colônias α . As colônias continuam a crescer no interior da fase β até encontrarem outras colônias α nucleadas em outros pontos do contorno de grão, com diferentes orientações. As placas

individuais de fase α são separadas entre si dentro da colônia pela matriz de fase β retida, que são comumente, porém erroneamente, chamadas de placas β . A microestrutura resultante desse arranjo é chamada lamelar.

Ao aumentar a taxa de resfriamento, o tamanho e a espessura das placas α são diminuídas, as colônias nucleadas nos contornos de grão da fase β não preenchem todo o interior do grão, acarretando na nucleação de colônias α nos contornos de outras colônias α já formadas, crescendo em sentido perpendicular à essa placa. Esse tipo de nucleação seletiva e crescimento combinados com o pequeno número de placas α dentro das colônias levam a um arranjo estrutural característico chamado de Widmanstätten (LÜTJERING; WILLIAMS, 2003)

As transformações $\beta \rightarrow \alpha'$ e $\beta \rightarrow \alpha''$ são chamadas de transformações martensíticas, pois ocorrem a partir do resfriamento rápido de ligas de Ti quando aquecidas acima da temperatura β *transus*. Tais transformações envolvem o movimento cooperativo de átomos pelo processo de cisalhamento resultando em uma transformação de estrutura CCC para HC. Ao aumentar a quantidade de soluto, a estrutura HC da fase α' se distorce, perdendo sua simetria hexagonal e tomando uma forma ortorrômbica, chamada de fase α'' (LÜTJERING; WILLIAMS, 2003).

No estudo realizado por Nag (2008), foi avaliada a influência do teor de β estabilizadores na estrutura final formada, e foi verificado que baixos teores tendem a formar α' hexagonal e altos teores de β estabilizadores tendem a formar α'' ortorrômbica. A fase α'' também pode ser formada a partir de deformações mecânicas enquanto que a fase α' não pode ser formada por tal modo (NAG, 2008). De acordo com Zhou *et al.* (2009), para o sistema binário Ti-Ta, menores teores de Ta na liga resultam na formação da fase α' o que resulta em uma maior resistência a tração e maior módulo de elasticidade, enquanto que maiores teores de Ta na liga resultam na formação da fase α'' resultando em menor módulo de elasticidade e uma resistência a tração ligeiramente menor que a fase α' .

Por serem fases metaestáveis, quando em equilíbrio as fases α' e α'' tendem a se transformarem em fase α . Durante o envelhecimento, a fase α'' pode se transformar em $(\alpha+\beta)$ e em ligas com altos teores de β estabilizadores, quando envelhecidas em altas temperaturas, ocorre a transformação reversa da fase α'' em fase β metaestável e também ocorre a decomposição na fase $\omega+\beta$ (NAG, 2008).

A fase ω pode ser formada a partir do resfriamento rápido de uma liga com teor de β estabilizadores próximo da saturação, por tratamento térmico de envelhecimento e por deformações mecânicas em temperatura ambiente. A formação da fase ω leva a um aumento da resistência a tração e no módulo de elasticidade, porém fragiliza o material, reduzindo a ductilidade. (LOPES *et al.*, 2011; NAG, 2008)

Devido a diminuição da biocompatibilidade da liga Ti-6Al-4V ao longo do tempo e de suas propriedades mecânicas, a pesquisa por novas ligas de titânio livres de Al e V e com melhor biocompatibilidade e melhores propriedades mecânicas foi incentivada. No estudo realizado por Zhou *et al.* (2004) foram avaliadas as principais ligas do sistema binário Ti-Ta e os autores verificaram que a liga Ti-30%Ta com fase α " martensítica tem potencial para ser um ótimo substituto para aplicações biomédicas devido ao seu baixo módulo e elevada resistência mecânica, assim muitos estudos se direcionaram para avaliar e confirmar a viabilidade do emprego destas ligas a partir da modificação de suas propriedades de volume.

2.2 O SISTEMA Ti-Ta

Titânio puro é um dos poucos materiais que atinge naturalmente os requisitos para implantação no corpo humano e tem sido utilizado com sucesso em implantes desde 1950. Outro bom candidato é o tântalo puro, devido a sua excelente resistência à corrosão e biocompatibilidade (ZHOU *et al.*, 2007). Burke (1940) começou a pesquisar e utilizar o tântalo em procedimentos cirúrgicos, indicando sua viabilidade para implantação e também constatando a formação da camada de óxido Ta_2O_5 , responsável pela sua alta resistência à corrosão.

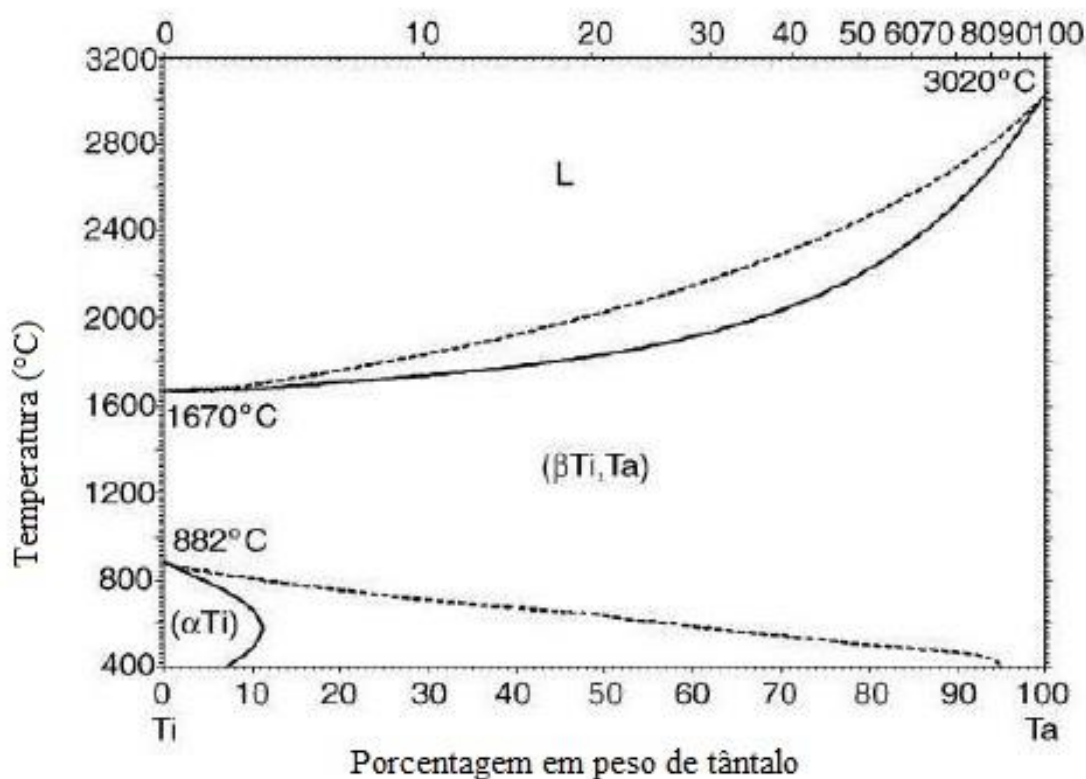
Segundo Zhou *et al.* (2007) a diferença entre o módulo de elasticidade do titânio e tântalo puros e o módulo de elasticidade do osso humano é o principal motivo das restrições das aplicações destes materiais. Porém as práticas metalúrgicas indicaram que as propriedades mecânicas do titânio podem ser melhoradas com a adição do elemento de liga tântalo. Assim, as ligas de Ti-Ta devem ser mais adequadas para aplicações biomédicas do que titânio puro ou tântalo puro, uma vez que as propriedades mecânicas

são reforçadas enquanto a resistência à corrosão e a biocompatibilidade não é alterada pela combinação dos elementos (ZHOU *et al.*, 2007).

Fatores econômicos também afetam a aplicação de titânio puro e tântalo puro, devido ao custo dos materiais, é economicamente mais viável uma combinação de ambos, balanceando o custo final da liga.

Na figura 9 se pode observar o diagrama de fases do sistema binário Ti-Ta e as fases esperadas para este sistema. É importante observar que uma estrutura monofásica α só pode ser obtida com concentrações de tântalo abaixo de 12%p.

Figura 9 Diagrama de fases Ti-Ta



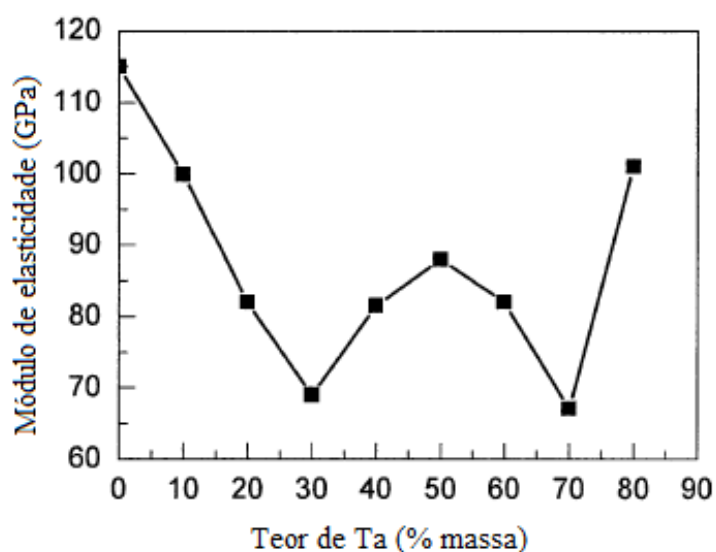
Fonte: Adaptado de Massalki (1990)

Um estudo realizado por Souza e Robin (2003) avaliou a resistência à corrosão em função da quantidade de tântalo na liga em soluções de ácido sulfúrico. No estudo, foram usadas ligas com 20%p, 40%p, 60%p e 80%p de tântalo e os autores observaram que quanto maior o teor de tântalo, maior a resistência à corrosão, sendo superior à resistência à corrosão do titânio comercialmente puro e se aproximando da resistência do tântalo puro, viabilizando a utilização da liga como alternativa econômica para o

tântalo puro. Um estudo realizado por Gill *et al.* (2011) avaliou a resistência à corrosão das ligas Ti30Ta obtidas por metalurgia do pó e por fusão a arco voltaico e segundo os autores, apesar dos dois processos produzirem ligas com moderada resistência à corrosão por pites, as ligas obtidas por metalurgia do pó obtiveram maior resistência à corrosão localizada.

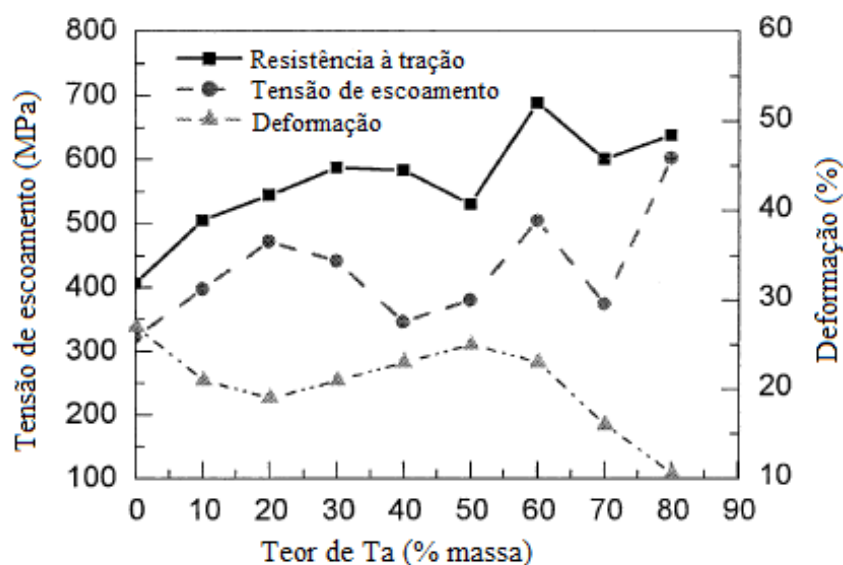
Em um estudo realizado por Zhou *et al.* (2004) foi avaliado o efeito do conteúdo de tântalo no módulo de elasticidade e na resistência à tração das ligas de Ti-Ta. No estudo foram avaliadas as ligas Ti-10%Ta, Ti-20%Ta, Ti-30%Ta, Ti-40%Ta, Ti-50%Ta, Ti-60%Ta, Ti-70%Ta e Ti-80%Ta e segundo os autores, o teor de tântalo afeta significativamente a microestrutura formada e as propriedades mecânicas, sendo que a liga Ti30Ta com microestrutura α'' e a liga Ti-70%Ta com microestrutura β metaestável apresentaram os menores valores de módulo de elasticidade e uma boa combinação de baixo módulo e alta resistência (Figuras 10 e 11) quando comparados com as outras ligas analisadas.

Figura 10 Módulo de elasticidade em função do teor de Ta presente na liga



Fonte: Adaptado de Zhou *et al.* (2004)

Figura 11 Variação das propriedades mecânicas em função do teor de Ta presente na liga



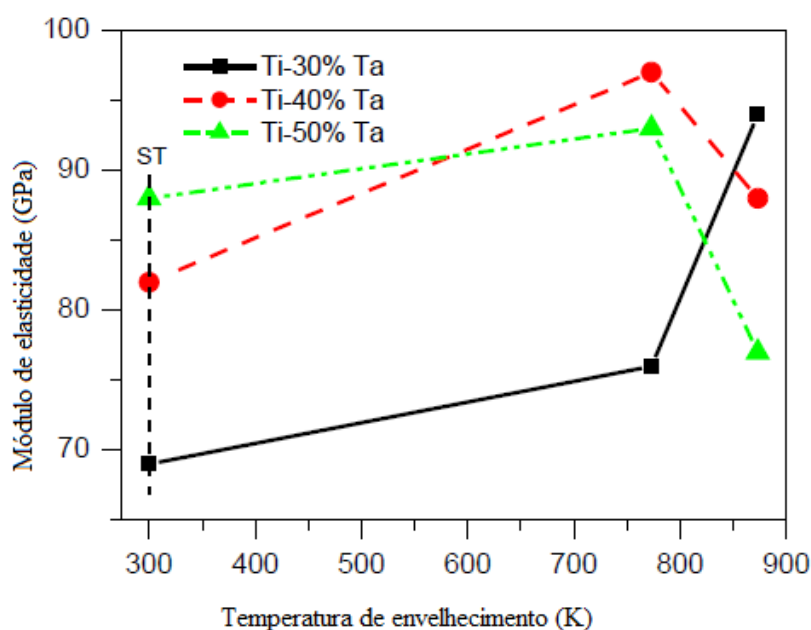
Fonte: adaptado de Zhou *et al.* (2004)

Ainda que presentes os problemas de biocompatibilidade já reportados da liga Ti-6Al-4V, esta liga continuou a ser utilizada como material de implantes por um longo tempo, em um estudo realizado por Zhou *et al.* (2005) foi avaliada a resistência a corrosão das ligas Ti-10%Ta, Ti-30%Ta e Ti-70%Ta e comparadas com as resistências à corrosão da liga Ti-6Al-4V e do titânio comercialmente puro. Segundo os autores, a resistência à corrosão das ligas de Ti-Ta foi superior quando comparado à liga Ti-6Al-4V e ao titânio comercialmente puro pois a presença da camada de óxido de tântalo (Ta_2O_5), por ser mais estável, reforça a camada de óxido de titânio (TiO_2) elevando a resistência à corrosão da liga.

Zhou *et al.* (2004) avaliaram a formação e a decomposição da fase α'' martensítica durante tratamentos térmicos de envelhecimento e as propriedades resultantes nas ligas de Ti-Ta com teores de 30, 40 e 50% em massa de tântalo. Segundo os autores, houve a formação da fase α'' martensítica após um tratamento térmico de solubilização a 1223 K por 60 minutos, seguido de resfriamento rápido em água gelada. Para a liga Ti30Ta o tratamento térmico de envelhecimento a 723 K por 4320 minutos (72 horas) não apresentou mudança de fase na estrutura, o tratamento térmico de envelhecimento a 773 K por 72 horas acarretou na decomposição da fase α'' em fase α e o envelhecimento a 823 e 873 K houve a decomposição da fase α'' em fases ($\alpha+\beta$). Os autores indicam a estabilidade térmica da liga uma vez que a estrutura não é alterada no

primeiro tratamento térmico enquanto que para as ligas Ti-40%Ta e Ti-50%Ta acontece a decomposição da fase α'' em fase $(\alpha+\beta)$ logo no primeiro tratamento térmico de envelhecimento. Os ensaios mecânicos mostraram que a liga Ti30Ta apresentou o menor valor de módulo de elasticidade (figura 12) e uma boa combinação de alta resistência e baixo módulo, tornando a liga uma grande candidata para aplicações biomédicas.

Figura 12 Variação do módulo de elasticidade das ligas de Ti-Ta com as temperaturas de envelhecimento



Fonte: adaptado de Zhou *et al.* (2004)

2.3 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA

A deformação plástica ou deformação permanente de um cristal pode ocorrer de quatro modos diferentes: deslizamento de planos cristalinos causado pela movimentação das discordâncias, maclação mecânica, difusão ou transformações de fase acompanhando grandes mudanças de volume. Durante a deformação plástica, os grãos mudam de forma, a orientação dos grãos muda e estes assumem uma orientação preferencial, aumentando assim, a área de contorno de grão, discordâncias por unidade de volume e defeitos pontiformes (PADILHA; SICILIANO, 2005).

A maior parte da energia envolvida no processo de conformação à frio é dissipada na forma de calor e se a taxa de geração de calor for maior que a taxa de perda de calor a temperatura do material aumenta. Apenas 1% da energia utilizada na deformação é armazenada no material, na forma de defeitos cristalinos, como falhas de empilhamento e discordâncias. Esses defeitos aumentam a energia livre do material durante a deformação e fornecem o potencial termodinâmico para a recuperação e a recristalização do material durante o recozimento (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004, GUO *et al.*, 2008).

No ponto de vista termodinâmico, o material contendo defeitos é instável e a introdução desses defeitos promove drásticas mudanças microestruturais. Como a deformação plástica não ocorre de maneira homogênea no material, há uma grande probabilidade dos defeitos se concentrarem em pontos específicos, por exemplo, nos contornos de grão e nas heterogeneidades de deformação (bandas de deformação e cisalhamento), assim, esses defeitos atuam como locais favoráveis à nucleação de novos grãos, pois possuem alta energia armazenada. As bandas de cisalhamento geralmente não se limitam a apenas um grão, podendo atravessar outros grãos e sua ocorrência está associada a metais deformados a frio com alta redução de área, altas velocidades de deformação e deformações de compressão (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004, PADILHA; SICILIANO, 2005).

2.4 RECUPERAÇÃO E RECRISTALIZAÇÃO

A energia livre de um material cristalino é elevada durante a deformação plástica pela presença de discordâncias e interfaces e um material contendo tais defeitos é termodinamicamente instável. Apesar das leis termodinâmicas sugerirem que os defeitos deveriam desaparecer espontaneamente, na prática, os mecanismos atômicos necessários são, geralmente, lentos em temperatura ambiente, assim, as estruturas com defeitos são mantidas após a deformação plástica (Fig. 13 (a)).

Agora, se o material for submetido a um subsequente aquecimento até altas temperaturas, processos ativados termicamente, como difusão do estado sólido,

fornecerão mecanismos que removem ou rearranjam os defeitos para configurações de menores energias (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

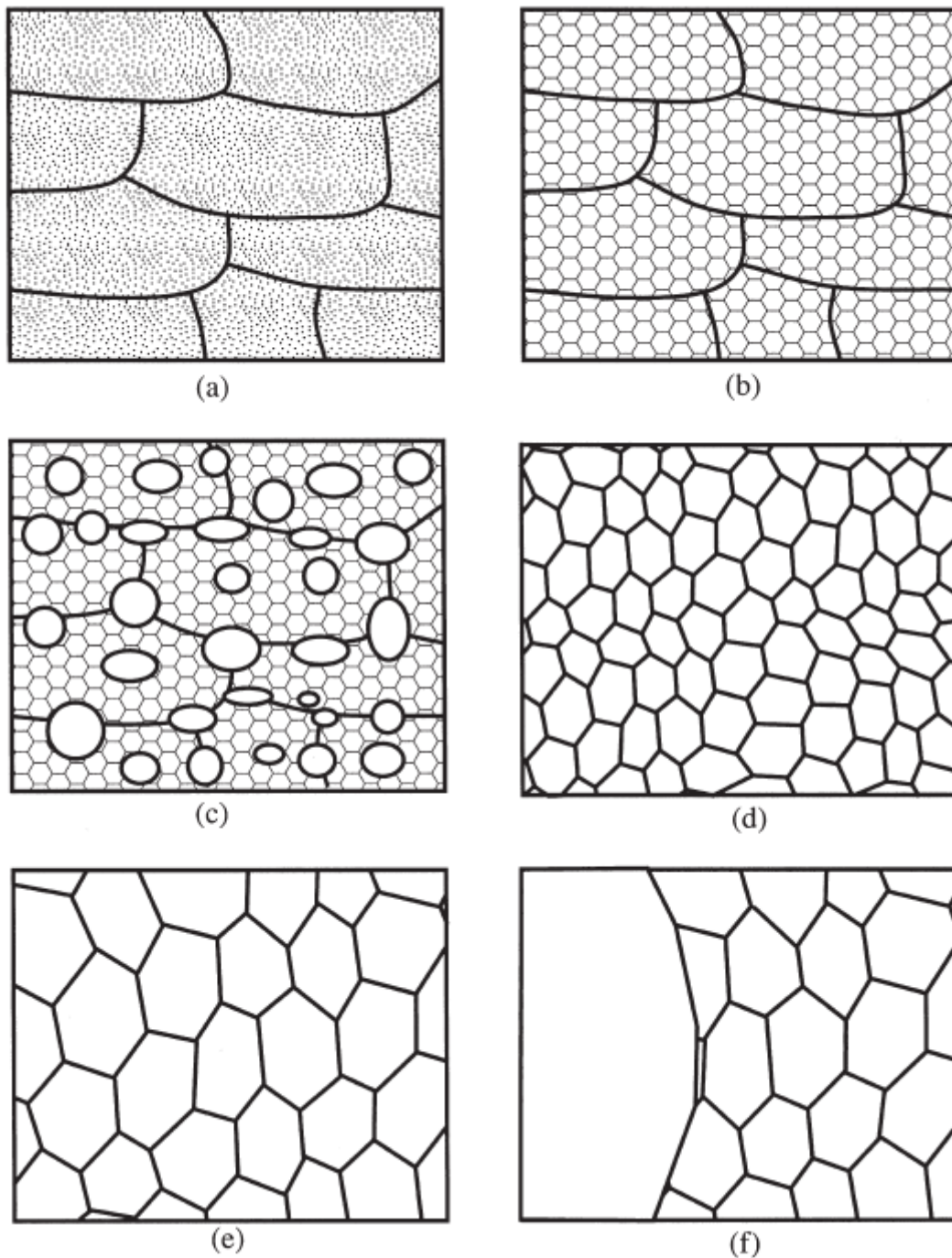
Quando um metal trabalhado a frio é aquecido até altas temperaturas e mantido nesta condição por tempo suficiente, pode se restaurar parcialmente a microestrutura e também as propriedades mecânicas pelo processo de recuperação, no qual ocorre a remoção e o rearranjo das discordâncias. As mudanças microestruturais durante a recuperação geralmente são relativamente homogêneas e não afetam os contornos de grão entre os grãos deformados (Fig. 13 (b)) (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Durante a recuperação, há um reagrupamento das discordâncias e a aniquilação das mesmas com sinais opostos, minimizando os campos de tensão elástica e reduzindo a energia livre do sistema (PADILHA; SICILIANO, 2005).

A recuperação geralmente envolve apenas uma recuperação parcial das propriedades porque as discordâncias da estrutura não são completamente removidas, apenas atingem um estado metaestável (Fig. 13 (b)). Um processo subsequente de restauração chamado de recristalização pode ocorrer, se mantida a alta temperatura por um período de tempo suficiente e maior que o tempo de recuperação. Durante a recristalização, novos grãos livres de discordâncias são formados dentro da estrutura deformada ou recuperada (Fig 13 (c)). Estes grãos irão, então, crescer e consumir os grãos antigos (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Durante a recristalização, ocorre a remoção dos defeitos introduzidos pela deformação, a partir da migração de contornos de alto ângulo para dentro de matrizes de baixo ângulo, deixando a nova estrutura com uma baixa densidade de discordâncias (Fig. 13 (d)) (PADILHA; SICILIANO, 2005).

Apesar da recristalização remover as discordâncias, o material ainda contém contornos de grão, que são instáveis no ponto de vista termodinâmico e a manutenção da temperatura por mais tempo pode resultar no crescimento dos grãos, eliminando os grãos menores e levando os contornos de grão à configurações de menor energia (Fig. 13 (e)). Em certas circunstâncias este crescimento natural de grãos pode ser substituído por um crescimento seletivo de alguns grãos maiores (Fig. 13 (f)), esse processo é chamado de crescimento anormal ou recristalização secundária (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). De acordo com Padilha e Siciliano (2005), a recristalização é um processo que depende tanto do tempo quanto da temperatura.

Na Figura 13 é possível observar uma representação esquemática dos processos que ocorrem durante a recuperação e recristalização dos materiais, onde a figura 13 (a) representa o material no estado deformado, a figura 13 (b) apresenta o material recuperado, a figura 13 (c) apresenta o início da recristalização com a nucleação de novos grãos no material parcialmente recristalizado, a figura 13 (d) apresenta o material completamente recristalizado e quando a temperatura é mantida por um maior período de tempo, ocorre o crescimento dos grãos observado na figura 13 (d) e a figura 13 (e) exemplifica o crescimento anormal de grão.

Figura 13 Representação esquemática dos principais processos que ocorrem na recuperação e recristalização de um material: (a) estado deformado; (b) recuperado; (c) parcialmente recristalizado; (d) totalmente recristalizado; (e) crescimento de grãos e (f) crescimento anormal de grão.



Fonte: adaptado de Humphreys e Hatherly (2004)

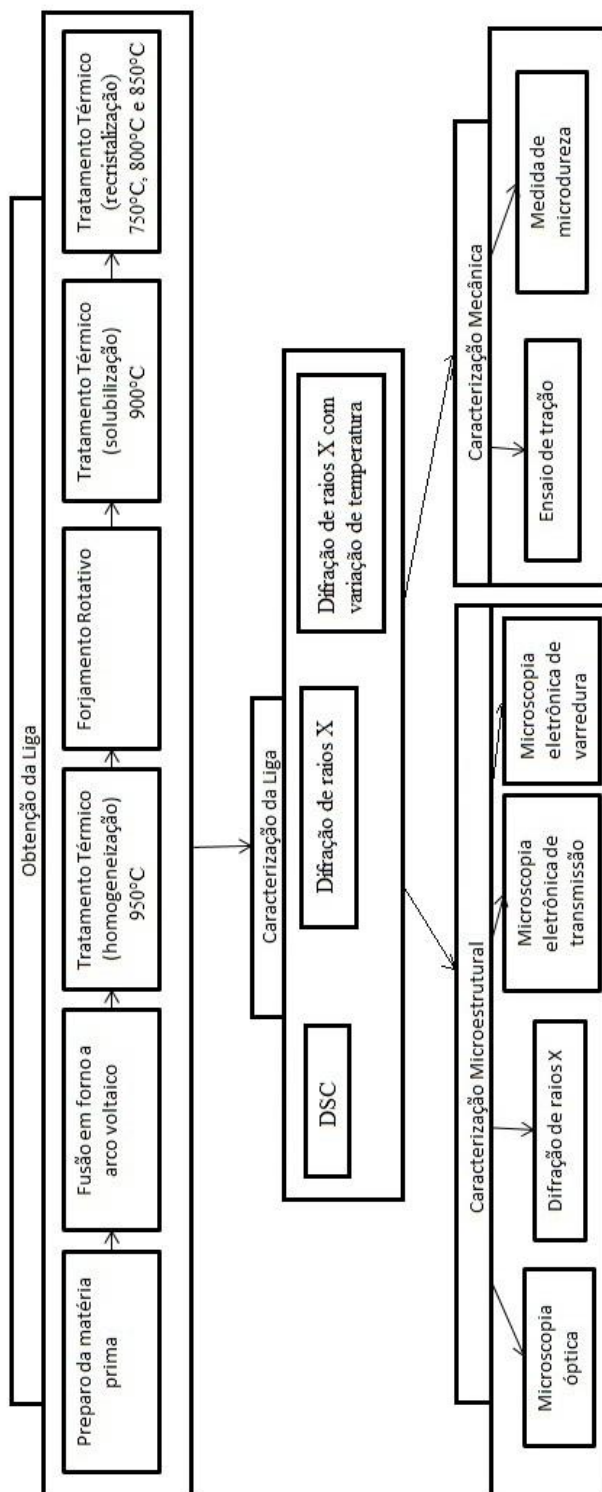
Assim, a partir do analisado, novas alternativas para ligas metálicas com elevada biocompatibilidade e melhores propriedades mecânicas estão sendo constantemente buscadas para substituírem as ligas já utilizadas, então, fica evidente que o

conhecimento das propriedades da liga Ti30Ta é importante para a utilização da liga em aplicações biomédicas. Esta pesquisa visa caracterizar as propriedades de volume da liga Ti30Ta para torná-la viável em aplicações biomédicas a partir da modificação de suas propriedades por tratamentos térmicos de recristalização.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Na figura 14 é possível observar o fluxograma empregado para o desenvolvimento da pesquisa.

Figura 14 Fluxograma da metodologia empregada nessa pesquisa

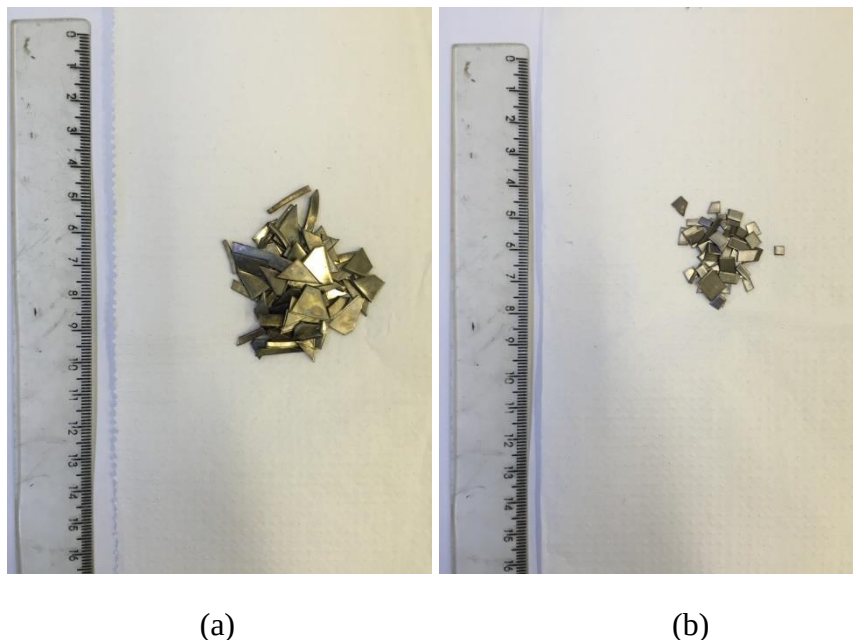


Fonte: Autor

3.1 OBTENÇÃO DA LIGA

A liga Ti30Ta (% em massa) foi obtida a partir de titânio comercialmente puro (grau 2) e tântalo comercialmente puro (99.99%), apresentados na Figura 15.

Figura 15 Metais empregados na obtenção da liga (a) Titânio, (b) Tântalo



Fonte: Autor

Antes da pesagem, as chapas foram cortadas e limpas por meio de decapagem química, utilizando uma solução, formada por HCl e HNO₃ (na proporção de 1:3). Os materiais foram então pesados em balança analítica de acordo com a composição da liga.

A fusão foi realizada em um forno a arco voltaico, como pode ser observado na Figura 16 com cadinho de cobre refrigerado à água onde os materiais foram dispostos por ordem de densidade, o mais denso (Ta) sobre o menos denso (Ti). Com a câmara fechada, foi feito o processo de purga, que consiste na manutenção do vácuo por 30, 25, 15, 15, 10 e 10 minutos para a retirada de elementos químicos presentes no ar atmosférico, seguido da injeção e retirada de argônio, repetindo o processo por 6 vezes, sendo o argônio mantido na sétima etapa. Os lingotes foram pesados em balança analítica após a fusão para confirmar que não houve perda de massa.

Figura 16 Forno a arco voltaico, (a) o equipamento completo, (b) detalhe dos materiais depositados no cadinho refrigerado, (c) botão obtido após a fusão



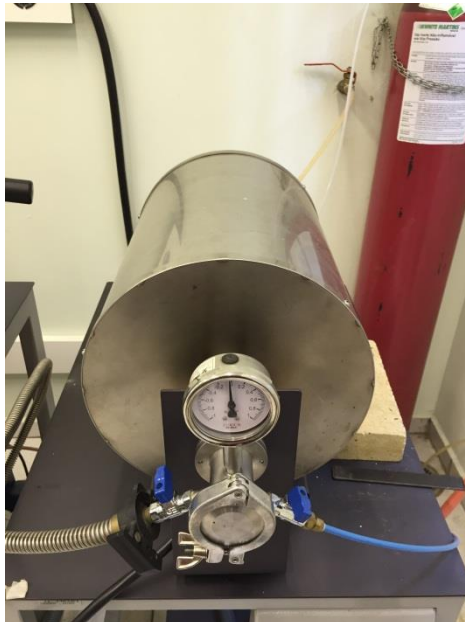
Fonte: Autor

O processo de fusão se deu pela passagem de corrente elétrica entre o eletrodo inerte de tungstênio e o cadinho de cobre refrigerado à água. Durante o processo de fusão foi feita a movimentação linear do eletrodo inerte de Tungstênio para realizar a fusão de todo o material no cadinho. Após cada passe do eletrodo, com o arco fechado, a amostra foi rotacionada em 180° por pelo menos 10 vezes para garantir a homogeneidade da liga.

Após a fusão os lingotes foram submetidos a um tratamento térmico de homogeneização em forno tubular, para garantir a homogeneidade da estrutura do lingote e estabilizar uma fase mais suscetível à deformação mecânica. O lingote foi colocado em um cadinho de alumina e ambos inseridos em um tubo de quartzo do forno tubular e foi iniciado o processo de purga, mantendo o vácuo durante todo o tempo do tratamento térmico. O forno foi aquecido a uma temperatura de 950°C sob uma taxa de aquecimento de $15,8^\circ\text{C}/\text{min}$, uma vez atingida a temperatura final, o sistema foi mantido a essa temperatura por 1440 minutos (24 horas) e ao término desse período de tempo, o forno foi desligado e o resfriamento dos lingotes ocorreu juntamente com o resfriamento natural do forno. Na Figura 17 é possível observar o forno tubular utilizado na etapa de tratamento térmico. Na Figura 18 se observa um diagrama

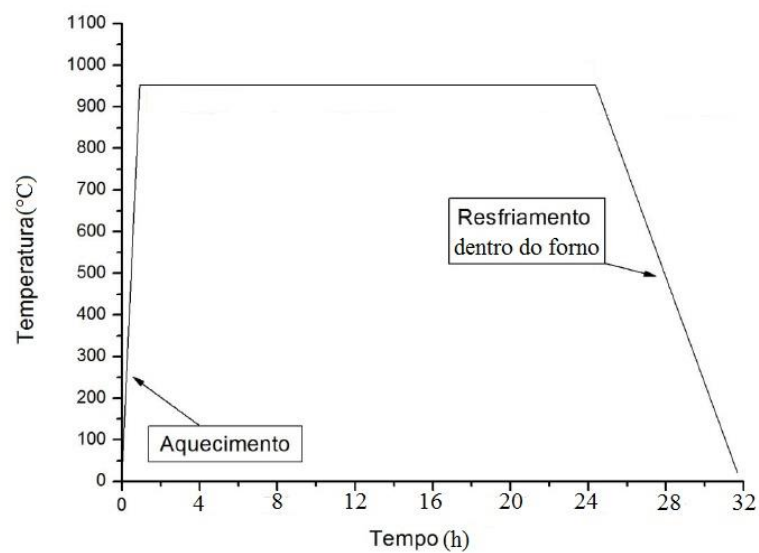
esquemático da temperatura em função do tempo no tratamento térmico de homogeneização

Figura 17 Forno tubular com atmosfera de Argônio



Fonte: Autor

Figura 18 Gráfico da temperatura em função do tempo do tratamento de homogeneização

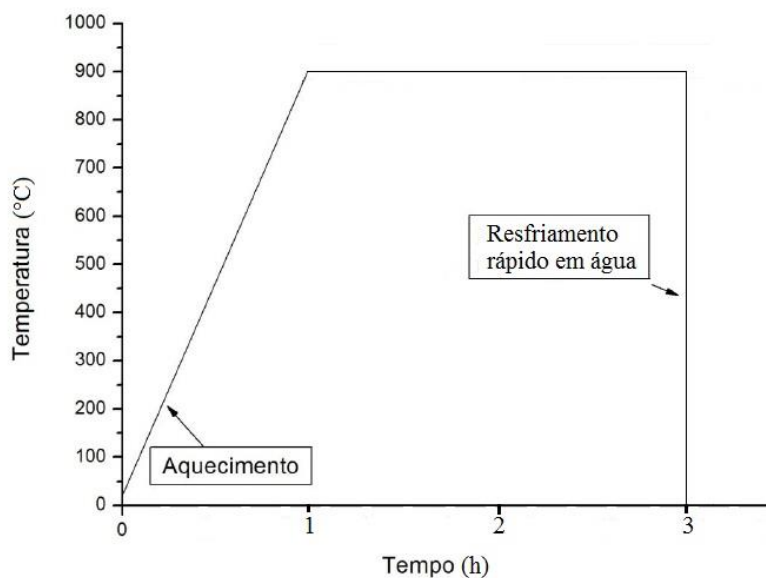


Fonte: Autor

Para garantir o formato uniforme final do lingote, foi realizado o processo de forjamento em uma forja rotativa (DEMAR, USP). O processo se deu pela aplicação de forças de compressão em sentido radial pelos martelos que possuem uma variação de diâmetro ao longo do comprimento de seu canal, resultando no formato de barra dos lingotes, com um diâmetro final de 10mm.

Os lingotes na forma de barras foram submetidos a um tratamento térmico de solubilização em forno tubular, onde as barras foram colocadas novamente em um cadinho de alumina e inseridos no tubo de quartzo do forno tubular, iniciando o processo de purga e mantido o vácuo por todo o período de tratamento térmico. O forno foi aquecido a uma temperatura de 900°C sob uma taxa de aquecimento de 15°C/min, uma vez atingida a temperatura final, o sistema foi mantido a essa temperatura por 120 minutos (2 horas) e ao término desse período as barras foram resfriadas em água, o diagrama apresentado na Figura 19 representa a esquematização do tratamento térmico de solubilização. Uma das barras foi separada nesta condição. Na Figura 20 é possível observar a barra e o cadinho antes da etapa de tratamento térmico.

Figura 19 Esquematização da temperatura em função do tempo no tratamento térmico de solubilização



Fonte: Autor

Figura 20 Barra do material e o cadinho de alumina



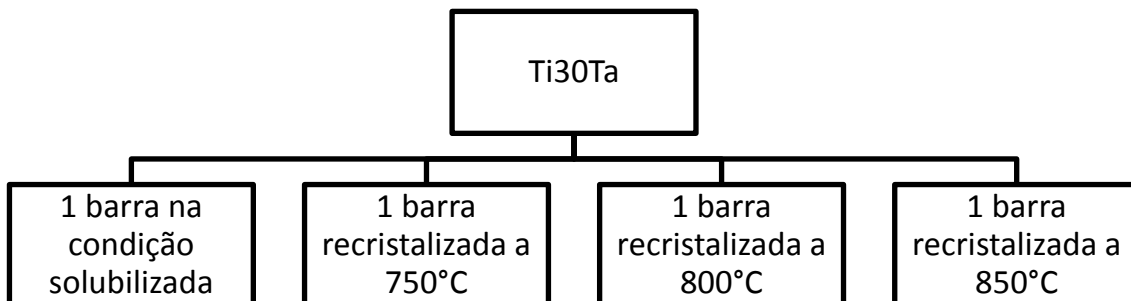
Fonte: Autor

As 3 barras remanescentes foram submetidas a um tratamento térmico de recristalização em forno tubular, onde as barras foram, separadamente, colocadas em um cadinho de alumina e inseridos no tubo de quartzo do forno tubular, iniciando o processo de purga e mantido o vácuo durante o período de tratamento térmico. O forno foi aquecido uma temperatura de 750°C, 800°C e 850°C, separadamente em cada condição com 1 barra, sob taxas de aquecimento de 12,5°C/min, 13,3°C/min e 14,1°C/min respectivamente e mantidos à temperatura final por 720 minutos (12 horas) e ao término desse período as barras foram resfriadas em água.

3.2 CARACTERIZAÇÃO DA LIGA

Na figura 21 se observa as condições utilizadas para análise do material

Figura 21 Fluxograma das condições utilizadas na pesquisa



Fonte: Autor

3.2.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

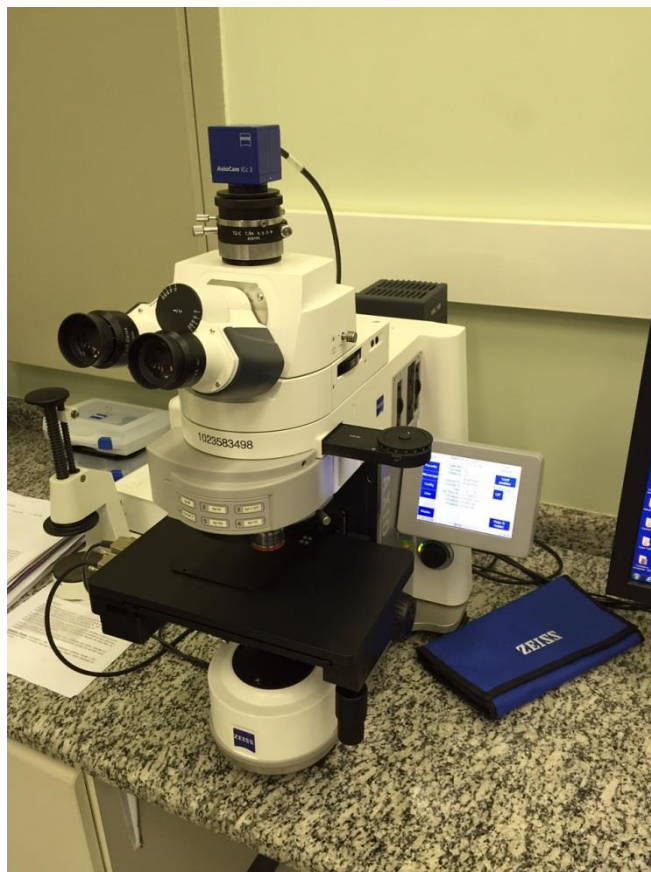
Utilizando uma isomet 4000 com disco diamantado, rotação de 1200 RPM e avanço de 1,2 mm/min, foram cortados dois discos de 3 mm de espessura de cada barra.

3.2.1.1 MICROSCOPIA ÓPTICA

Foram selecionados um disco de cada condição para serem embutidos em baquelite e após o embutimento as amostras foram limpas em banho ultrassônico de água. Terminada a limpeza das amostras, foi feito o lixamento úmido das amostras com lixas d'água de carbeto de Silício (SiC), com grana variando de 220 à 1500 e refrigeração a água. Após o lixamento as amostras foram novamente limpas em banho ultrassônico. O polimento foi feito com um pano de microfibra OP-Chem (Struers) e uma solução de Sílica Coloidal e ácido Oxálico (5%) e após o polimento as amostras foram novamente lavadas em banho ultrassônico de água. Em seguida, foi realizado o ataque químico com uma solução de 5 ml de HF, 30 ml de HNO₃ e 65 ml de H₂O (VANDERVOORT, 1984) por esfregamento por um tempo de 12 segundos por amostra seguido de lavagem em água corrente e secagem. As amostras foram levadas ao microscópio óptico de luz refletida Axio Imager.Z2m (Zeiss), que pode ser observado

na figura 22, utilizando técnicas de campo claro e luz polarizada em ampliações variadas.

Figura 22 Microscópio óptico Axio Imager.Z2m (Zeiss)

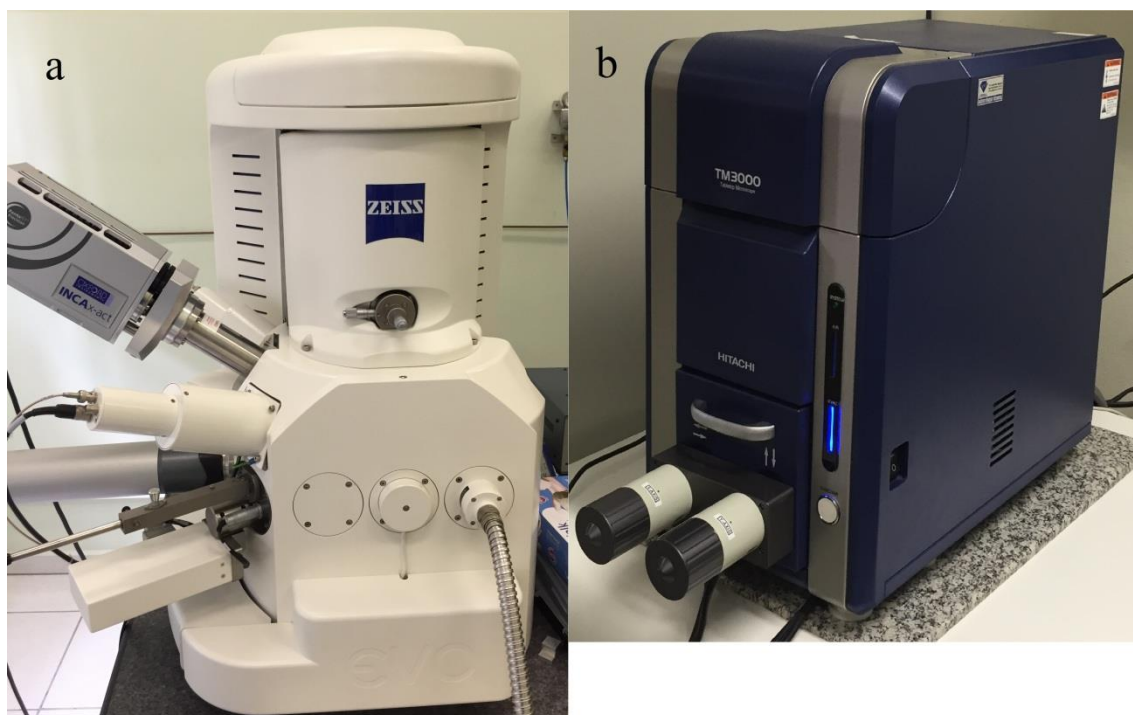


Fonte: Autor

3.2.1.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Após a análise por microscopia óptica, as mesmas amostras utilizadas nesta etapa foram submetidas à análise por microscopia eletrônica de varredura. As amostras que sofreram tratamento térmico de recristalização foram levadas ao microscópio eletrônico de varredura modelo TM3000 (HITACHI), presente no Departamento de Materiais (DEMAR, USP), que pode ser observado na Figura 23 (b), e as demais foram analisadas no MEV modelo Evo LS-15 (ZEISS), que pode ser observado na figura 23 (a). Todas as análises foram feitas sob tensão de aceleração de 20kV e em diversas ampliações combinando os detectores de elétrons secundários e elétrons retroespalhados.

Figura 23 Microscópio eletrônico de varredura Evo LS-15 (a), Microscópio eletrônico de varredura TM3000 (b)



Fonte: Autor

3.2.1.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Foram selecionados um disco de cada barra e lixados em lixas d'água de carvão de Silício (SiC) com grana de 100 com refrigeração a água, em seguida as amostras foram limpas em banho ultrassônico de água. As amostras foram presas a um suporte e posicionadas no equipamento de difração de raios X Empyrean (PANalytical, DEMAR, USP) (Figura 24) com 40 kV e corrente de 30 mA, comprimento de onda do Cu α , varredura entre os ângulos 15° e 100° , com velocidade angular de varredura de $0,2^\circ/\text{segundo}$.

Figura 24 Difratorômetro de raios X



Fonte: Autor

3.2.1.4 ANÁLISE POR DSC

A análise por DSC (Calorimetria diferencial de varredura) foi realizada no Departamento de Engenharia de Materiais e manufatura, Faculdade de Engenharia Mecânica, FEM – UNICAMP, mostrado na Figura 25. Uma pequena lâmina foi retirada da barra forjada para análise. Esta lâmina foi colocada em um cadinho de platina, que por sua vez foi inserido no equipamento juntamente com outro cadinho contendo a referência (vazio). Em seguida, eles foram fechados em um forno tubular, sendo realizada a purga similar ao forno de fusão. Então, foi feito o aquecimento ($2^{\circ}\text{C}/\text{min}$), com fluxo de gás argônio. As amostras foram aquecidas até a temperatura de 1000°C e o resfriamento registrado até 100°C . Durante o aquecimento foi registrada a diferença de potencial elétrico, medida por termopares inseridos nos cadinhos, e que corresponde à diferença de temperatura entre a amostra avaliada e a referência.

Figura 25 Equipamento de DSC



Fonte: Autor

3.2.1.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS X COM AQUECIMENTO

A difração de raios X com aquecimento foi realizada em um difratômetro marca Panalytical, modelo X'Pert Pro, operado a 40 kV e 30 mA, usando radiação $\text{CuK}\alpha$, no Departamento de Engenharia de Materiais e manufatura, Faculdade de Engenharia Mecânica, FEM – UNICAMP, mostrado na figura 26. Para a análise nesta técnica foi utilizada uma amostra de 1 mm de espessura da condição solubilizada que foi então lixada (220 até 1500). Um termopar foi fixado na borda das amostra a qual foi então posicionada sobre um filamento de tungstênio e aquecida a uma taxa de $2^\circ\text{C}/\text{min}$ por análise, sendo então realizada a varredura em diferentes ângulos

Figura 26 Equipamento de difração de raios X com aquecimento



Fonte: Autor

3.2.1.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

A partir do conhecimento detalhado da microestrutura de um material é possível que seja feita uma previsão das propriedades mecânicas e do comportamento de tal material, assim, tal estudo envolve análises que determinam a estrutura cristalina, forma, quantidade e sua composição química.

Neste trabalho, utilizando uma Isomet 4000, foi cortado um disco de 0,5 mm de espessura de cada uma das amostras solubilizada e recristalizada a 750°C, 800°C e 850°C, em seguida os discos foram enviados ao Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), onde foram lixadas com lixas de carbetto de silício de granulometria 100, 200, 400, 600, 1000, 1200, 1500 e 2000 e polidas até que ficassem com espessura de 0,1 mm. Após o polimento as amostras foram colocadas em um equipamento que utiliza a técnica de Ion Beam, um tipo de plasma que remove finas camadas de material até que a amostra seja perfurada em determinado local e esteja com uma espessura suficiente para ser colocada no porta amostra e por sua vez, no Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET) modelo Tecnai (FEI), que pode ser observado na figura 27.

Figura 27 Microscópio eletrônico de transmissão Tecnai



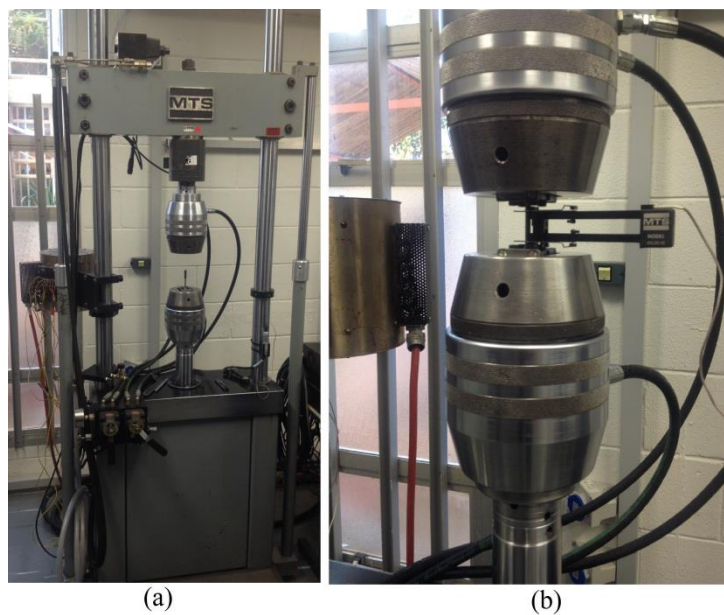
Fonte: Autor

3.2.2 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

3.2.2.1 ENSAIO DE TRAÇÃO

Os corpos de prova foram usinados a partir das barras tratadas termicamente, seguindo a norma ASTM E 8M e submetidos a um carregamento uniaxial de tração ao longo de seu eixo. Os ensaios foram realizados utilizando uma velocidade de 0,5 mm/min em uma máquina de ensaios mecânicos, MTS, modelo 632.24C-50 (Figura 28) no Laboratório de Ensaios Mecânicos, Departamento de Engenharia de Materiais e manufatura, Faculdade de Engenharia Mecânica, FEM – UNICAMP em Campinas.

Figura 28 (a) Equipamento de ensaio de Tração, (b) detalhe do corpo de prova com o extensômetro

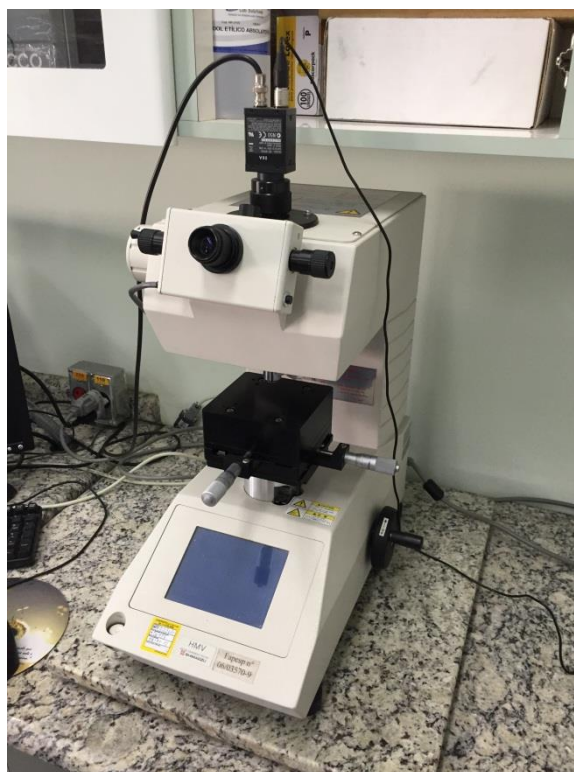


Fonte: Autor

3.2.2.2 ENSAIO DE MICRODUREZA

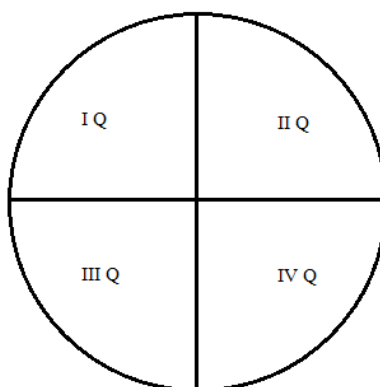
O ensaio de microdureza foi realizado em 1 disco de 3mm de espessura cortado de cada barra utilizando um microdurômetro HMV 2T, Shimadzu pertencente ao Laboratório de Polímeros, da Faculdade de Engenharia, Campus de Guaratinguetá, UNESP, que pode ser visto na Figura 29. Foram realizadas 12 medidas por corpo de prova, 3 medidas por quadrante, 4 quadrantes por amostra, utilizando um penetrador de diamante piramidal de base quadrada com ângulos de 136° entre planos, carga de 1,9 N e 15 segundos de aplicação de força. Os resultados são fornecidos pelo próprio aparelho após o tempo de aplicação de força através da medida das diagonais da indentação feita pelo penetrador de diamante e em seguida calculou-se a média dos valores obtidos, resultando na microdureza em HV (dureza Vickers). Na figura 30 se observa a esquematização do ensaio de microdureza.

Figura 29 Microdurômetro



Fonte: Autor

Figura 30 Esquematização das medidas do ensaio de microdureza



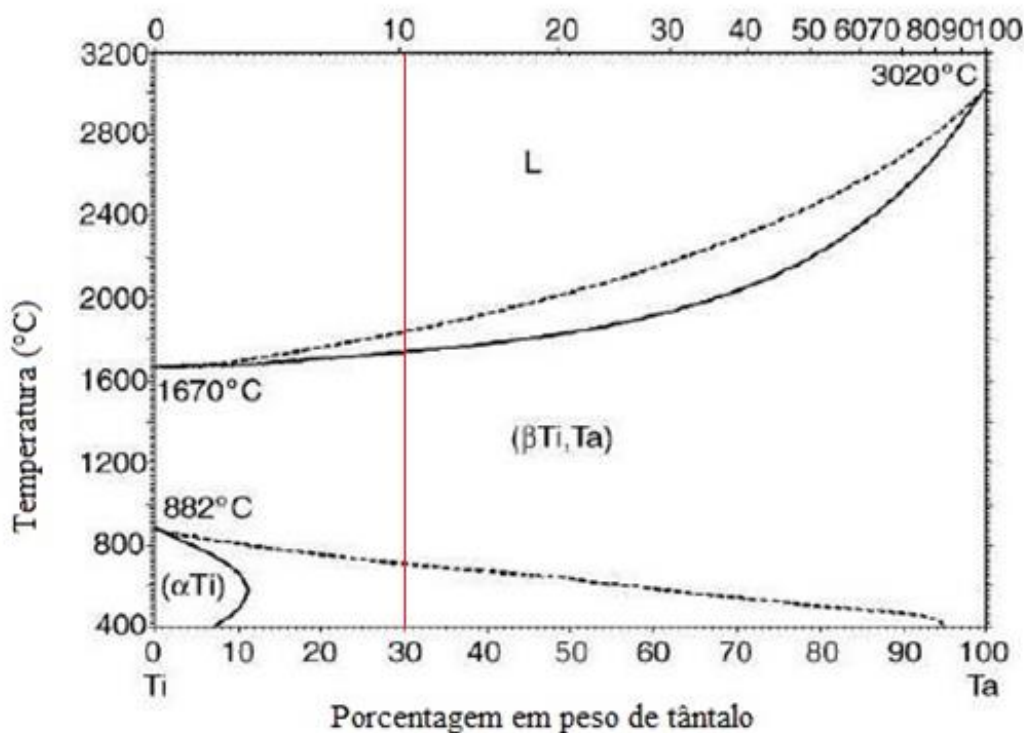
Fonte: autor

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO DA LIGA NO ESTADO BRUTA DE FUSÃO

Na Figura 31 se observa o diagrama de equilíbrio do sistema binário Ti-Ta. De acordo com Donachie (2000), Leyens e Peters (2003) e Lütjering e Williams (2003), a temperatura de transformação alotrópica do titânio, conhecida como β -*transus*, está em torno de 880°C. Com o aumento do teor de tântalo a temperatura β *transus* diminui e ocorre o surgimento da fase β na condição de equilíbrio.

Figura 31 Diagrama de equilíbrio do sistema binário Ti-Ta

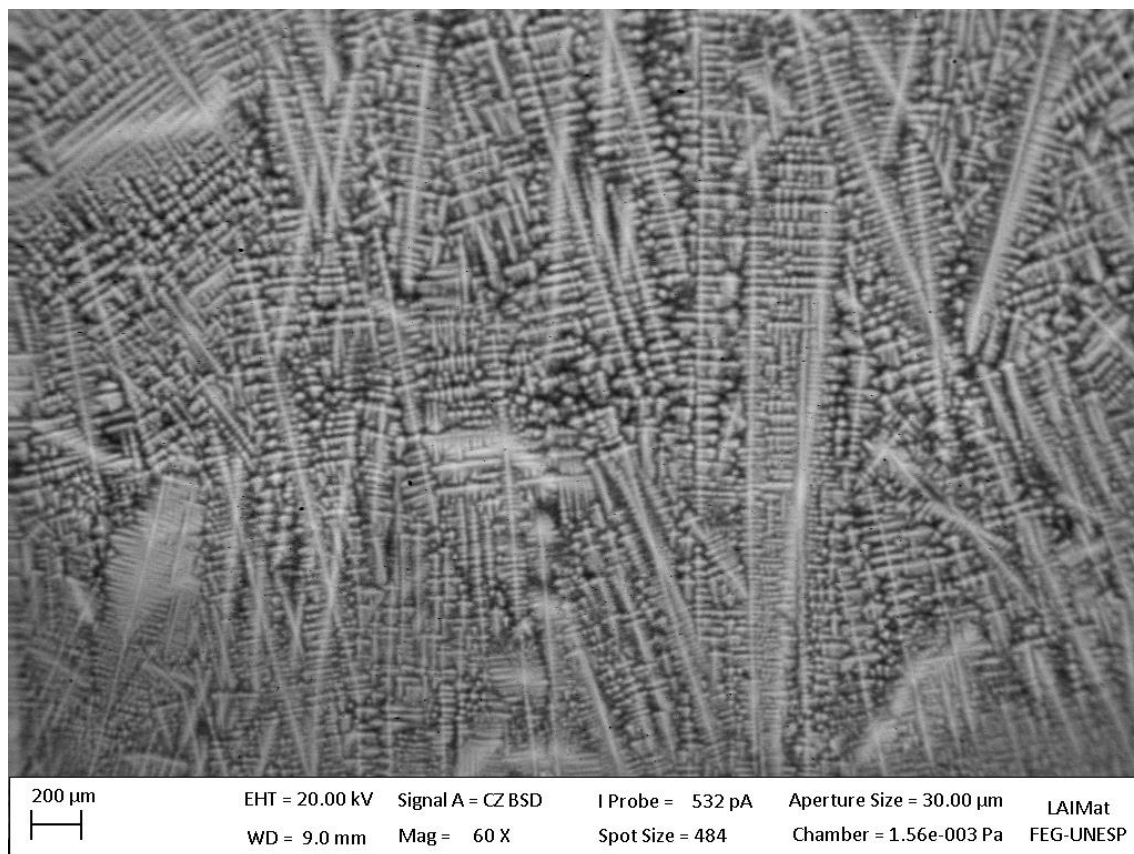


Fonte: Adaptado de Souza e Robin (2003)

Na figura 32 é apresentado uma imagen de microscopia eletrônica de varredura da parte superior da amostra bruta de fusão. Devido a elevada taxa de resfriamento do cadinho de cobre refrigerado foi verificada a formação de microestruturas distintas.

Na base do cadinho, ou seja, onde o lingote estava em contato direto, o resfriamento foi mais rápido, o que levou a formação da fase martensítica α'' . Por outro lado, no topo a formação dendrítica foi verificada com a presença das fases α' e β

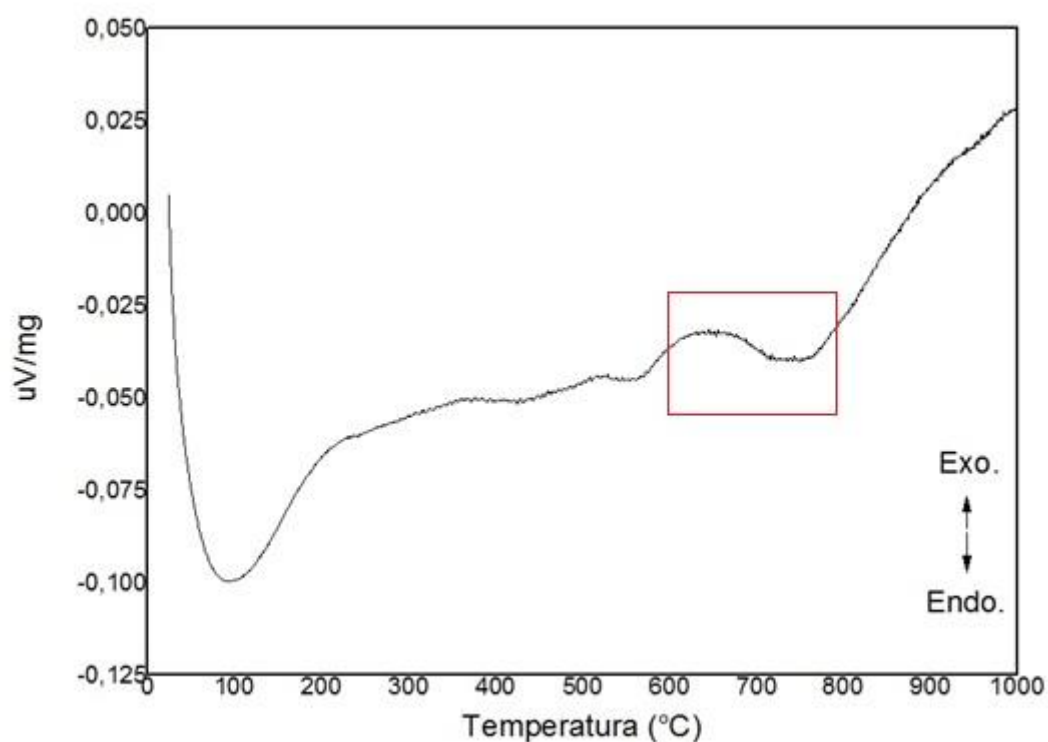
Figura 32 Imagem de microscopia eletrônica de varredura da parte superior da amostra Bruta de Fusão



Fonte: Autor

A temperatura β -transus foi determinada a partir da DSC (Diferencial Scanning Calorimetry) (Figura 33) onde os picos exotérmicos foram definidos no sentido vertical (para cima) e os picos endotérmicos foram definidos no sentido vertical (para baixo). Por meio dessa análise se observa que houve uma variação exotérmica próxima a 650°C e uma variação endotérmica próxima a 750°C, eventos que estão relacionados com a transformação da fase α'' em fase β , com início em 650°C e término em 750°C. Para o Ti CP a fase β é estável entre 800°C e 1000°C (MANTANI; TAJIMA, 2006), indicando que a adição de Ta levou à estabilidade desta fase em temperaturas inferiores.

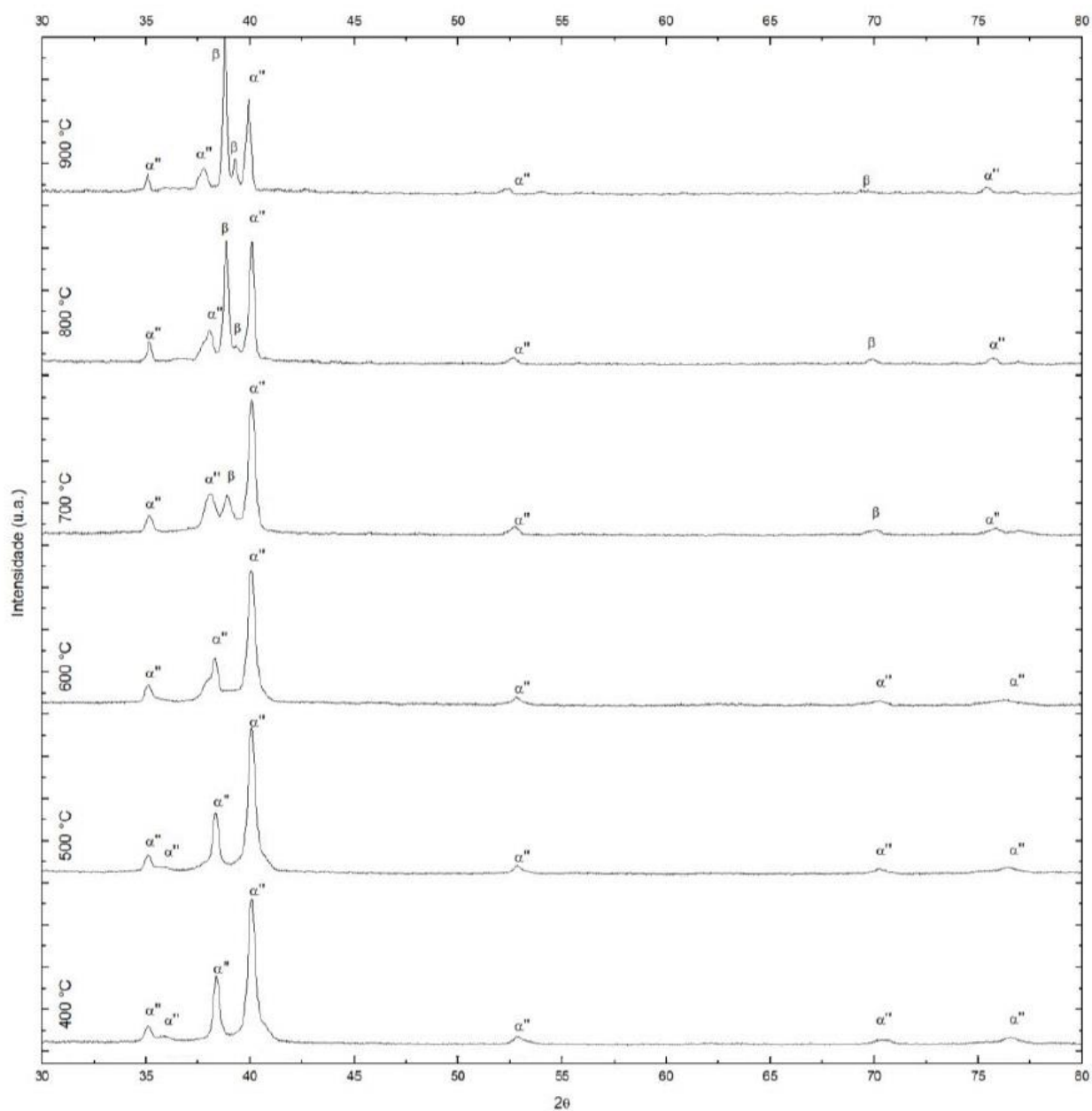
Figura 33 Espectro obtido após análise térmica DSC



Fonte: Autor

Para confirmar a redução da temperatura de estabilização da fase β , foi realizado a análise de difração de raios X com variação de temperatura (Figura 34). De acordo com a análise, pode-se observar que a fase α'' se mantém estável até 600°C e quando é feita uma varredura a 700°C aparecem os primeiros picos de fase β , confirmando que o teor de Ta diminui a temperatura de estabilidade desta fase.

Figura 34 Análise de difração de raios X com variação de temperatura



Fonte: Autor

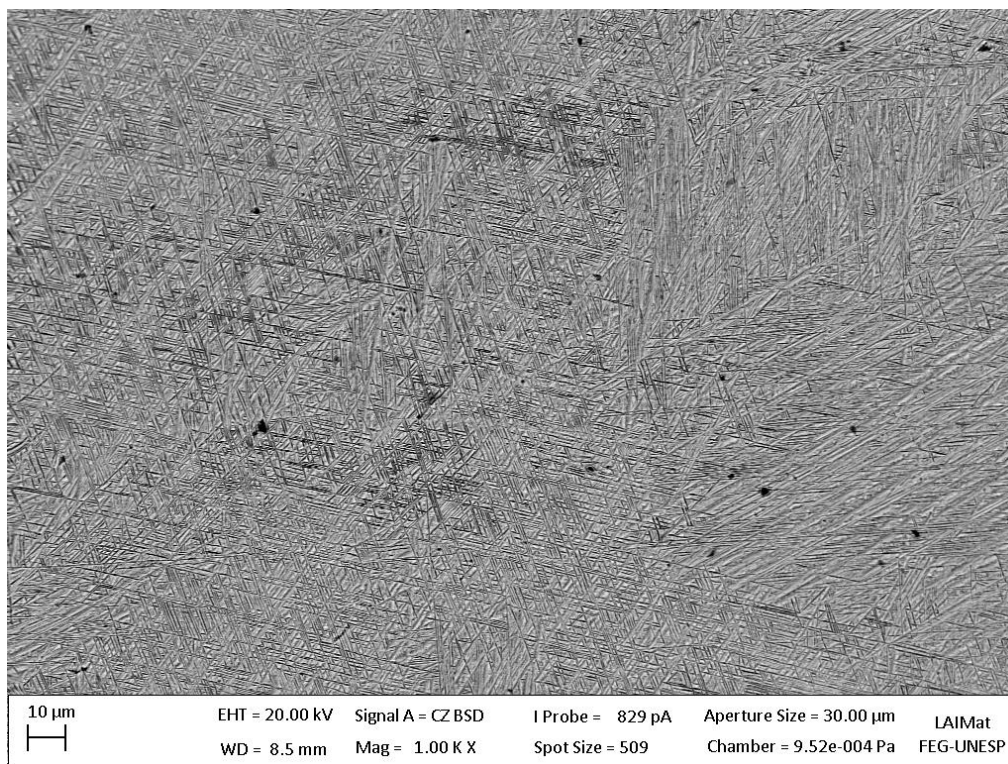
4.2 CARACTERIZAÇÃO DA ROTA DE PROCESSAMENTO DA LIGA Ti30Ta

O processamento da liga Ti30Ta desenvolvido pelo grupo nos últimos anos envolveu a fusão, tratamento térmico de homogeneização, forjamento rotativo e solubilização.

A microestrutura da liga Ti30Ta após o tratamento térmico de homogeneização a 950°C com resfriamento dentro do forno é mostrada nas Figuras 35 e 36.

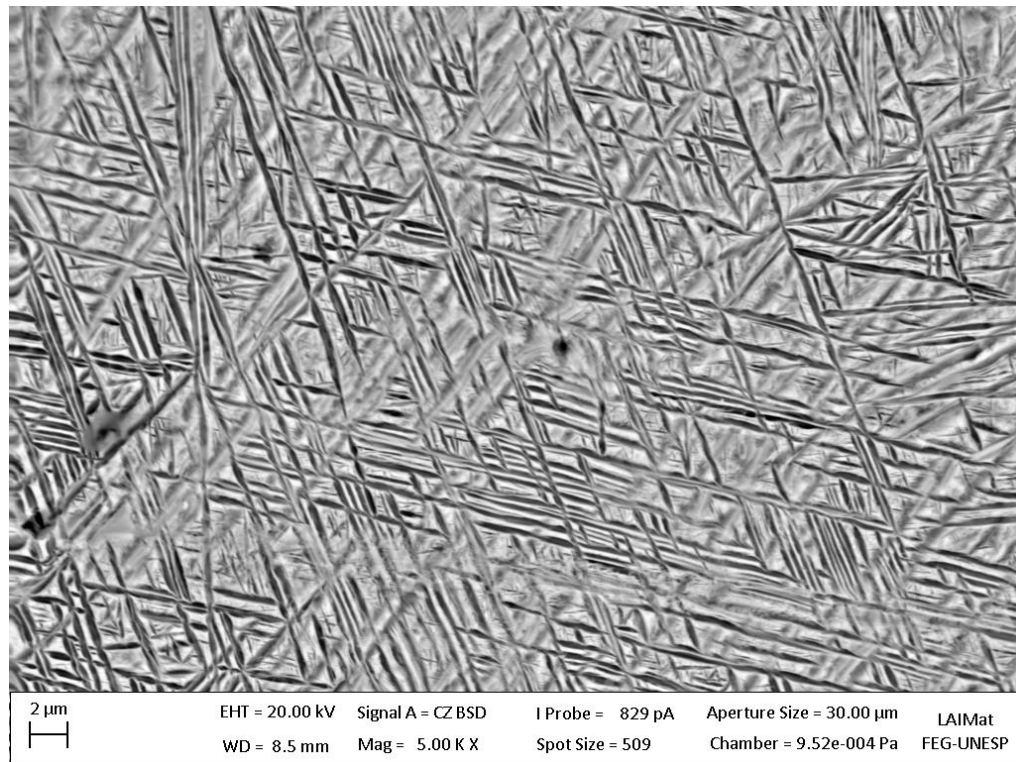
O mesmo tipo de microestrutura foi observada por Du *et al.* (2014) e caracterizada como uma secundária α dispersa em uma matriz β .

Figura 35 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição homogeneizada, com ampliação de 1000x.



Fonte: Autor

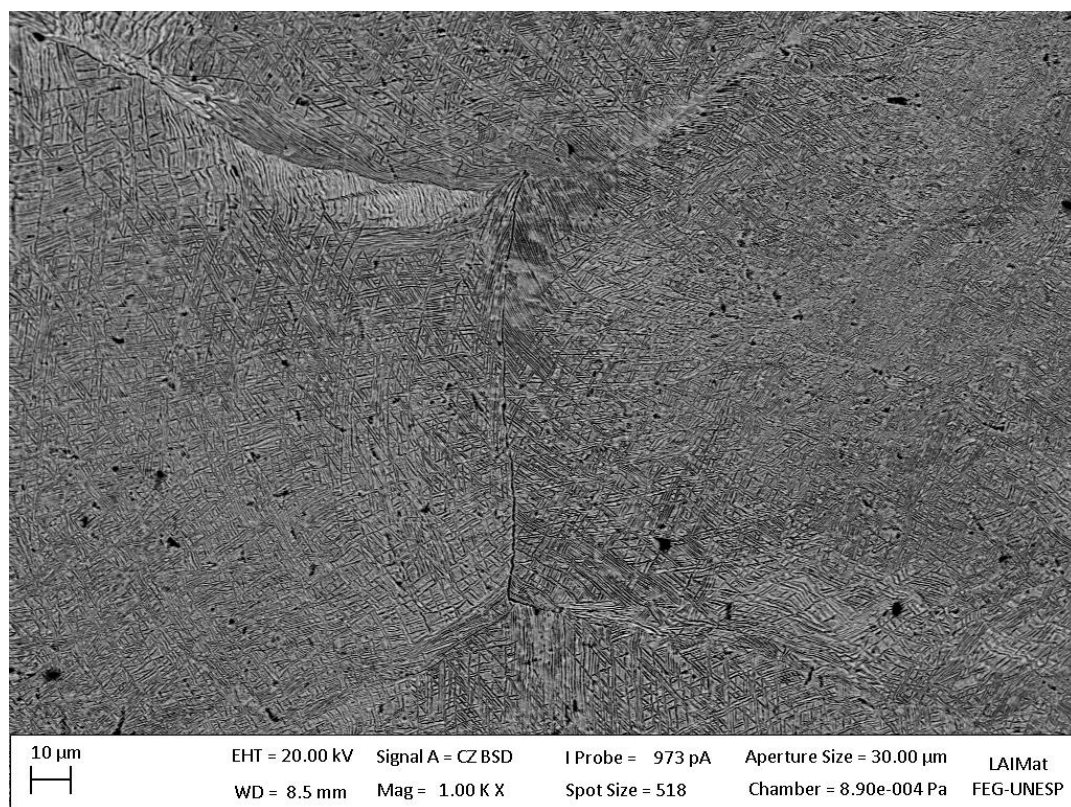
Figura 36 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição homogeneizada, com ampliação de 5000x.



Fonte: Autor

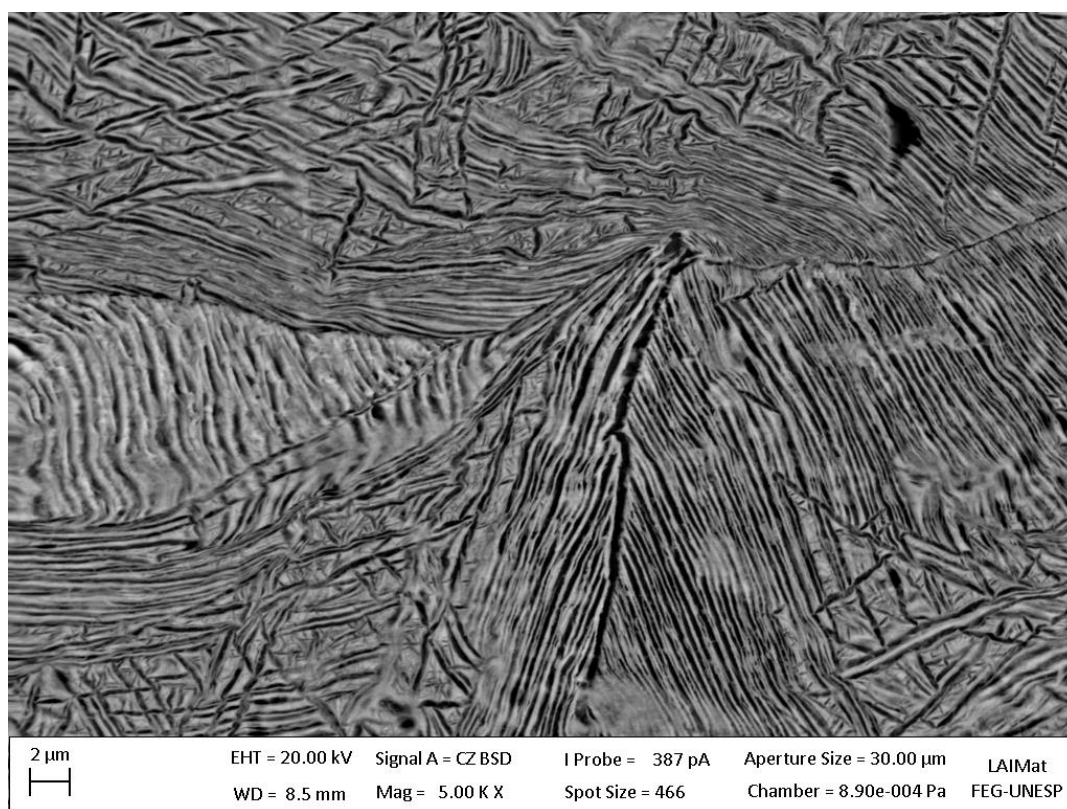
O forjamento rotativo a frio levou a uma deformação severa dessa microestrutura, porém sem alteração das fases presentes. Nas figuras 37 e 38 é apresentada a microestrutura após o forjamento rotativo a frio.

Figura 37 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição forjada, com ampliação de 1000x.



Fonte: Autor

Figura 38 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição forjada, com ampliação de 5000x.

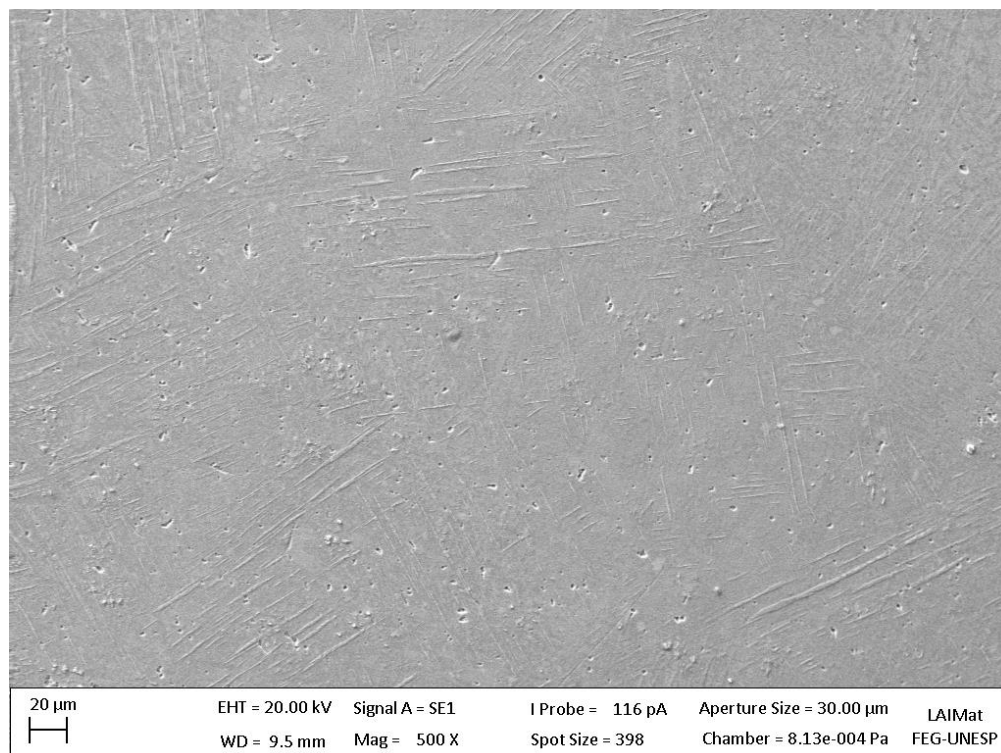


Fonte: Autor

O tratamento térmico de solubilização levou a formação da fase martensítica α'' (figuras 39 e 40) e eliminou os efeitos provocados pela deformação a frio na microestrutura.

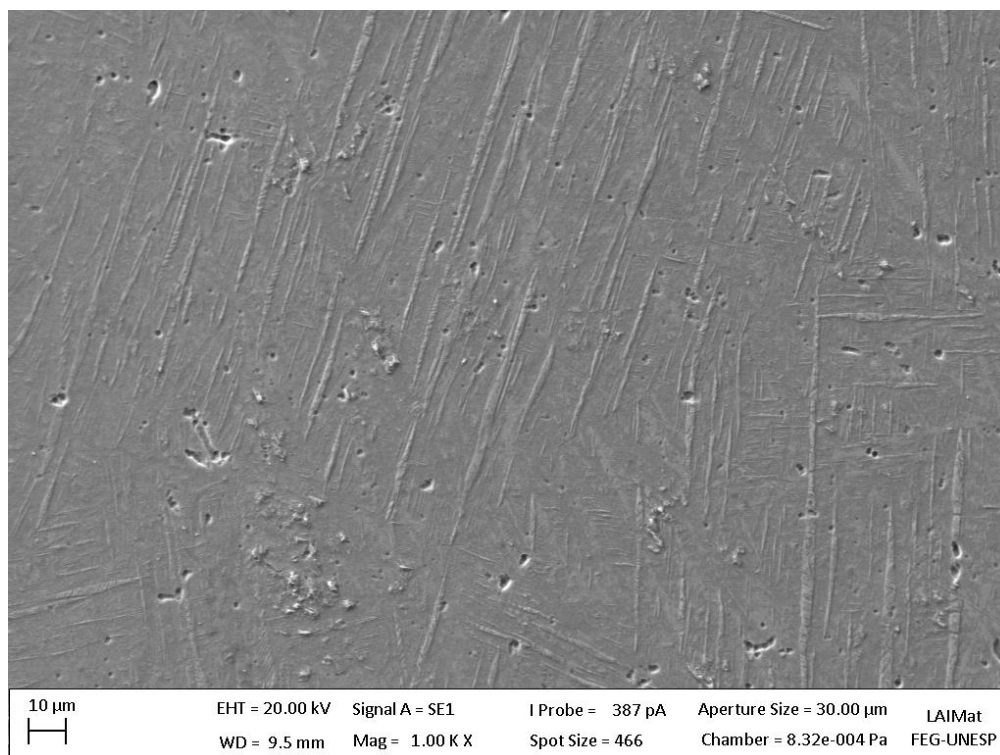
Na figura 41 se observa o espectro da difração de raios X para as condições solubilizada e forjada.

Figura 39 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição solubilizada, com ampliação de 500x.



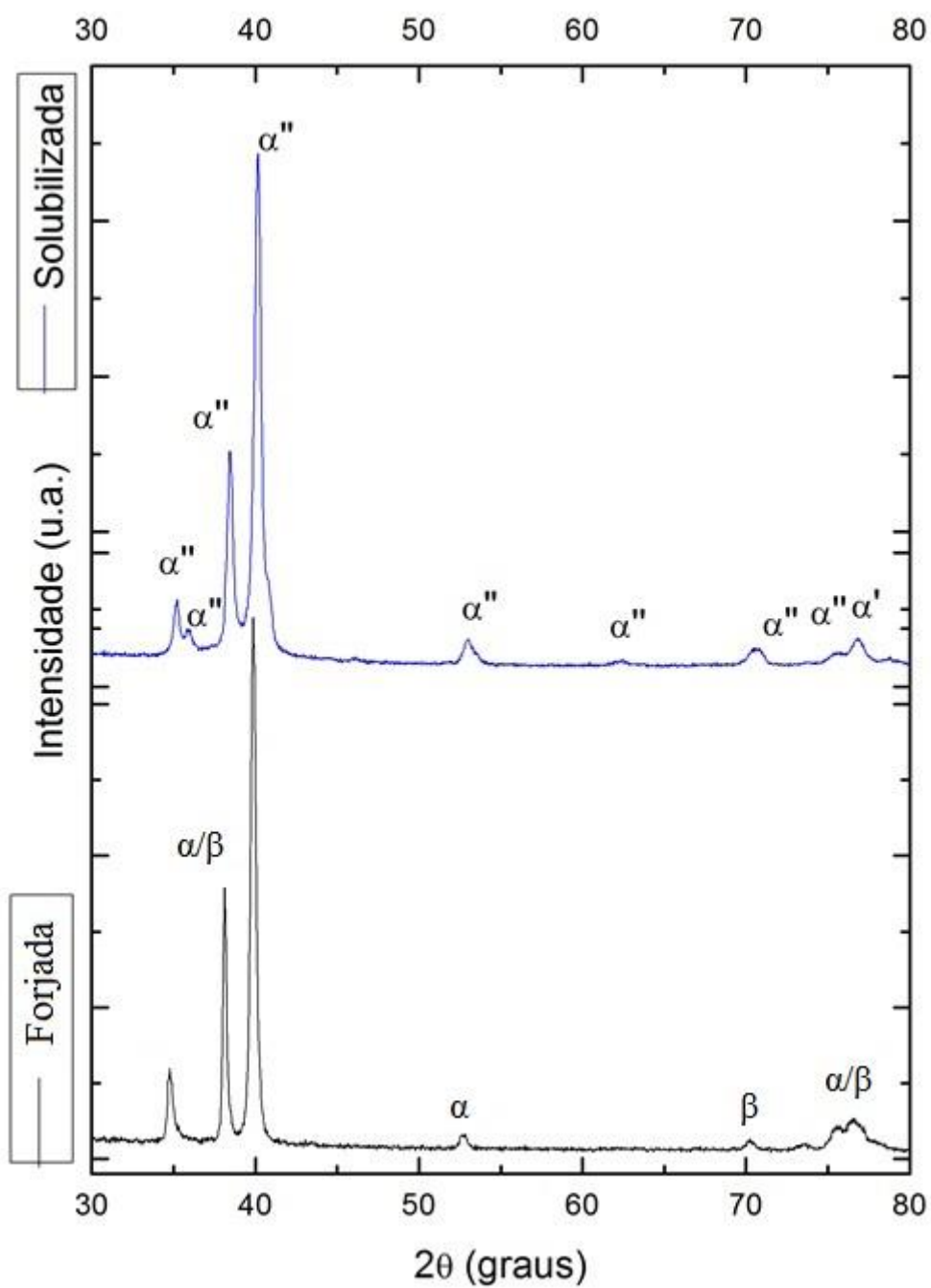
Fonte: Autor

Figura 40 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição solubilizada, com ampliação de 1000x.



Fonte: Autor

Figura 41 Espectros de difração de raios X da amostra forjada e solubilizada



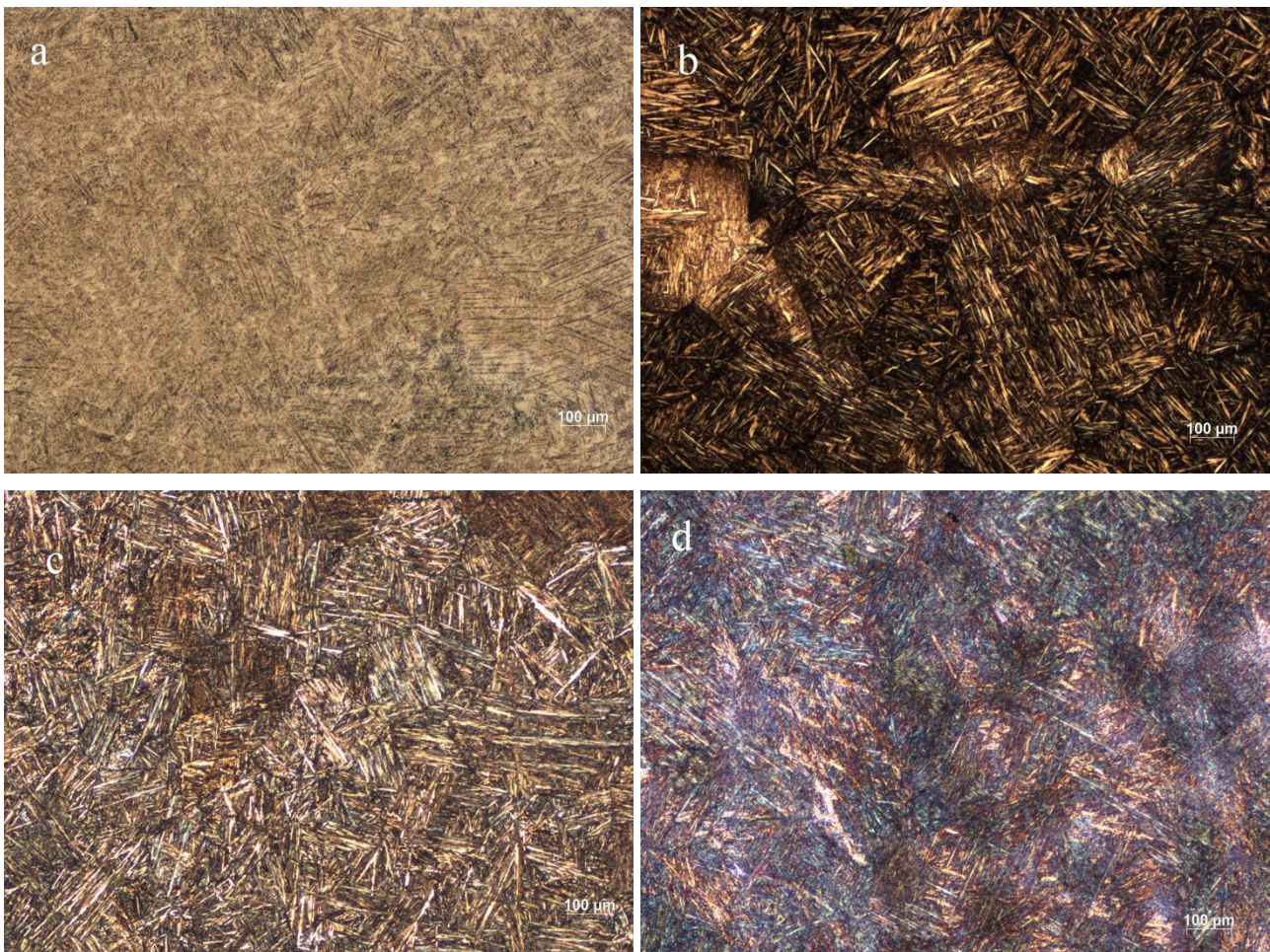
Fonte: Autor

A partir desses resultados foram estabelecidos os parâmetros empregados na recristalização das amostras.

4.3 CARACTERIZAÇÃO DA LIGA APÓS RECRISTALIZAÇÃO

Na Figura 42 é possível verificar a variação da microestrutura pela análise de microscopia óptica nas condições solubilizada (Fig 29 (a)), recristalizada a 750°C (Fig 29 (b)), recristalizada a 800°C (Fig 29 (c)) e recristalizada a 850°C (Fig 29 (d)).

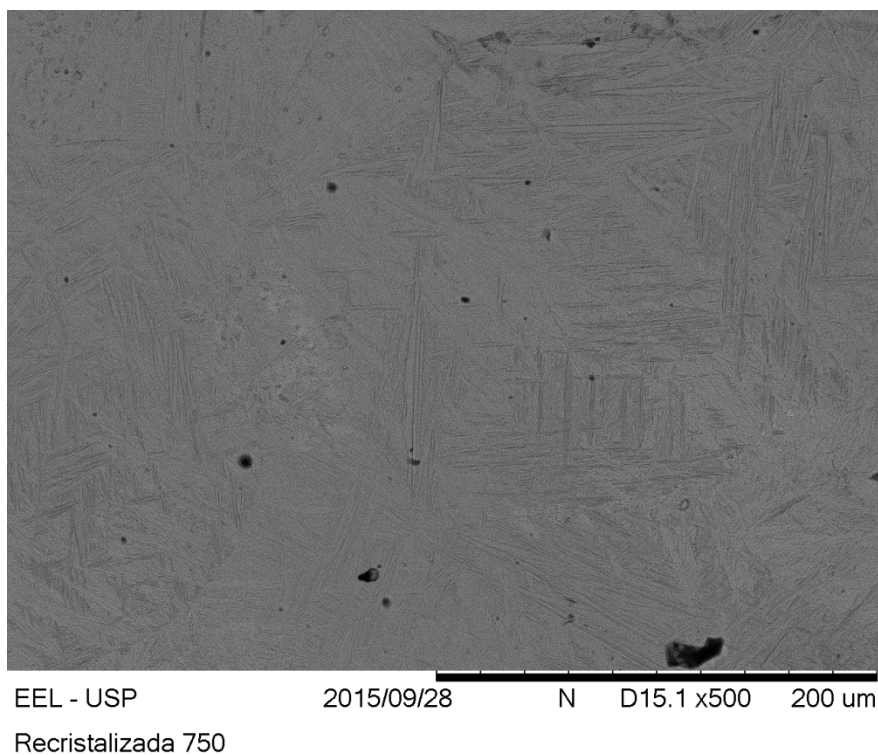
Figura 42 Imagens de microscopia óptica nas condições (a) solubilizada, (b) recristalizada a 750°C, (c) recristalizada a 800°C, (d) recristalizada a 850°C



Fonte: Autor

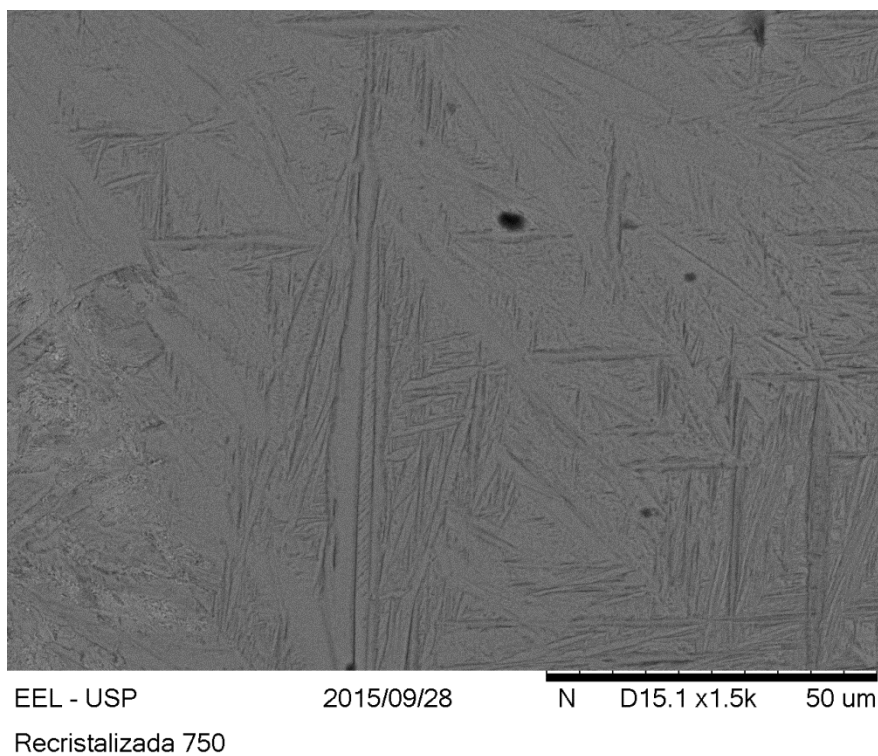
Nas figuras a seguir, é possível observar a variação microestrutural obtido pela análise de microscopia eletrônica de varredura nas condições recristalizada a 750°C (Fig 43 e 44), recristalizada a 800°C (Fig 45 e 46) e recristalizada a 850°C (Fig 47 e 48).

Figura 43 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição recristalizada a 750°C, com ampliação de 500x.



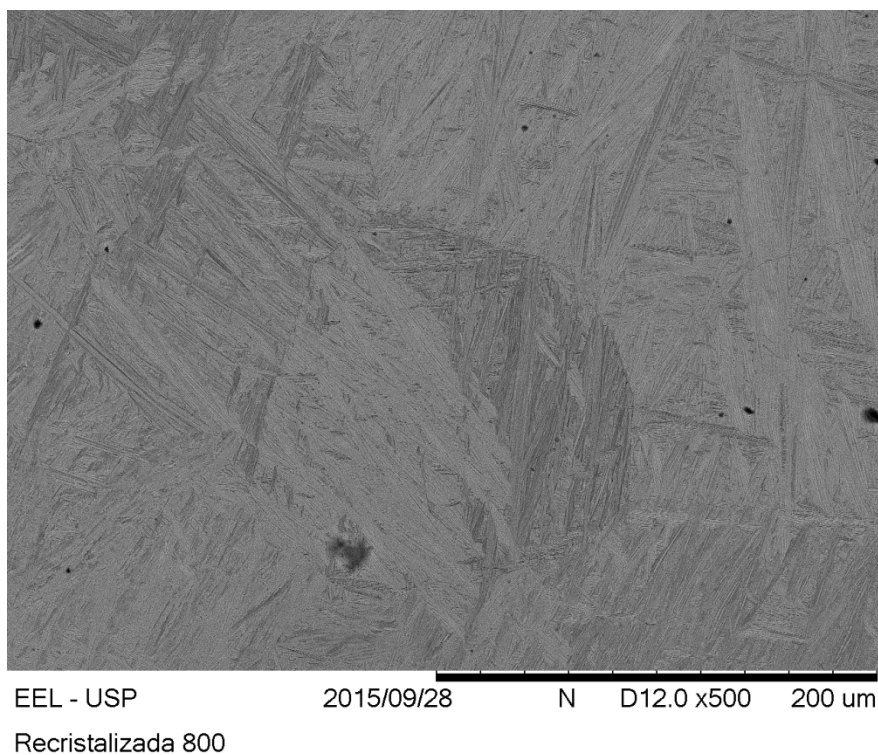
Fonte: Autor

Figura 44 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição recristalizada a 750°C, com ampliação de 1500x.



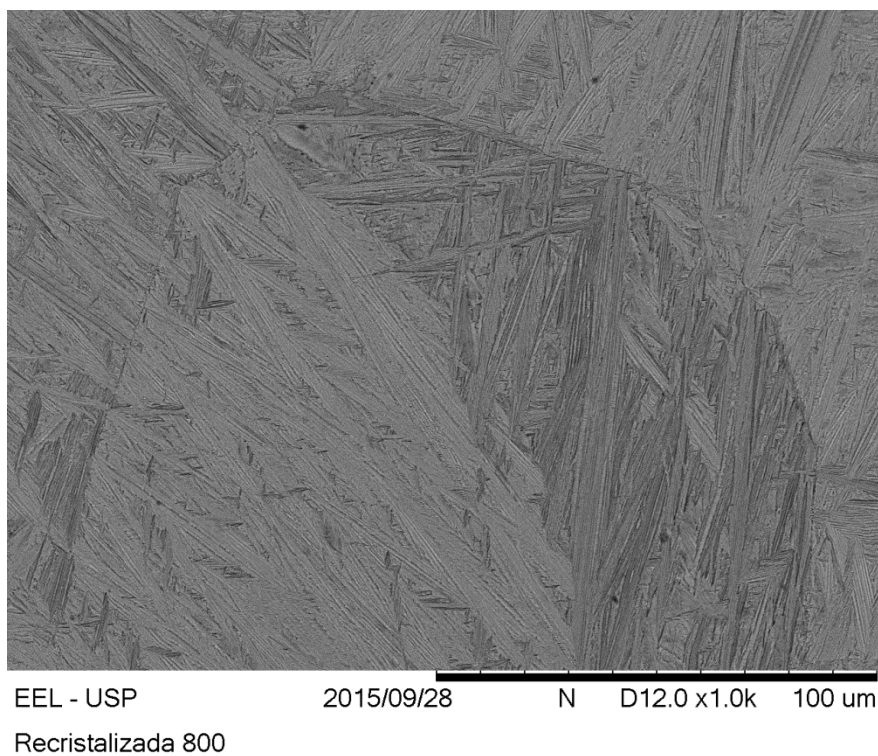
Fonte: Autor

Figura 45 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição recristalizada a 800°C, com ampliação de 500x.



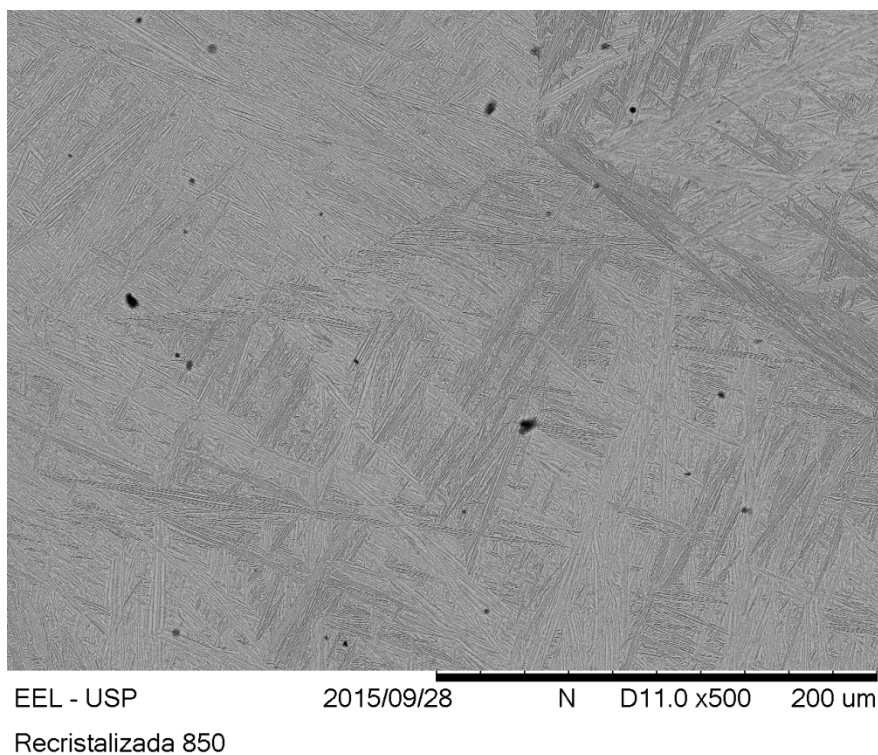
Fonte: Autor

Figura 46 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição recristalizada a 800°C, com ampliação de 1000x.



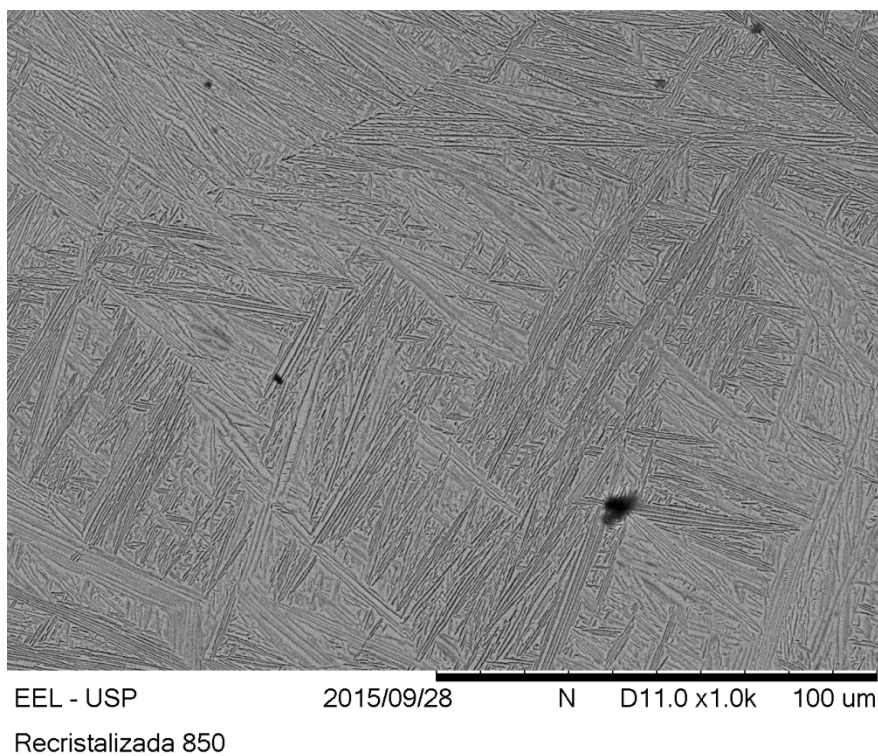
Fonte: Autor

Figura 47 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição recristalizada a 850°C, com ampliação de 500x.



Fonte: Autor

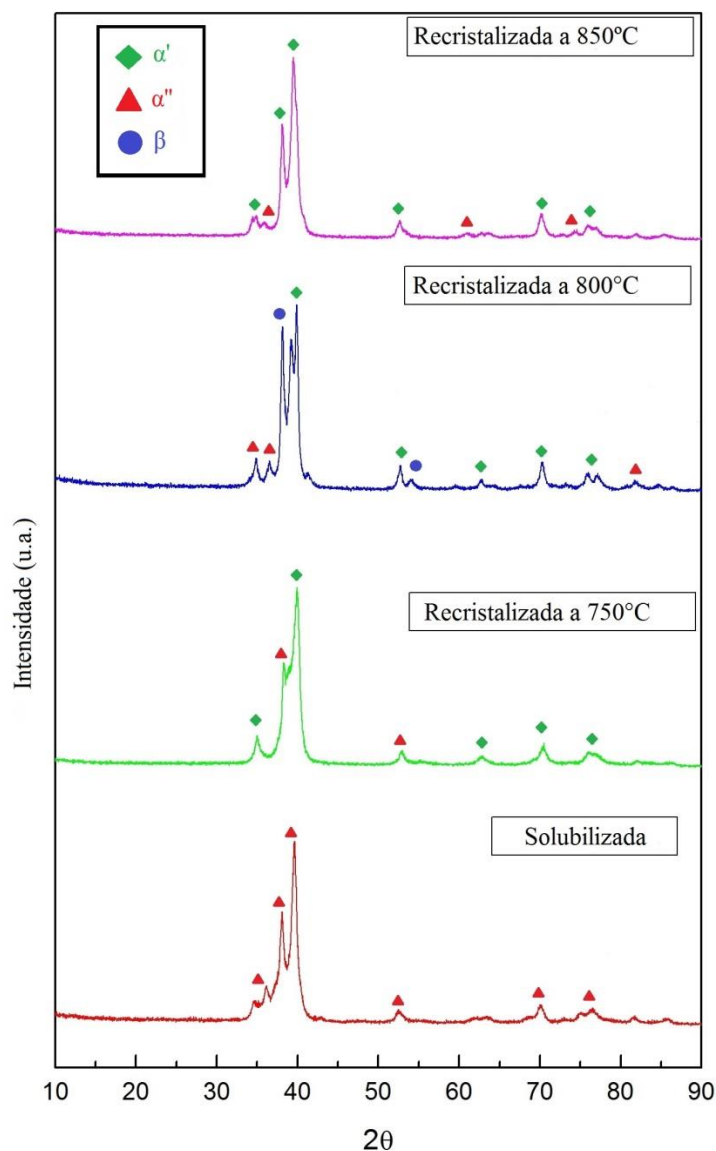
Figura 48 Imagem de microscopia eletrônica de varredura na condição recristalizada a 850°C, com ampliação de 1000x.



Fonte: Autor

De acordo com as imagens de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, se verifica que na condição solubilizada a estrutura formada é monofásica e a partir da recristalização, é formada uma estrutura bifásica. Na Figura 49 se observa o espectro de difração de raios X obtidos na análise das amostras e confirma a existência de apenas uma fase na condição solubilizada e de duas fases nas condições recristalizadas. De acordo com a difração de raios X, a fase formada durante a solubilização apresentou picos característicos da fase α'' , pois quando a liga de Ti-Ta é aquecida a 900°C e mantida por 2 horas e resfriada rapidamente em água, não há tempo para a difusão atômica, formando uma estrutura α'' . Estes resultados também foram obtidos por Zhou *et al.* (2004) quando os autores estudaram a decomposição da fase α'' nas ligas de Ti-Ta.

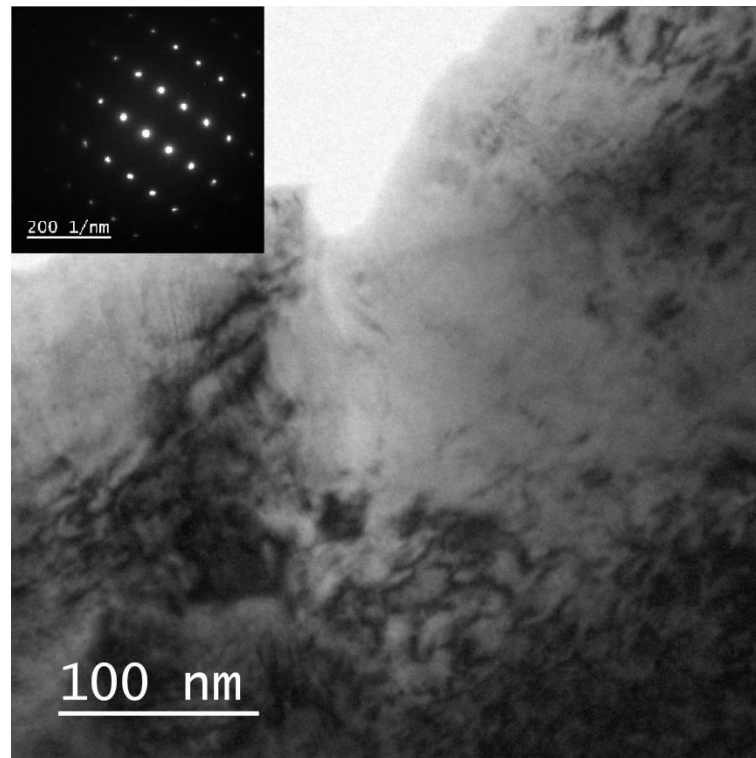
Figura 49 Espectro de difração de raios X das amostras de Ti-30Ta em suas respectivas condições



Quando as amostras são recristalizadas a partir de 750°C a fase α'' é substituída pelas fases $\alpha''+\alpha'$, ocorrendo também nas temperaturas de 800°C e 850°C, podendo ocorrer a formação de fase β como pode ser observado nas imagens de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura e nos espectros de difração de raios X. Este resultado também foi observado por Zhou *et al.* (2004) ao tratar termicamente a liga em menores temperaturas.

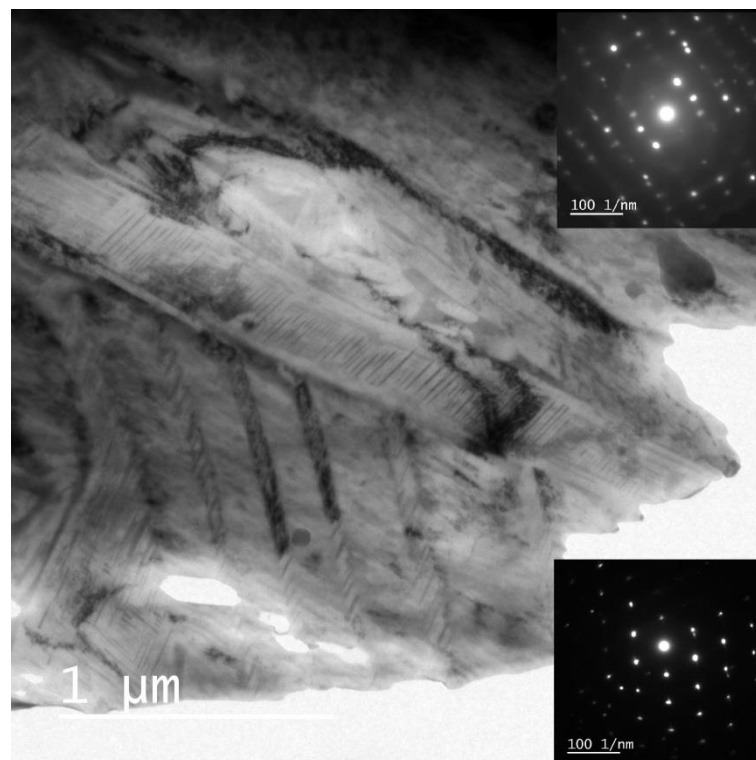
Para um maior conhecimento da estrutura do material estudado, foram realizados os ensaios de microscopia eletrônica de transmissão. Na Figura 50 é apresentada a imagem de MET da amostra solubilizada e também a difração de área selecionada (SAD), onde é possível observar a presença de apenas uma fase com estrutura ortorrômbica característica da fase martensítica α'' , confirmando os resultados obtidos pela difração de raios X. Na Figura 51 mostra a imagem de MET e também a SAD da amostra recristalizada a 750°C onde é verificado a presença de duas fases, uma acicular e outra formando a matriz, confirmando a presença de duas fases indicado pela difração de raios X, fato que também foi observado na imagem de MET da amostra recristalizada a 800°C (Figura 52). Na Figura 53 se observa a microscopia eletrônica de transmissão da amostra recristalizada a 850°C onde é possível identificar duas fases, uma clara e uma escura, estando de acordo também com a difração de raios X e MEV. A presença destas fases também foi verificado por Zhou *et al.* (2004) ao tratar termicamente a liga Ti30Ta em menores temperaturas.

Figura 50 Imagem de Microscopia eletrônica de Transmissão e difração de área selecionada da amostra solubilizada.



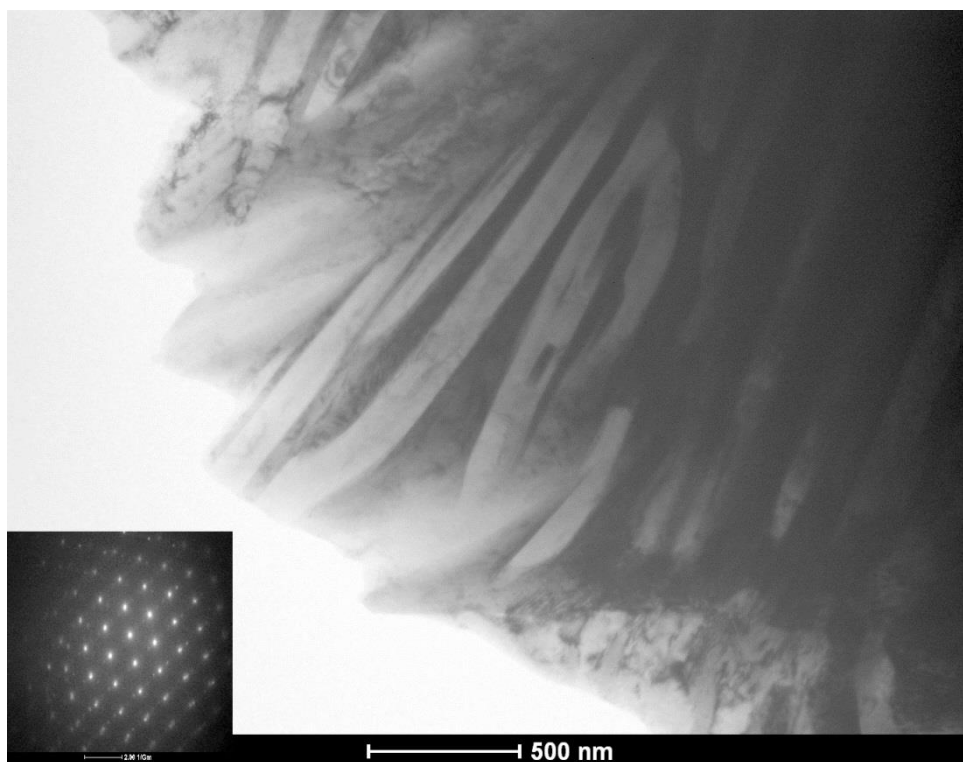
Fonte: Autor

Figura 51 Imagem de Microscopia eletrônica de Transmissão e difração de área selecionada da amostra recristalizada a 750°C.



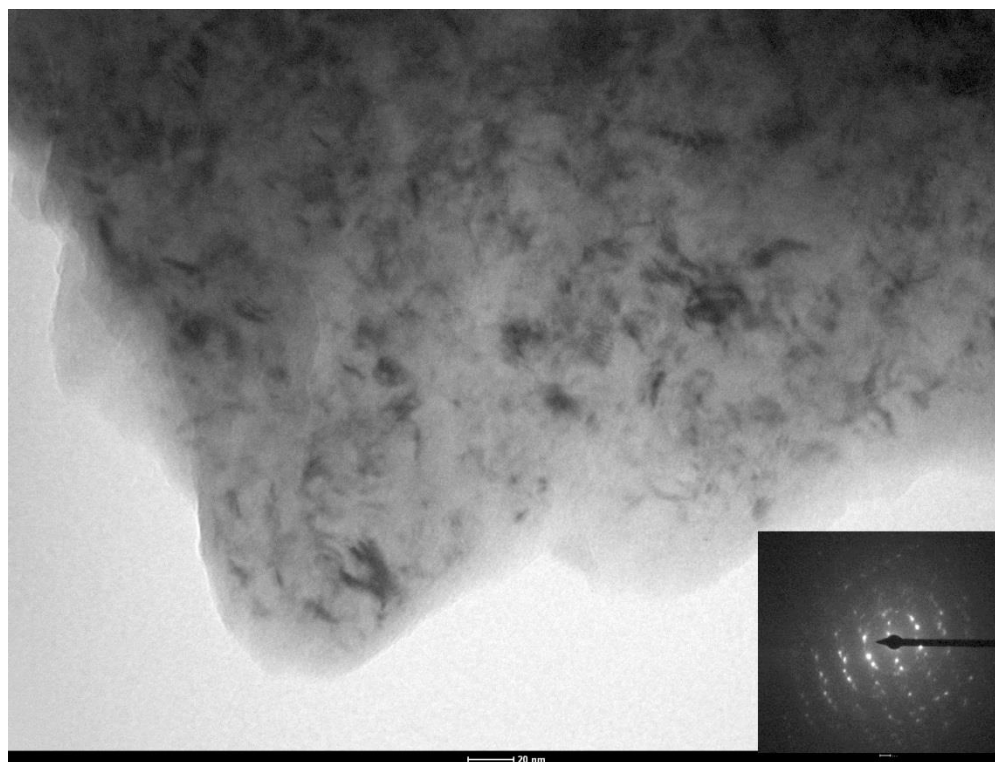
Fonte: Autor

Figura 52 Imagem de Microscopia eletrônica de Transmissão e difração de área selecionada da amostra recristalizada a 800°C.



Fonte: Autor

Figura 53 Imagem de Microscopia eletrônica de Transmissão e difração de área selecionada da amostra recristalizada a 850°C.

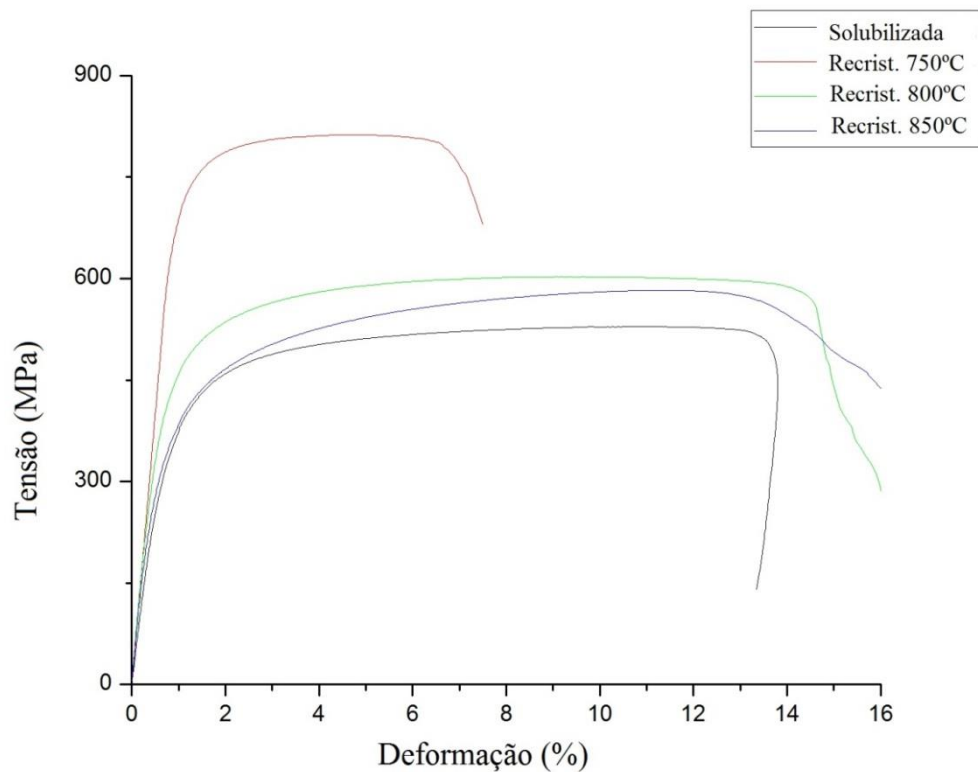


Fonte: Autor

4.4 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

Os gráficos obtidos pela realização do ensaio de resistência à tração pode ser observado na Figura 54. A partir deste ensaio é possível obter os valores de limite de resistência à tração, limite de resistência ao escoamento, módulo de elasticidade e deformação, os quais podem ser vistos na Tabela 1, comparados com os valores do Ti CP e da liga Ti-6Al-4V.

Figura 54 Curvas tensão-deformação obtidas para a liga Ti-30Ta e suas condições



Fonte: Autor

Tabela 1 Propriedades mecânicas do Ti CP, da liga Ti-6Al-4V e os valores obtidos para a liga Ti30Ta neste estudo.

	Ti30Ta Recristalizada					
	Ti CP	Ti-6Al-4V	Ti30Ta Solub.	750°C	800°C	850°C
LRT (MPa)	240-550	895-930	528	812	602	582
σ_e (MPa)	215-410	840-880	357	711	423	360
E (GPa)	103-104	110-114	48	80	67	51
ϵ (%)	15-24	6-10	13,2	6,8	14	14,8

Fonte: Autor

De acordo com Hao *et al.* (2003), o módulo de Young de um material é sensível ao módulo individual das fases presentes no material bem como à porcentagem em volume, orientação e razão de aspecto de precipitados mas não é sensível ao tamanho dos precipitados ou ao tamanho de grão da matriz. Zhou *et al.* (2004) apresentou que a fase α'' possui um módulo de Young maior que as fases α' e β , porém em materiais que são constituídos por duas ou mais fases o módulo de Young leva em consideração a porcentagem volumétrica das fases presentes, assim a amostra solubilizada possui um módulo de Young menor que as recristalizadas devido à presença somente da fase α'' , enquanto que a variação do módulo nas amostras recristalizadas está diretamente ligado à porcentagem volumétrica das fases α'' e α' presentes.

A partir dos resultados obtidos, pode-se observar que a liga Ti30Ta na condição solubilizada obteve os menores valores do limite de resistência à tração e menor módulo de elasticidade, com uma deformação elevada, um fato esperado pois a fase α'' apresenta valores inferiores de resistência mecânica quando comparados com os valores das outras condições com mais de uma fase, o que torna tal condição interessante para as aplicações biomédicas, pois estão mais próximas dos valores do osso humano do que o Ti CP e a liga Ti-6Al-4V. Como a recristalização é um processo dependente do tempo e da temperatura, se o tempo de tratamento for elevado a tendência é que os valores da resistência mecânica aumentem, devido ao aumento do tamanho dos grãos das fases com maiores resistências.

Os valores de microdureza podem ser observados na Tabela 2 onde pode-se observar mais uma vez a tendência dos valores serem inferiores na condição solubilizada e aumentarem com o aumento do tempo/temperatura de recristalização.

Tabela 2 Medidas de microdureza das amostras em suas condições

	Microdureza (HV)
Solubilizada	194
Recristalizada 750°C	282
Recristalizada 800°C	227
Recristalizada 850°C	213

Fonte: Autor

5 CONCLUSÕES

A partir da realização deste trabalho foi possível concluir:

- As análises de difração de raios X com variação de temperatura e DSC possibilitaram a determinação da temperatura de formação da fase β conhecida como temperatura β -transus, que ocorre próximo de 650°C.
- O forjamento rotativo não alterou as fases presentes na estrutura após o tratamento térmico de homogeneização, apenas acarretando numa deformação plástica severa dos grãos
- O tratamento térmico de solubilização removeu os efeitos de deformação provocados pelo forjamento rotativo na estrutura, formando novos grãos de uma nova fase, a fase matensítica α'' .
- Os tratamentos térmicos subsequentes de recristalização levaram à formação de mais uma fase, a fase α' , que, juntamente com a fase α'' , foi identificada pelas técnicas de difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão.
- Os ensaios mecânicos mostraram que houve um ganho significativo na resistência à tração para a amostra recristalizada a 750°C quando comparada às outras amostras porém houve também um aumento no módulo de elasticidade, o que é indesejado.
- Por meio do ensaio de Microscopia Eletrônica de Transmissão foi possível confirmar as fases detectadas pelo ensaio de Difração de raios X.
- A amostra solubilizada obteve o menor módulo de elasticidade, permanecendo a amostra mais indicada para uso em implantes biomédicos e um forte candidato à um processamento mecânico que eleve a resistência à tração sem alterar o módulo de elasticidade.

REFERÊNCIAS

ASM HANDBOOK, Vol. 09 Metallography and Microstructures, **ASM International The Materials Information Company**, 2004.

BANERJEE, S.; MUKHOPADHYAY, P. **Phase transformations: examples from titanium and zirconium alloys**. Elsevier, 2010.

BERTRAND, E.; CASTANY, P.; PÉRON, I.; GLORANT, T.; Twinning system selection in a metastable β -titanium alloy by Schmid factor analysis – **Scripta Materialia 64** - 2011

BIELER, T.R.;TREVINO, R.M.;ZENG, L. **Alloys: Titanium**. Estados Unidos Da América, Elsevier, 2005.

BIESIEKIERSKI, A; WANG, J; GEPREEL, M, A; WEN, C.; A new look at biomedical Ti-based shape memory alloys. - **Acta Biomaterialia 8** - 2012

BURKE, G. L. The corrosion of metals in tissues; and an introduction to tantalum – **The Canadian Medical Association Journal** – 1940

CONTIERI, R.J.; ZANOTELLO, M.; CARAM, R.; Recrystallization and grain growth in highly cold worked CP-Titanium – **Materials Science and Engineering A** - 2010

DONACHIE Jr., M. J. **Titanium a technical guide**. ASM International. 2000.

DU, Z.; XIAO, S.; XU, L.; TIAN, J.; KONG, F.; CHEN, Y.; Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of a new strength titanium alloy – **Materials and Design** - 2014

FARGHADANY, E.; ZAREI-HANZAKI, A.; ABEDI, H.R.; DIETRICH, D.; LAMPKE, T.; The strain accommodation in Ti-28Nb-12Ta-5Zr alloy during warm deformation – **Materials Science & Engineering A** - 2014

GEETHA, M., MUDALI, U. K., ASOKAMANI, R., RAJ. B.; Corrosion and microstructural aspects of titanium and its alloys as orthopaedic devices - **Corrosion Reviews Special Issue, v. 21** - 2003.

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 54** – 2009

GILL, P.; MUNROE, N.; PULLETIKURTHI, C.; PANDYA, S.; HAIDER, W.; Effect of manufacturing process on the biocompatibility and mechanical properties of Ti-30Ta alloy - **Journal of Materials Engineering and Performance** – 2011

GUNDEROV, D. V.; POLYAKOV, A. V.; SEMENOVA, I. P.; RAAB, G. I.; CHURAKOVA, A. A.; GIMALTDINOVA, E. I.; SABIROV, I.; SEGURADO, J.; SITDIKOV, V. D.; ALEXANDROV, I. V.; ENIKEEV, N. A.; VALIEV, R. Z.; Evolution of microstructure, macrotexture and mechanical properties of commercially pure Ti during ECAP-conform processing and drawing - **Materials Science and Engineering A** - 2013

GUO, W.Y.; XING, H.; SUN, J.; LI, X.L.; WU, J.S.; CHEN, R.; Evolution of microstructure and texture during recrystallization of the cold-swaged Ti-Nb-Ta-Zr-O alloy – **Metallurgical and Materials Transactions A** - 2008

HAO, Y.L.; NIINOMI, M.; KURODA, D.; FUKUNAGA, K.; ZHOU, Y.L.; YANG, R.; SUZUKI, A.; Aging response of the Young's Modulus and mechanical properties of Ti-23Nb-13Ta-4.6Zr for biomedical applications – **Metallurgical and Materials Transactions A** - 2003

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. 2^a ed. Oxford: Elsevier, 2004

INAMURA, T.; KINOSHITA, Y.; KIM, J.I.; KIM, H.Y.; HOSODA, H.; WAKASHIMA, K.; MIYAZAKI, S.; Effect of {001}<110> texture on superelastic strain of Ti-Nb-Al biomedical shape memory alloys – **Materials Science and Engineering A** - 2006

KOBAYASHI, E; WAMG, T. J.; DOI, H.; YONEYAMA, T.; HAMANAKA, H.; Mechanical properties and corrosion resistance of Ti-6Al-7Nb alloy dental castings – **Journal of Materials Science: Materials in Medicine 9** - 1998

KONATU, R.T.; ANÁLISE DA ROTA DE PROCESSAMENTO LIGA Ti-30Ta VISANDO APLICAÇÃO BIOMEDICA. 2013. 59f. **Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)**. Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2013.

LEAMONTH I.D.; Artificial joints: A biotechnological revolution - **Trauma and Orthopaedics** – 2005

LEYENS , C.; PETERS, M. **Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications**. 1^a ed.Alemanha: Weinheim – 2003

LI, S.; HAO, Y.; YANG, R.; CUI, Y.; NIINOMI, M.; Effect of Nb on Microstructural characteristics of Ti-Nb-Ta-Zr alloy for biomedical applications – **Materials Transactions** - 2002

LONG, M. ;RACK, H.J. - Titanium alloy in total joint replacement - **A materials science perspective** – 1998

LOPES, E.S.N.; CREMASCO, A.; AFONSO, C.R.M.;CARAM, R.- Effects of double aging heat treatment on the microstructure,Vickers hardness and elastic modulus of Ti–Nb alloys - **Materials characterization** – 2011

LÜTJERING, G.; WILLIAMS, J. C. **Titanium**. Berlin: Springer, 2003.

MARECI, D.; CHELAJU, R.; GORDIN, D.M.; UNGUREANU, G.; GLOREIANT, T. - Comparative corrosion study of Ti-Ta alloy for dental applications - **Acta Biomaterialia** 2009

MANTANI Y.TAJIMA.M, Phase transformation of quenched α'' martensite by aging in Ti-Nb Alloys, **Materials Science and Engineering A** - 2006

NAG, S. **Influence of Beta Instabilities on the Early Stages of Nucleation and Growth of Alpha in Beta Titanium Alloys**. 2008. 282 p. Tese (Doutorado) - Ohio State University, Ohio.

NAJDAHMAI, A.; ZAREI-HANZAKI, A.; FARGHADANI, E.; Mechanical properties enhancement in Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr alloy via heat treatment with no detrimental effect on its biocompatibility – **Materials and Design** - 2014

NIINOMI, M. Mechanical properties of biomedical titanium alloys. **Materials Science and Engineering A243** ,1998

NIINOMI, M; NAKAI, M. - Titanium-Based biomaterials for preventing stress shielding between implant devices and bone - **International journal of biomaterials** 2011

OEPPEN, J.; VAUPEL, J. W.; Broken limits to life expectancy. **Science's compass** - 2002

PADILHA, A. F.; SICILIANO Jr., F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. São Paulo: ABM, 2005

PRABHA A. J.; RAJU, S.; JEYAGANESH, B. ; RAI, A. K.; BEHERA, M.; VIJAYALAKSHMI, M.; PANEERSELVAM, G.; JOHNSON, I. - Thermodynamics of α'' - β phase transformation and heat capacity measurements in Ti-15at%Nb alloy - **Physica B** – 2011

ROODPOSHTI, P. S.; FARAHBAKHS, N.; SARKAR, A.; MURTY, K. L.; Microstructural approach to equal channel angular pressing of commercially pure titanium – A review – **Transactions of Nonferrous Metals Society of China** - 2015

SOUZA, K. A.; ROBIN, A. - Preparation and characterization of Ti-Ta alloys for application in corrosive media - **Materials letters** – 2003

SORDI, V. L.; FERRANTE, M.; KAWASAKI, M.; LANGDON, T.G.; Microstructure and tensile strength of grade 2 titanium processed by equal-channel angular pressing and by rolling – **Journal of Materials Science** - 2012

VANDERVOORT G.F. Metallography: Principles and Practice, **McGraw-Hill Book Co**, New York – 1984

ZHOU, Y. L.; NIINOMI, M.; AKAHORI, T.- Changes in mechanical properties of Ti alloys in relation to alloying additions of Ta and Hf - **Materials Science and Engineering A** – 2008

ZHOU, Y. L.; NIINOMI, M.; AKAHORI, T.- Decomposition of martensite α'' during aging treatments and resulting mechanical properties of Ti-Ta alloys - **Materials Science and Engineering A** - 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 A** – 2004

ZHOU, Y. L.; NIINOMI, M.; AKAHORI, T.; FUKUI, H.; TODA, H. Corrosion resistance and biocompatibility of Ti-Ta alloys for biomedical applications. **Materials Science and Engineering A** - 2005

ZHOU, Y. L.; NIINOMI, M.; AKAHORI, T.; NAKAI, M.; FUKUI, H.; Comparison of various properties between Titanium-Tantalum alloy and pure Titanium for biomedical applications – **Materials Transactions** – 2007