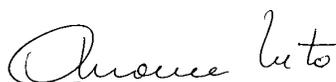


Tese apresentada à Divisão de Pós-Graduação do Instituto Tecnológico de Aeronáutica como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciência no Curso de Engenharia Aeronáutica e Mecânica, Área de Física e Química dos Materiais Aeroespaciais

HELENA MARQUES DA SILVA

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DAS LIGAS
Ti-8Nb-13Zr E Ti-18Nb-13Zr SOB DIFERENTES CONDIÇÕES
DE TRATAMENTOS TÉRMICOS**

Tese aprovada em sua versão final pelos abaixo assinados:



CARLOS DE MOURA NETO
Orientador



SANDRA GIACOMINI SCHNEIDER
Orientadora

Prof. Homero Santiago Maciel
Chefe da Divisão de Pós-Graduação

Campo Montenegro
São José dos Campos, SP – Brasil
2005

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DAS LIGAS
Ti-8Nb-13Zr E Ti-18Nb-13Zr SOB DIFERENTES CONDIÇÕES
DE TRATAMENTOS TÉRMICOS**

HELENA MARQUES DA SILVA

Composição da Banca Examinadora

Prof. Dr. Koshun Iha	Presidente – ITA
Prof. Dr. Carlos de Moura Neto	Orientador – ITA
Prof. Dr. ^a Sandra Giacomini Schneider	Orientadora – FAENQUIL
Prof. Dr. Francisco Cristóvão Lourenço de Melo	AMR – CTA
Prof. Dr. ^a Glória Dulce de Almeida Soares	UFRJ
Prof. Dr. Miguel Justino Ribeiro Barboza	FAENQUIL

*À Mamãe, Vera Lúcia,
quem sempre me deu muito apoio,
incentivo, dedicação e amor.
Agradeço por tudo que fez por mim
durante nossas vidas.
Te amo!*

AGRADECIMENTOS

A Deus pelo dom da vida.

Aos professores, Carlos de Moura Neto e Sandra Giacomini Schneider, pela orientação, incentivo na realização deste trabalho, confiança e pela oportunidade concedida.

À minha grande amiga Sandra, pela amizade, incentivo, confiança, paciência e pelos valiosos conselhos. Ressalto que seu apoio foi essencial não só para o desfecho deste trabalho, mas também para o meu desenvolvimento como ser humano.

À Capes, pela concessão da bolsa.

Ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais (Demar) da Faenquil, pela concessão dos equipamentos, laboratórios e materiais.

Aos professores doutores Miguel Justino e Sergio Schneider, pelo incentivo, amizade e pelas fundamentais discussões relacionadas a propriedades mecânicas e microestruturais.

Aos técnicos e funcionários do Demar/Faenquil. Em especial, ao técnico – mecânico Sr. Geraldo do Prado, pela amizade e principalmente pelo auxílio no desenvolvimento de todas as etapas experimentais deste estudo.

Às alunas de iniciação científica do Demar/Faenquil: Mariangela Rodrigues de Souza, pelo auxílio no estudo complementar de tratamento térmico de envelhecimento das ligas, e Marcela Munhoz Monteiro Novo, pela preparação do material para análises de raios-x.

À Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço do Centro Técnico Aeroespacial (AMR/ IAE/ CTA).

Aos técnicos, funcionários e amigos da AMR/CTA.

A todos os amigos que incondicionalmente deram-me muita força e apoio para conclusão deste trabalho.

À minha prima Regina Marques, que mesmo de longe acompanhou todos os meus passos dando-me apoio e incentivo.

*“Felicidade é a harmonia
entre o pensar, o dizer e o fazer”
Mahatma Gandhi*

RESUMO

Os biomateriais devem apresentar requisitos essenciais, tais como biocompatibilidade, biofuncionalidade, bioadesão, propriedades mecânicas compatíveis àquelas do osso, processabilidade, resistência à corrosão e capacidade para interagir com o osso e com outros tecidos. Os materiais metálicos mais comuns como biomateriais nos dias atuais são os aços inoxidáveis, as ligas à base de cobalto e à base de titânio. As ligas de titânio têm se destacado para a produção de implantes, devido ao seu baixo módulo elástico, à sua superior biocompatibilidade e resistência à corrosão quando comparadas com outros materiais metálicos convencionais. Dentre as ligas de titânio a Ti-6Al-4V ($\alpha+\beta$) é a mais utilizada, no entanto novas composições estão em desenvolvimento, com destaque para as ligas do tipo β por apresentarem baixo módulo elástico. O presente trabalho descreve os comportamentos mecânico e microestrutural de duas ligas de Ti do tipo β , Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, sob diferentes condições de tratamentos térmicos. As ligas foram obtidas por um processo de fusão em forno a arco com eletrodo não consumível em atmosfera de argônio, utilizando-se como material de partida chapas dos elementos Ti, Nb e Zr de pureza comercial. Sucessivas fusões permitiram a obtenção de materiais homogêneos com composição uniforme. As ligas foram submetidas a um tratamento térmico de solubilização a 1000°C/1h e resfriadas em água, para posterior forjamento rotativo a frio até o diâmetro final de 6,0 mm (redução em área de 89%). As barras obtidas sofreram tratamento de recozimento a 900°C/30min seguido de duas diferentes condições de resfriamento, em água e ao ar. Após tratamento de recozimento seguido de resfriamento em água, as ligas foram submetidas a tratamentos térmicos de envelhecimento. A caracterização microestrutural foi feita empregando-se microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios-X. Ambas as ligas na condição recozida a 900°C/30min seguida de resfriamento em água apresentaram microestruturas martensíticas α' . Enquanto que para a condição de recozimento seguida de resfriamento ao ar as ligas apresentaram microestrutura constituídas das fase α e β . A caracterização mecânica das ligas nas condições forjada, recozida e envelhecida consistiu em ensaios de tração uniaxial a temperatura ambiente e microdureza. Para a liga Ti-8Nb-13Zr os valores obtidos de limite de resistência, módulo de elasticidade e de alongamento encontram-se entre 742 a 875 MPa, 82 a 92 GPa e 8 a 17%, respectivamente. Para a liga Ti-18Nb-13Zr os valores obtidos dessas propriedades estão entre 714 a 860 MPa, 70 a 86 GPa e 7 a 35%. As ligas apresentaram comportamento não linear na região elástica e as curvas tensão *versus* deformação foram modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood. As superfícies de fratura, para ambas as ligas em todas as condições estudadas, apresentaram características de fraturas dúcteis, caracterizadas pela presença de *dimples*.

ABSTRACT

The biomaterials should present some essential features, such as biocompatibility, bioadhesion, compatible mechanical properties, processability, corrosion resistance and ability to interact with bone and other tissues. Nowadays the most common metals used as biomaterial are the stainless steel, Co and Ti based alloy. Ti alloys are widely used due to their outstanding properties, such as low elastic modulus, high strength, good corrosion resistance and enhanced biocompatibility, when compared to other conventional metallic materials. The main biomedical Ti alloy has been the Ti-6Al-4V ($\alpha+\beta$), nevertheless new compositions have been developed, specially the β type Ti due to their lower elastic moduli. The present work describes the microstructural and mechanical behavior of two new β -type titanium alloys, Ti-8Nb-13Zr and Ti-18Nb-13Zr, under different heat treatment conditionals. The alloys were produced from commercially pure materials (Ti, Nb and Zr) by arc melting under argon atmosphere and the melting was repeated to ensure chemical homogeneity. The alloys were solution treated at 1000°C/1h followed by water quenching. Next stage was the cold-working by swaging (89% plastic deformation), and in sequence the alloys were annealed at 900°C/30min followed by two different cooling conditionals, water quenching and air cooling. After the annealing followed by water quenching, the alloys were submitted to aging heat treatments. Microstructural analyses were performed using light microscopy, scanning electron microscopy (SEM) and x-ray diffraction. Both alloys annealed at 900°C/30min and water quenched presented martensitic α' microstructure. Whereas, the alloys annealed at 900°C/30min and air cooled presented microstructure constituted of α and β phases. Mechanical characterization of these alloys, swaged, annealed and aged, was based on tensile and microhardness tests. For the Ti-8Nb-13Zr, the obtained values of ultimate tensile strength, elastic modulus and elongation are between 742 to 875 MPa, 82 to 92 GPa, 8 to 17 %, respectively. For the Ti-18Nb-13Zr, the obtained values of these properties are between 714 to 860 MPa, 76 to 86 GPa, 7 to 35 %. The alloy showed a non-linear behavior at elastic region and the curves stress *versus* strain were modeled by the modified Ramberg-Osgood equation. The fracture surfaces, of the alloys in all studied conditionals, showed features of ductile fracture, characterized by dimples.

	Página
IV.2.3 - Conformação mecânica a frio.....	28
IV.3 - Caracterização microestrutural.....	30
IV.4 – Caracterização mecânica.....	32
V - RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	34
V.1 – Análise microestrutural.....	34
V.1.1 – Estrutura bruta de fusão das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr.....	34
V.1.2 – Estudo da condição de solubilização apropriada para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr.....	39
V.1.3 – Microestrutura das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr forjadas a frio.....	45
V.1.4 – Microestrutura das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min sob duas condições de resfriamento.....	46
V.1.4.1 – Recozidas a 900°C/30min resfriadas em água.....	46
V.1.4.2 – Recozidas a 900°C/30min e resfriadas ao ar.....	51
V.1.5 – Estudos das condições de envelhecimento apropriadas para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr.....	56
V.1.5.1 – Avaliação do resultado de microdureza das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr envelhecidas.....	58
V.2 – Análise do comportamento mecânico.....	64
V.2.1 – Avaliação das propriedades mecânicas da ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas condições: forjada, recozida e envelhecida.....	64
V.2.1.1 - Ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas condições: forjada e recozida.....	64
V.2.1.2 – Ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr envelhecidas.....	68
V.2.2 – Avaliação do comportamento mecânico na região elástica das ligas nas condições: forjada, recozida e envelhecida.....	70

	Página
V.2.3 – Avaliação dos resultados de microdureza da ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr.....	75
V.3 – Análise fractográfica das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr.....	76
V.3.1 - Análise fractográfica das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas seguintes condições:forjada e recozida..	76
V.3.2 - Análise fractográfica das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr envelhecidas.....	83
 VI - CONCLUSÕES	 89
 VII - PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS	 92
 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	 93
 ANEXO I - Curvas tensão <i>versus</i> deformação e propriedades mecânicas da ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas condições: forjada, recozida e envelhecida.....	 96
 ANEXO II - Curvas tensão <i>versus</i> deformação da região elástica modeladas segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas condições: recozida e envelhecida.....	 107
 APÊNDICE - Demonstração matemática do cálculo do parâmetro de Ramberg- Osgood (n).....	 112

LISTA DE FIGURAS

	Página
III - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	
Figura III.1 - Transformação de fase do titânio.....	8
Figura III.2 – Diagrama de fase estimado do Nb-Ti para 13% em peso de Zr a partir do diagrama de fases ternário Ti-Nb-Zr.....	12
Figura III.3 – Diagrama de fases esquemático de um pseudobinário do titânio e um estabilizador da fase β	13
Figura III.4 – Microestrutura Widmanstätten ($\alpha+\beta$): (A) colônia e (B) rede de basquete.....	15
Figure III.5 – Digrama esquemático da curva tensão(σ) <i>versus</i> deformação (ϵ) típica de um material com comportamento elástico não linear.....	17
Figura III.6 – Comparação dos módulos elásticos das ligas de Ti utilizadas em aplicações biomédicas.....	21
IV – PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	
Figura IV.1 – Fluxograma das etapas dos processamentos térmico e mecânico....	22
Figura IV.2 - Vista da câmara de fusão do forno a arco com eletrodo não consumível e cadinho refrigerado a água.....	24
Figura IV.3 – Vista geral da fusão lingote no forno a arco: (A) a região avermelhada – lingote, e a região mais clara – arco formado; (B) vista do lingote durante o resfriamento após o oitavo passe de fusão.....	25
Figura IV.4 – Lingote fundido: (A) no cadinho depois do resfriamento; (B) fora do forno.....	25
Figura IV. 5 – Representação das seções transversal e longitudinal do lingote.....	29
Figura IV. 6 – Desenho esquemático dos corpos de prova para ensaio de tração...	33
V – RESULTADOS E DISCUSSÕES	
Figura V.1 – Seção transversal dos lingotes das ligas em estudo, mostrando a região de contato com o cadinho durante a fusão.....	34

	Página
Figura V.2 – Micrografia óptica da estrutura bruta de fusão da liga Ti-8Nb-13Zr nas regiões: (A) superior, (B) central e (C) inferior..	36
Figura V.3 – Micrografia óptica da estrutura bruta de fusão da liga Ti-18Nb-13Zr nas regiões: (A) superior, (B) central e (C) inferior.	37
Figura V.4 – Micrografia eletrônica da estrutura bruta de fusão da liga Ti-8Nb-13Zr.....	38
Figura V.5 – Micrografia eletrônica da estrutura bruta de fusão da liga Ti-18Nb-13Zr.....	38
Figura V.6 – Micrografia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr tratada a 900°C/30min resfriada em água.....	40
Figura V.7 - Micrografia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr tratada a 900°C/30min resfriada em água.....	40
Figura V.8 – Micrografia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr tratada a 900°C/60min resfriada em água.....	41
Figura V.9 – Micrografia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr tratada a 900°C/60min resfriada em água.....	41
Figura V.10 – Micrografia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr tratada a 1000°C/30min resfriada em água.....	42
Figura V.11 – Micrografia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr tratada a 1000°C/30min resfriada em água.....	42
Figura V.12 – Micrografia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr tratada a 1000°C/60min resfriada em água.....	43
Figura V.13 – Micrografia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr tratada a 1000°C/60min resfriada em água.....	43
Figura V.14 – Micrografia (MEV) da liga Ti-8Nb-13Zr tratada a 1000°C/60min resfriada em água.....	44
Figura V.15 – Micrografia (MEV) da liga Ti-18Nb-13Zr tratada a 1000°C/60min resfriada em água.....	44
Figura V. 16 – Microscopia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr solubilizada forjada a rio: (A) seção longitudinal e (B) seção transversal.....	45

	Página
Figura V.17 – Microscopia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr solubilizada forjada a frio: (A) seção longitudinal e (B) seção transversal.....	46
Figura V.18 – Microscopia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água.....	47
Figura V.19 – Microscopia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água.....	47
Figura V.20 – Micrografia (MEV) da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°/30min resfriada em água.....	48
Figura V.21 – Micrografia (MEV) da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°/30min resfriada em água.....	48
Figura V.22 – Difratoograma da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água (WQ).....	50
Figura V.23 – Difratoograma da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água (WQ).....	51
Figura V.24 – Microscopia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.....	52
Figura V.25 – Microscopia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.....	52
Figura V.26 – Micrografia (MEV) da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.....	53
Figura V.27 – Micrografia (MEV) da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.....	53
Figura V.28 – Difratoograma da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar (AC).....	55
Figura V.29 – Difratoograma da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar (AC).....	56
Figura V.30 – Micrografia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C, 500°C e 600°C por 1h, 3h, 6h.....	57
Figura V.31 – Micrografia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C, 500°C e 600°C por 1, 3 e 6h.....	58

	Página
Figura V.32 – Variação da microdureza Vickers em função do tempo e temperatura do tratamento de envelhecimento, para a liga Ti-8Nb-13Zr.....	60
Figura V.33 – Variação da microdureza Vickers em função do tempo e temperatura do tratamento de envelhecimento, para a liga Ti-18Nb-13Zr.....	60
Figura V. 34 - Micrografia obtida por MEV da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a: (A) 400°C/6h e (B) 500°C/6h.....	61
Figura V. 35 - Micrografia obtida por MEV da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a: (A) 400°C/6h e (B) 500°C/3h.....	61
Figura V.36 – Difrátograma da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h.....	62
Figura V.37 – Difrátograma da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 500°C/6h.....	63
Figura V.38 – Difrátograma da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h.....	63
Figura V.39 – Difrátograma da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 500°C/3h.....	63
Figura V.40 – Curvas tensão <i>versus</i> deformação para a liga Ti-8Nb-13Zr na condições: forjada a frio, recozida 900°C/30min resfriada em água (WQ) e ao ar (AC).....	65
Figura V. 41 – Curvas tensão <i>versus</i> deformação para a liga Ti-18Nb-13Zr na condições: forjada a frio, recozida 900°C/30min resfriada em água (WQ) e ao ar (AC).....	66
Figura V.42 – Curvas tensão <i>versus</i> deformação da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecidas a 400°C/6h e 500°C/6h.....	68
Figura V.43 – Curvas tensão <i>versus</i> deformação da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecidas a 400°C/6h e 500°C/3h.....	69
Figura V.44 – Curvas tensão <i>versus</i> deformação até 2% da deformação total das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min resfriadas em água (WQ).....	71
Figura V.45 – Módulo tangente <i>versus</i> tensão das ligas: (A) Ti-8Nb-13Zr e (B) Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min resfriadas em água (WQ), ao ar (AC), envelhecidas a 400°C/6h, 500°C/6h e 500°C/3h.....	73

	Página
Figura V.46 – Módulo secante <i>versus</i> tensão das ligas: (A) Ti-8Nb-13Zr e (B) Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min resfriadas em água (WQ), ao ar (AC), envelhecidas a 400°C/6h, 500°C/6h e 500°C/3h.....	74
Figura V.47 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr forjada a frio: região central do corpo – de – prova.....	77
Figura V.48 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr forjada a frio: região periférica do corpo – de – prova.....	78
Figura V.49 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr forjada a frio: região central do corpo – de – prova.....	78
Figura V.50 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr forjada a frio: região periférica do corpo – de – prova.....	79
Figura V.51 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água: região central do corpo – de – prova.....	79
Figura V.52 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água: região periférica do corpo – de – prova.....	80
Figura V.53 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água: região central do corpo – de – prova.....	80
Figura V.54 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água: região periférica do corpo – de – prova.....	81
Figura V.55 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar: região central do corpo – de – prova.....	81
Figura V.56 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar: região periférica do corpo – de – prova.....	82
Figura V.57 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar: região central do corpo – de – prova.....	82
Figura V. 58 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar: região periférica do corpo – de – prova.....	83
Figura V.59 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h: região central do corpo – de – prova.....	84
Figura V.60 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h: região periférica do corpo – de – prova.....	85

	Página
Figura V.61 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 500°C/6h: região central do corpo – de – prova.....	85
Figura V.62 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 500°C/6h: região periférica do corpo – de – prova.	86
Figura V.63 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h: região central do corpo – de – prova.....	86
Figura V.64 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h: região periférica do corpo – de – prova.....	87
Figura V.65 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 500°C/3h: região central do corpo – de – prova.....	87
Figura V.66 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 500°C/3h: região periférica do corpo – de – prova.....	88

ANEXO I

Figura 1 – Curvas tensão x deformação para a liga Ti-8Nb-13Zr na condição forjada a frio.....	97
Figura 2 – Curvas tensão x deformação para a liga Ti-18Nb-13Zr na condição forjada a frio.....	98
Figura 3 – Curvas tensão x deformação para a liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água.....	99
Figura 4 – Curvas tensão x deformação para a liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água.....	100
Figura 5 – Curvas tensão x deformação para a liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.....	101
Figura 6 – Curvas tensão x deformação para a liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.....	102
Figura 7 - Curvas tensão x deformação da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400° C/6h.	103
Figura 8 - Curvas tensão x deformação da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 500° C/6h.....	104

	Página
Figura 9- Curvas tensão x deformação da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400° C/6h.....	105
Figura 10 - Curvas tensão x deformação da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 500° C/3h.....	106
 ANEXO II	
Figura 1 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min e resfriada em água (WQ).....	108
Figura 2 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min e resfriada em água (WQ).....	108
Figura 3 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min e resfriada ao ar (AC).....	109
Figura 4 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min e resfriada ao ar (AC).....	109
Figura 5 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h.....	110
Figura 6 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 500°C/6h.....	110
Figura 7 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h.....	111
Figura 8 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 500°C/3h.....	111
 APÊNCIE	
Figura 1 - Curva tensão versus deformação, em escala logarítmica	113

LISTA DE TABELAS

	Página
III - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	
Tabela III.1 - Propriedades mecânicas do Ti puro em função de sua pureza.....	8
Tabela III.2 – Propriedades físicas dos elementos Ti, Nb e Zr.....	11
Tabela III.3 - Ligas de Ti desenvolvidas para aplicação como material de implante cirúrgico.....	19
IV – PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	
Tabela IV.1 - Análise química dos materiais de partida, Ti, Nb e Zr.....	23
Tabela IV. 2 – Dados do forjamento rotativo da liga Ti-8Nb-13Zr a partir do diâmetro inicial de 18,0 mm.....	30
Tabela IV. 3 – Dados do forjamento rotativo da liga Ti-18Nb-13Zr, a partir do diâmetro inicial de 18,0 mm.....	30
V – RESULTADOS E DISCUSSÕES	
Tabela V.1 – Valores de 2θ e respectivas distâncias interplanares $d(\text{Å})$ das reflexões hkl das fases α ou α' (hc) e β (ccc).....	50
Tabela V.2 – Valores médios de microdureza Vickers e seus respectivos desvios padrões em função do tempo e temperatura do tratamento de envelhecimento para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr.....	59
Tabela V.3 – Propriedades mecânicas da liga Ti-8Nb-13Zr na condições: forjada a frio, recozida 900°C/30min resfriada em água (WQ) e ao ar (AC).....	65
Tabela V.4 – Propriedades mecânicas da liga Ti-18Nb-13Zr na condições: forjada a frio, recozida 900°C/30min resfriada em água (WQ) e ao ar (AC).....	66
Tabela V.5 – Propriedades mecânicas das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr envelhecidas nas condições especificadas.....	69
Tabela V.6 - Propriedades mecânicas das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr....	71
Tabela V.7 - Valores de microdureza (HV) para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr.....	75

	Página
ANEXO I	
Tabela 1 – Propriedades mecânicas da liga Ti-8Nb-13Zr na condição forjada a frio.....	97
Tabela 2 – Propriedades mecânicas da liga Ti-18Nb-13Zr na condição forjada a frio.....	98
Tabela 3 – Propriedades mecânicas da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água.....	99
Tabela 4 – Propriedades mecânicas da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água.....	100
Tabela 5 – Propriedades mecânicas da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.....	101
Tabela 6 – Propriedades mecânicas da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.....	102
Tabela 7 - Propriedades da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400° C/6h.....	103
Tabela 8 - Propriedades da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 500° C/6h.....	104
Tabela 9 - Propriedades da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400° C/6h.....	105
Tabela 10 - Propriedades da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 500° C/3h.....	106

I. - INTRODUÇÃO

O titânio e suas ligas são materiais relativamente novos em engenharia, cuja produção industrial teve início na década de 50. Possuem uma extraordinária combinação de propriedades, dentre as quais: resistência mecânica, ductilidade e resistência à corrosão. Tais características favorecem a utilização dessas ligas em diversos setores das indústrias química, petrolífera, naval e aeroespacial. Por apresentarem excelente relação resistência/massa específica estão entre os materiais mais adequados ao emprego estrutural, especialmente em situações em que a redução do peso de um componente é um fator crítico. Outras aplicações para o titânio e suas ligas compreendem as áreas de equipamentos esportivos e implantes (Eylon et al.,1993; Callister, 2002).

A seleção e a avaliação de um material ou dispositivo para implante envolvem um estudo detalhado das propriedades físicas e biológicas do mesmo além do processo de manufatura a que deve ser submetido. A sofisticação dos implantes e próteses, nos últimos anos, impõe uma crescente demanda de materiais que reunam ao mesmo tempo exigências de compatibilidade entre o material e o ambiente da vizinhança; propriedades físicas e químicas necessárias para desempenhar a função; e fabricação e substituição relativamente fácil do componente.

Devido ao conjunto de propriedades, tais como, baixo módulo de elasticidade, boa resistência à fadiga, plasticidade, usinabilidade, resistência à corrosão e biocompatibilidade, consideradas adequadas para aplicação na área biomédica, o titânio e suas ligas, quando comparadas com outros materiais metálicos convencionais como aço inoxidável e ligas de Cr-Co (Long, 1998; Wang, 1996), são especialmente utilizados em reposição do tecido duro, aplicações cardíacas e cardiovasculares. Entretanto, não reúnem todos os requisitos clínicos necessários.

A liga de titânio de maior destaque em aplicações ortopédicas é a Ti-6Al-4V ELI (*Extra Low Intersticial*) (Okazaki et al., 1998), apesar de originalmente desenvolvida para a indústria aeroespacial. Este fato está associado a questões econômicas uma vez que a demanda do mercado reduz o custo do produto final. Contudo, a dissolução dos íons Al e V observada em ensaios de desgaste em meio fisiológico traz alguma restrição ao uso extensivo desta liga na área biomédica (Khan et al., 1999). Por este motivo, consideráveis esforços são feitos para desenvolver ligas biomédicas que apresentem baixo módulo (mais próximo ao do osso 40GPa) e elementos considerados não tóxicos. Neste sentido, as ligas do sistema Ti-Nb-Zr, ricas em β , apresentam-se como as mais promissoras para aplicação como implantes médicos (Zardiackas et al., 1996; Geetha et al., 2004-A). As relações entre propriedades, microestrutura e composição são pouco entendidas nas ligas do sistema Ti-Nb-Zr, sendo necessária a seleção de uma quantidade ótima de Nb e Zr para otimizar resistência mecânica e módulo de elasticidade.

É de grande interesse, portanto, o estudo do comportamento mecânico desses materiais, relacionando-o à microestrutura e aos processamentos térmico e mecânico, de forma a serem obtidos produtos com compatibilidade biológica e com propriedades mecânicas para o emprego a que se destinam.

II - OBJETIVOS

O presente trabalho tem os seguintes objetivos:

1. Produzir por fusão a arco as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, visando aplicações biomédicas. Essas composições foram escolhidas com base na variação do percentual de Nb para a liga Ti-13Nb-13Zr;
2. Caracterizar as microestruturas obtidas em todas as condições durante o processamento termomecânico das ligas;
3. Avaliar o comportamento mecânico destas ligas, por meio de ensaio de tração uniaxial, sob diferentes condições de tratamentos térmicos: forjada, recozida e envelhecida; e
4. Comparar as propriedades mecânicas obtidas com as ligas de titânio mais utilizadas como biomateriais.

III - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

III.1 - Biomateriais

De acordo com a definição de Park, denominam-se biomateriais tudo que, de modo contínuo ou intermitente, entra em contato com fluídos corpóreos, mesmo que esteja localizado fora do corpo (Boschi, 1996).

A introdução dos biomateriais na história ocorreu anos antes de Cristo, já que há registros de que os Romanos, Chineses e Astecas usavam ouro na odontologia há mais de 2000 anos. Sabe-se que olhos de vidro e dentes de madeira e de animais também eram utilizados. A partir da virada deste milênio, plásticos sintéticos tornaram-se disponíveis, e também foram utilizados como biomaterial (Ratner et al., 1996).

Desde então estudos para obtenção de materiais para serem aplicados em reposições dentais e ortopédicas, sistemas cardiovasculares e lentes intraoculares são realizados, visando sempre garantir boa interação entre o implante e o meio receptor. Para isto, os biomateriais devem apresentar requisitos essenciais, tais como biocompatibilidade, biofuncionalidade, bioadesão, propriedades mecânicas compatíveis àquelas do osso, processabilidade, resistência à corrosão e capacidade para interagir com o osso (osseointegração) e outros tecidos (Ratner et al., 1996; Choubey et al., 2004).

Os implantes são dispositivos que precisam ser colocados em contato direto com o interior do corpo visando restabelecer (ou auxiliar no cumprimento de) determinadas funções total ou parcialmente perdidas. Estes são utilizados com o objetivo de substituir o elemento responsável pela perda da função, que não pode ser recuperado (Boschi, 1996).

III.1.1 - Classificação dos biomateriais

Os biomateriais podem ser classificados baseados em dois itens: tipos de resposta biológica emitidas quando implantados e interação a longo prazo que desenvolve com o tecido hospedeiro, os quais estão relacionados aos tipos de atividade biodinâmica. Os três principais tipos de atividade biodinâmica são (Sykaras et al., 2000):

1. Biotolerância;
2. Bioinércia, e
3. Bioatividade.

Materiais biotolerantes são aqueles que não são necessariamente rejeitados quando implantados em tecido vivo, mas são envolvidos por uma camada fibrosa no formato de uma cápsula. Materiais bioinertes permitem aposição próxima do osso em suas superfícies, levando ao contato osteogênico. Materiais bioativos também permitem a formação de um novo osso em sua superfície, mas a troca iônica com o tecido hospedeiro leva a formação de uma ligação química juntamente com a interface (ligação osteogênica). Materiais bioinertes e bioativos são também chamados de osteocondutivos, ou seja, permitem o crescimento ósseo em suas superfícies (Sykaras et al., 2000).

Os diferentes níveis de biocompatibilidade enfatizam o fato de que nenhum material é completamente aceito pelo ambiente biológico. Para otimizar o desempenho biológico estruturas artificiais devem ser selecionadas visando minimizar a resposta biológica negativa do meio hospedeiro (Sykaras et al., 2000).

III.1.2 - Materiais metálicos utilizados como biomateriais

São utilizados diversos dispositivos a partir de metais, cerâmicas, polímeros e compósitos. Os materiais metálicos mais utilizados nos dias atuais são os aços inoxidáveis, as ligas à base de cobalto e à base de titânio (Ratner et al., 1996).

As ligas de titânio têm se destacado para a produção de implantes, devido à sua superior biocompatibilidade e resistência à corrosão quando comparadas com outros materiais metálicos convencionais (Long, 1998; Wang, 1996).

A superior biocompatibilidade de ligas de titânio está relacionada com a excelente interação com o fluido biológico através de sua camada de óxido estável (TiO₂). Este fato é devido à alta passividade, espessura controlada (2 – 10nm), formação rápida (10⁻⁹ s), habilidade em reparar instantaneamente se danificada, resistência ao ataque químico, atividade catalítica para um número de reações químicas, e módulo elástico da camada de óxido compatível com o do osso (Sykaras et al., 2000).

III.2 - O elemento titânio

III.2.1 - Histórico

O titânio foi descoberto em 1791 por William Gregor quando investigava a areia magnética (menachanite) existente em Menachan na Cornualha. Denominou-o "menachin".

Três anos mais tarde, M. H. Klaproth descobriu o que supunha ser uma nova terra no rutilo. Chamou-lhe "titânio" (do latim *titans*, os filhos da Terra) e mostrou que era idêntico ao "menachin" de Gregor. O metal foi pela primeira vez isolado numa forma impura por J. J.

Berzelius em 1825. Hunter preparou titânio puro em 1910 aquecendo tetracloreto de titânio e sódio numa bomba de aço.

O titânio não aparece livre na natureza. No entanto, combinado com outros elementos é bastante abundante, aparecendo em pequenas quantidades na maioria das rochas eruptivas, sedimentares e metamórficas.

Obtém-se titânio comercialmente pela redução de tetracloreto de titânio com magnésio. O titânio forma importantes ligas, como as de ferro, de alumínio, de molibdênio e de manganês, que são usadas em mísseis e naves espaciais, devido a sua resistência a temperaturas elevadas. Os principais compostos de titânio são o dióxido (TiO_2), usado na fabricação de pigmentos brancos, base para diversos tipos de tinta; e o tetracloreto de titânio (TiCl_4), empregado por sua rápida hidrólise (captação de água), para criar cortinas de fumaça (Barksdale, 1966).

III.2.2 - Propriedades físicas e mecânicas do titânio

O titânio é um elemento alotrópico, ou seja, existe em mais de uma forma cristalina. À temperatura ambiente sua estrutura cristalina é hexagonal compacta (hc) e é conhecida como fase α . Esta estrutura se transforma em cúbica de corpo centrado (ccc), conhecida como fase β , a 883°C (Figura III.1).

O elemento titânio possui peso específico igual a $4,51\text{g/cm}^3$, temperatura de fusão igual 1670°C e módulo de elasticidade próximo de 115GPa .

O titânio pode ser dividido em função da sua pureza, variando do grau 1 ao 4, a Tabela III.1 apresenta as composições de cada grau e as respectivas propriedades mecânicas (ASM, 1997). Quanto mais impureza o Ti apresenta, maior o valor de limite de resistência e menor o de alongamento. O módulo elástico não apresenta uma variação significativa em função da

pureza do material

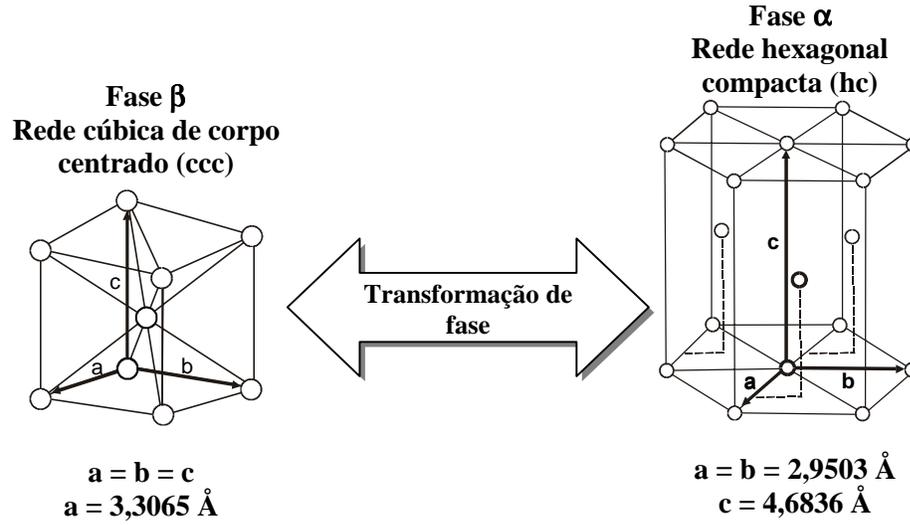


Figura III.1 – Transformação de fase do titânio.

Tabela III.1 - Propriedades mecânicas do Ti comercialmente puro em função de sua pureza (ASM, 1997).

Graus do Ti puro	% Ti	Limite de Resistência (MPa)	Limite de Escoamento (MPa)	Alongamento (%)	Módulo Elástico (GPa)
Grau 1	99,5	240	170	24	102,7
Grau 2	99,2	345	275	20	102,7
Grau 3	99,1	450	380	18	103,4
Grau 4	99,0	550	485	15	104,1

III.3 - Ligas de titânio

As ligas de titânio possuem potencial para aplicações estruturais, automobilística, dental e biológica. No entanto, é necessário que as propriedades mecânicas, assim como resistência, ductilidade, tenacidade, resistência à fratura e características de propagação de trincas, sejam avaliadas antes que essas ligas possam ser efetivamente utilizadas (Niinomi, 1998).

Tratamentos térmicos e processamentos mecânicos são métodos eficazes para

controlar a microestrutura dessas ligas (Niinomi, 1998). Sendo as propriedades mecânicas fortemente relacionadas com a microestrutura da liga, é importante entender a relação existente entre elas, a fim de se processar ligas eficientes para cada aplicação.

As ligas de titânio podem ser divididas em categorias baseadas nas fases presentes em suas microestruturas; os tipos de liga são: α , $\alpha+\beta$ e β . Ademais, ligas do tipo próximo de α (*near α*) existem entre ligas do tipo α e $\alpha+\beta$, e próximo de β (*near β*) entre as do tipo $\alpha+\beta$ e β (Niinomi, 1998).

Estas categorias estão definidas em função da quantidade de estabilizador presente na composição da liga. Os elementos adicionados em ligas de titânio podem ser divididos em dois grupos: estabilizadores α e β . Os estabilizadores α são Al, O, N e C; os estabilizadores β classificam-se como isomorfos (Mo, V, Nb, Ta e W) e eutetóides (Fe, Cr, Si, Ni, Co, Cu e Mn) (Bania, 1994).

A fase α (hexagonal compacta - hc) é mais resistente, principalmente quando a liga é submetida a um esforço constante sob temperatura elevada (fluência), porém é menos dúctil do que a fase β (cúbica de corpo centrado – ccc). No entanto, em comparação com outros materiais puros de estrutura hc, como por exemplo Mg e Zn, o Ti α é relativamente mais dúctil devido à baixa relação entre a altura (c) e a aresta (a) da célula unitária ($c/a = 1,5875$), já que para os elementos Mg e Zn essa relação é igual a 1,6236 e 1,8576, respectivamente (Borradaile; Jeal, 1980).

Ligas de Ti tipo β apresentam um número de vantagens sobre outros sistemas de ligas de Ti. Ao contrário das ligas $\alpha+\beta$, as ligas β podem ser facilmente solubilizadas no campo β e envelhecidas a fim de se obter uma dispersão uniforme de precipitados. Além disso, processos de deformação a frio ou a quente podem ser utilizados para modificar o comportamento de precipitação na fase β metaestável resultando numa maior densidade de precipitados finos. O mecanismo de deformação em ligas de Ti pode variar muito, dependendo da composição

específica da liga e do tamanho do grão. Estes mecanismos incluem escalagem a temperaturas elevadas, escorregamento de discordâncias e maclação (Karasevskaya et al., 2003).

Além das vantagens anteriormente descritas, as ligas de Ti do tipo β também são destacadas devido à superior resistência à corrosão, quando comparadas às do tipo $\alpha+\beta$. Dentre as ligas do tipo β , as solubilizadas exibem superior resistência à corrosão em relação às envelhecidas. Este fato está relacionado com a precipitação de mais uma fase (α) durante o envelhecimento.

III.3.1 - Ligas de titânio para aplicação como biomaterial

O titânio comercialmente puro (CP) e a liga Ti-6Al-4V ($\alpha+\beta$) têm sido usados extensivamente como implantes biomédicos nas recentes décadas (Davidson et al., 1994). A liga Ti-6Al-4V foi desenvolvida visando aplicações nas indústrias aeronáutica e naval, devido à elevada resistência específica, capacidade de conformação plástica, estabilidade estrutural e à corrosão. Apesar dessas vantagens, considerável controvérsia foi levantada sobre seu desempenho em dispositivos médicos que envolvem longo tempo de utilização. Isto se deve principalmente ao alto módulo de elasticidade que a liga apresenta (aproximadamente 120 GPa) quando comparado ao do osso (17 – 30GPa) e à liberação de íons de Ti, Al e V e suas deposições nos tecidos, órgãos e fluidos corpóreos. O elemento V contido nesta liga foi associado com potenciais efeitos citotóxicos e reações adversas do tecido. Ademais, o Al presente nesta liga pode estar associado a doenças neurológicas (Geetha et al., 2004B). Além disso, experiência de utilização em longo prazo indica que altos módulos em implantes Ti do tipo $\alpha+\beta$ transferem carga insuficiente para o osso adjacente remodelado resultando na resorção do osso e eventual perda do dispositivo implantado (Geetha et al., 2004B).

Por essas razões, ligas de Ti $\alpha+\beta$ isentas de V, assim como Ti-6Al-7Nb e Ti-5Al-2,5Fe, foram desenvolvidas visando aplicações biomédicas. Em seqüência, ligas isentas de Al e V, assim como Ti-15Sn-4Nb-2Ta-0,2Pd e Ti-15Zr-4Nb-4Ta-0,2Pd, também foram desenvolvidas. No entanto, estas ligas apresentam módulos de elasticidade ainda altos quando comparados ao do osso (Niinomi, 1998).

Novas ligas de aplicação biomédica, contendo elementos não tóxicos, tais como Ti, Nb, Ta e Zr, têm sido estudadas ultimamente objetivando uma melhor compatibilidade química e mecânica. Considerando estes fatos, as ligas do sistema Ti-Nb-Zr, ricas em β , são consideradas como melhores substitutas dos materiais convencionais, tais como os aços inoxidáveis, as ligas à base de cobalto e a liga Ti-6Al-4V (Geetha et al., 2004A).

A Tabela III.2 apresenta algumas propriedades físicas dos elementos Ti, Nb e Zr (ASM, 1997).

Tabela III.2 – Propriedades físicas dos elementos Ti, Nb e Zr (ASM, 1997).

Propriedades Físicas	Aresta da célula unitária – a (Å)	Altura da célula unitária – c (Å)	Peso específico (g/cm³)	Temperatura de fusão (°C)
Ti α	0,29503	0,46836	4,51	1670
Ti β	0,33065	-		
Nb	0,33007	-	8,57	2469
Zr α	0,32317	0,51476	6,49	1855
Zr β	0,36090	-		

A presença do Nb em ligas de Ti reduz o módulo de elasticidade das mesmas, além disso, a presença da fase β na microestrutura aumenta a capacidade da liga de endurecer sob subsequente envelhecimento (Geetha et al., 2004A).

Por outro aspecto, a adição do Zr resulta em alta compatibilidade sanguínea, quando usada em implantes cardiovasculares, e conduz a uma melhor resistência à corrosão devido à formação de uma camada de óxido estável (ZrO₂). Considerando que o sistema Ti-Nb-Zr é a

melhor opção para fabricação de implantes, é essencial obter-se a quantidade ótima dos elementos Nb e Zr visando garantir excelentes propriedades mecânicas (Geetha et al., 2004A).

A Figura III.2 apresenta o diagrama de fases estimado do Ti-Nb para 13% em peso de Zr a partir do diagrama de fases ternário Ti-Nb-Zr. Observa-se que a temperatura de equilíbrio de transição $\beta \rightarrow \alpha$ é 735°C para a liga Ti-13Nb-13Zr. Para condições de resfriamento mais rápida, ao ar, a temperatura de transição decresce para 575°C. Quando o resfriamento é ainda mais rápido, em água, a transformação $\beta \rightarrow \alpha$ inicia-se em 550°C (M_i) e termina em 485°C (M_f), ficando mais próximas uma da outra, ocorrendo uma transformação para a estrutura não estabilizada α - primário (α') martensítico (hc) (Davidson et al., 1994).

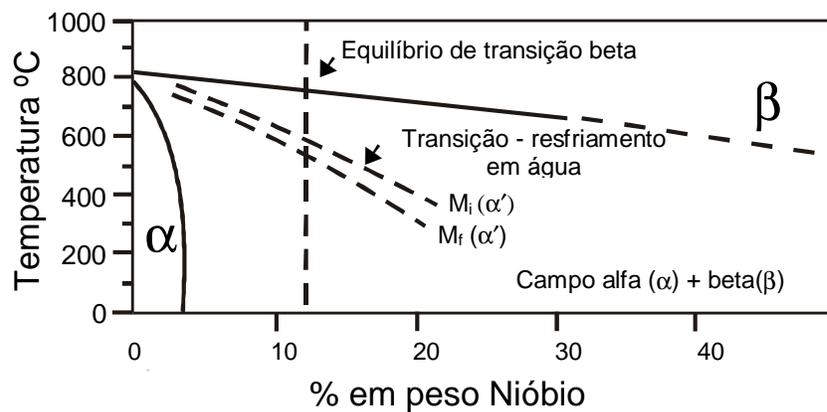


Figura III.2 – Diagrama de fase estimado do Nb-Ti para 13% em peso de Zr a partir do diagrama de fases ternário Ti-Nb-Zr (Davidson et al., 1994).

III.3.2 - O efeito do processamento e do tratamento térmico na microestrutura

As propriedades mecânicas e microestruturais de ligas de titânio são fortemente dependentes do histórico do processamento e tratamento térmico.

Uma liga de Ti é considerada β quando possui uma quantidade suficiente de

estabilizador β para reter 100% de β sob resfriamento rápido a partir de uma temperatura acima da temperatura β *transus* (Long, 1998).

A Figura III.3 apresenta um diagrama de fases esquemático de um pseudobinário do titânio e um estabilizador da fase β (Murakami, 1980).

As ligas do tipo β podem ser classificadas como metaestável ou estável, de acordo com a quantidade do estabilizador. Quando esta se encontra entre nível mínimo de quantidade β (β_c) e o ponto estável (β_s) a liga é considerada metaestável, pois uma outra fase pode ser precipitada após tratamento térmico de envelhecimento. Enquanto que, a liga é tida como estável quando a quantidade do estabilizador é maior que β_s , ou seja, não há precipitação de nenhuma outra fase após tratamento de envelhecimento ou longo tempo de utilização da liga.

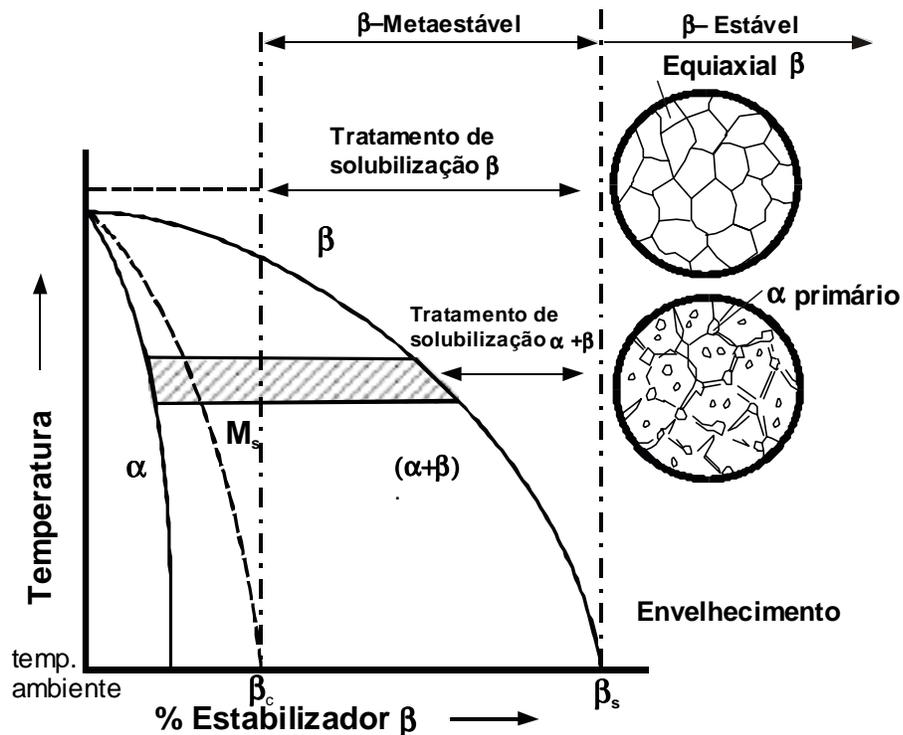


Figura III.3 – Diagrama de fases esquemático de um pseudobinário do titânio e um estabilizador da fase β (Murakami, 1980 adaptada e Schneider, 2001).

Quando uma liga β metaestável é submetida a um tratamento de solubilização β , ou seja, tratada a uma temperatura superior a β *transus*, a microestrutura é composta totalmente de grãos equiaxiais β . Enquanto que para um tratamento de solubilização $\alpha+\beta$ (temperatura abaixo de β *transus*) a microestrutura é constituída de uma matriz β com precipitados e contornos de grão compostos de α primária.

Ligas com composições à direita de β_c não apresentam formação de estrutura martensítica (α') após resfriamento rápido. Caracterizando assim uma quantidade limite de estabilizador β que permite a transformação martensítica (M_S).

No resfriamento a fase β pode se transformar martensiticamente em α ou no resfriamento mais lento pode se transformar por nucleação e crescimento em $\alpha+\beta$ (Widmanstätten). A fase β transformada refere-se a regiões que foram fase β à temperatura de solubilização, de recozimento, ou à temperatura final da operação de deformação a quente e também pode ter uma morfologia variada que depende primeiramente da taxa de resfriamento e da composição (Borradaile; Jeal, 1980).

A fase β metaestável em subsequente envelhecimento decompõe-se em precipitados α , os quais dão incrementos úteis na resistência do material. Quanto mais fraco for o estabilizador β , maior será o volume da fração de α , que pode ser precipitado e maior a resistência que será alcançada. Em temperaturas mais baixas, pode ocorrer a decomposição para a fase ω a qual é geralmente limitada a ligas com pouca quantidade de estabilizador β (Borradaile; Jeal, 1980). Um exemplo da reação de separação de fase em ligas de Ti ricas em β pôde ser evidenciado por estudos realizados por Yang e Zhang (2004), os quais demonstram que a liga Ti-30Zr-10Nb-10Ta tratada termicamente sob baixas temperaturas (300 – 650°C) apresentam decomposição da fase β metaestável nas seguintes fases: β - Ti e β - Zr, ambas com estruturas cristalinas cúbicas de corpo centrado (ccc) (Yang; Zhang, 2004).

A fase martensítica α' em subsequente envelhecimento decompõe-se em precipitados β , os quais dão incrementos úteis na resistência do material. A fase α' é difícil de formar seções grosseiras devido à baixa condutividade térmica do titânio. Além disso, também é difícil formar esta fase em ligas pobres de estabilizadores β porque a cinética da competitiva nucleação Widmanstätten e o mecanismo de crescimento são mais rápidos (Borradaile ; Jeal, 1980).

Widmanstätten $\alpha+\beta$ pode ter diversas variações morfológicas. O resfriamento lento favorece a formação de colônias de plaquetas alinhadas de α em conjunto com β inicial, de modo similar, e contorno de grão α , enquanto que o resfriamento mais rápido e maior quantidade de estabilizador β favorecem uma morfologia de “rede de basquete” (*basket - wave*), como apresentado na Figura III.4 (Borradaile ; Jeal, 1980; Margolin et al., 1980).

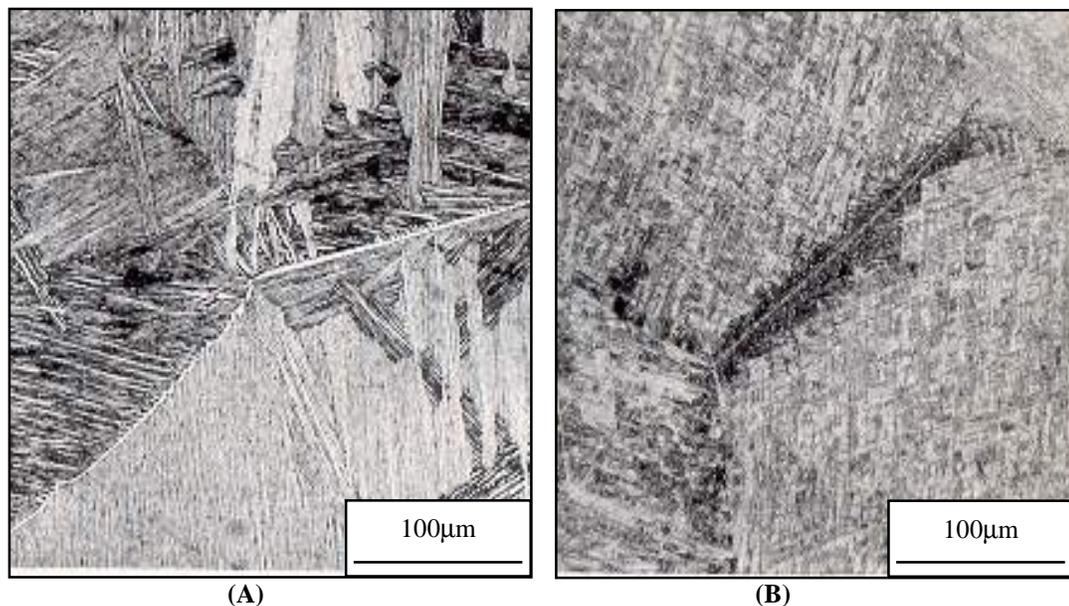


Figura III.4 – Microestrutura Widmanstätten ($\alpha+\beta$): (A) colônia e (B) rede de basquete (Margolin et al., 1980).

Na microestrutura de colônias (Figura III.4 – A) a fase β está presente como ripas finas entre placas α , as quais possuem a mesma orientação cristalográfica para cada colônia. Na “rede de basquete” a fase β está presente como uma matriz contínua ou semicontínua (Figura III.4 – B) (Borradaile ; Jeal, 1980).

III.4 - Propriedades mecânicas

Os biomateriais, quando implantados, estão sujeitos a cargas, por esta razão é necessário conhecer as características do material, a fim de projetá-lo de tal forma que qualquer deformação resultante não seja excessiva e não conduza a um processo de fratura.

III.4.1 - Comportamento da curva tensão *versus* deformação

III.4.1.1 - Região elástica

A Lei de Hooke descreve a relação entre a deformação elástica (ϵ) e a tensão (σ) exercida sobre o corpo – de – prova como sendo (Callister, 2002):

$$\sigma = E\epsilon \quad (1)$$

em que, E é o módulo de elasticidade ou módulo de Young.

O módulo de elasticidade (E) pode ser considerado como sendo um parâmetro de rigidez. Sendo assim, quanto maior o seu valor, mais rígido será o material ou menor será a deformação elástica que resultará da aplicação de uma determinada tensão.

Entretanto, há alguns materiais para os quais a região elástica inicial da curva tensão *versus* deformação não é linear, logo não é possível determinar um módulo de elasticidade a partir da lei Hooke. Para este caso, utiliza-se um módulo tangencial ou um módulo secante (Callister, 2002).

A Figura III.5 representa uma curva tensão(σ) *versus* deformação (ϵ) de um material com comportamento não linear na região elástica, e os parâmetros usados na equação 2 (Rasmusen, 2003; Berg, 2000).

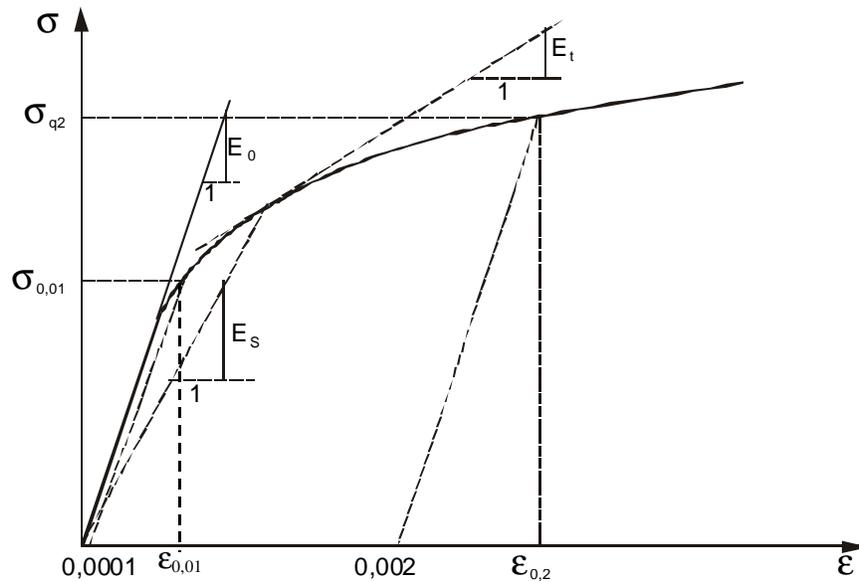


Figure III.5 – Digrama esquemático da curva tensão(σ) *versus* deformação (ϵ) típica de um material com comportamento elástico não linear.

A equação 2 é a mais usada para representar o comportamento não linear de materiais (Hill, 1944).

$$\epsilon = \frac{\sigma}{E_0} + 0,002 \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0,2}} \right)^n \quad (2)$$

em que, ϵ é deformação, σ é tensão, $\sigma_{0,2}$ limite de escoamento (offset 0,2%), E_0 é o módulo elástico inicial e n é o expoente de encruamento (parâmetro n).

O primeiro termo desta equação representa o comportamento linear e o segundo o comportamento não linear. O valor da componente não linear da deformação em $\sigma_{0,001}$ é 0,0001 (0,01%) e diminui com a redução da tensão. Desta forma, para baixos valores de tensão a componente não linear, quando comparada a componente linear, não é significativa. Além disso, a influência do componente não linear na deformação será menor quanto maior for o valor de n .

A equação modificada de Ramberg-Osgood, uma equação de três parâmetros, é usada para modelar a relação tensão/deformação até de 0,2% da deformação total. O parâmetro (n) obtido usando-se os valores de tensão entre 0,01% e 0,2% de deformação, resulta na seguinte equação (Rasmusen, 2003):

$$n = \frac{\ln(20)}{\ln(\sigma_{0,2}/\sigma_{0,01})}, \quad (3)$$

em que, $\sigma_{0,01}$ é o limite de proporcionalidade definido a 0,01% e $\sigma_{0,2}$ é o limite de escoamento.

A demonstração matemática da equação 3 encontra-se no Apêndice.

Teoricamente, o parâmetro de Ramberg-Osgood pode variar entre 1 (material elástico ideal) e ∞ (elasto-plástico ideal). Valores de n entre 2 e 40 são comumente encontrados para materiais estruturais e entre 3 e ∞ para ligas de Al e aços inoxidáveis.

Para valores superiores a 0,2% de deformação a equação 2 não se aplica, pois resulta em valores mais elevados de tensão que os reais (Rasmusen, 2003).

O módulo tangente (E_t), equação (4), é definido como a inclinação da curva tensão/deformação para cada valor de tensão e obtido do inverso da primeira derivada, em relação à tensão, da equação (1) (Berg, 2000):

$$E_t = \frac{E_0 \sigma_{0,2}}{\sigma_{0,2} + 0,002nE_0 \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0,2}} \right)^{n-1}}. \quad (4)$$

O módulo secante (E_s) é definido como a razão tensão/deformação para cada valor de tensão que também pode ser obtido da equação (5) como representado na equação a seguir (Berg, 2000).

$$E_s = \frac{E_0}{1 + 0,002E_0 \frac{\sigma^{n-1}}{\sigma_{0,2}^n}} \quad (5)$$

III.4.2 - Propriedades mecânicas de ligas de titânio

A Tabela III.3 apresenta uma comparação das propriedades mecânicas entre o Ti puro, a liga Ti-6Al-4V e as ligas de Ti originalmente desenvolvidas para aplicações biomédicas (Niinomi, 1998).

Tabela III.3 - Ligas de Ti desenvolvidas para aplicação como material de implante cirúrgico (Niinomi, 1998, adaptada e Schneider, 2001).

Liga	Tipo	Limite de Resistência (MPa)	Limite de Escoamento (MPa)	Alongamento (%)	Módulo de Elasticidade (GPa)
Ti puro grau 1	α	240	170	24	102,7
Ti puro grau 2	α	345	275	20	102,7
Ti puro grau 3	α	450	380	18	103,4
Ti puro grau 4	α	550	485	15	104,1
Ti-6Al-4V ELI	$\alpha+\beta$	860-965	795-875	10-15	101-110
Ti-6Al-4V	$\alpha+\beta$	895-930	825-869	6-10	110-114
Ti-6Al-7Nb ^a	$\alpha+\beta$	900-1050	880-950	8,1-15	114
Ti-5Al-2,5Fe ^a	$\alpha+\beta$ rica em β	102	895	15	112
Ti-5Al-3Mo-4Zr ^a	$\alpha+\beta$	925-1080	820-930	15-17	110
Ti-15Sn-4Nb-2Ta-0,2Pd ^a	$\alpha+\beta$	860-1109	790	21-10	89-103
Ti-15Zr-4Nb-2Ta-0,2Pd ^a	$\alpha+\beta$	715-919	1020	28-18	94-99
Ti-13Nb-13Zr ^a	próximo β	973-1037	693-806	10-16	79-84
Ti-12Mo-6Zr-2Fe ^a	β	1060-1100	836-908	18-22	74-85
Ti-15Mo ^a	β	874	1000-1060	21	78
Ti-16Nb-10Hf ^a	β	851	544-736	10	81
Ti-15Mo-5Zr-3Al	β	852-1100	838-1060	25-22	80
Ti-15Mo-2,8Nb-0,2Si ^a	β	979-999	945-987	16-18	83
Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr ^a	β	596,5	547,1	19	55,0
Ti-29Nb-4,6Zr ^a	β	911	864	13,2	80

onde ^a refere-se às ligas desenvolvidas para aplicação biomédica.

O limite de resistência para as ligas de Ti (α , $\alpha+\beta$ e β) encontra-se entre 500 e 1000 MPa e o alongamento entre 10 e 20%, estando dentro de valores considerados satisfatórios para aplicações cirúrgicas. Quanto aos módulos de elasticidade, as ligas do tipo β são as que apresentam os menores, os quais se encontram na entre 55 e 85 GPa (Niinomi, 1998).

III.4.2.1 - A importância do módulo de elasticidade para biomateriais

O módulo de elasticidade é tido como uma consequência da densidade e do tipo ligação interatômica, ou seja, a magnitude deste módulo representa uma medida da resistência à separação de átomos adjacentes.

Os módulos dos materiais metálicos convencionais, assim como aço inoxidável e ligas à base de Co, são aproximadamente 206 e 240GPa, respectivamente, sendo considerados muito altos quando comparados ao do osso, que varia entre 17 a 30GPa. Comparativamente, os módulos das ligas de Ti, originalmente desenvolvidas para aplicações biomédicas, são muito menores do que dos materiais metálicos convencionais, entretanto estes valores encontram-se ainda maiores do que o módulo do osso (Niinomi, 1998). A Figura III.6 apresenta os valores dos módulos de elasticidade das ligas de Ti dos tipo α , $\alpha+\beta$ e β .

Ressalta-se que um mesmo material pode apresentar diferentes valores para esta propriedade, de acordo com as condições de tratamentos térmicos e mecânicos impostas ao material. Por exemplo, o comportamento observado na liga Ti-13Nb-13Zr (tipo β), da qual o módulo pode ser variado de 41 a 83GPa. Este fenômeno ocorre devido à transformação de fase induzida pelo tratamento térmico ou mecânico (Robare, 1997).

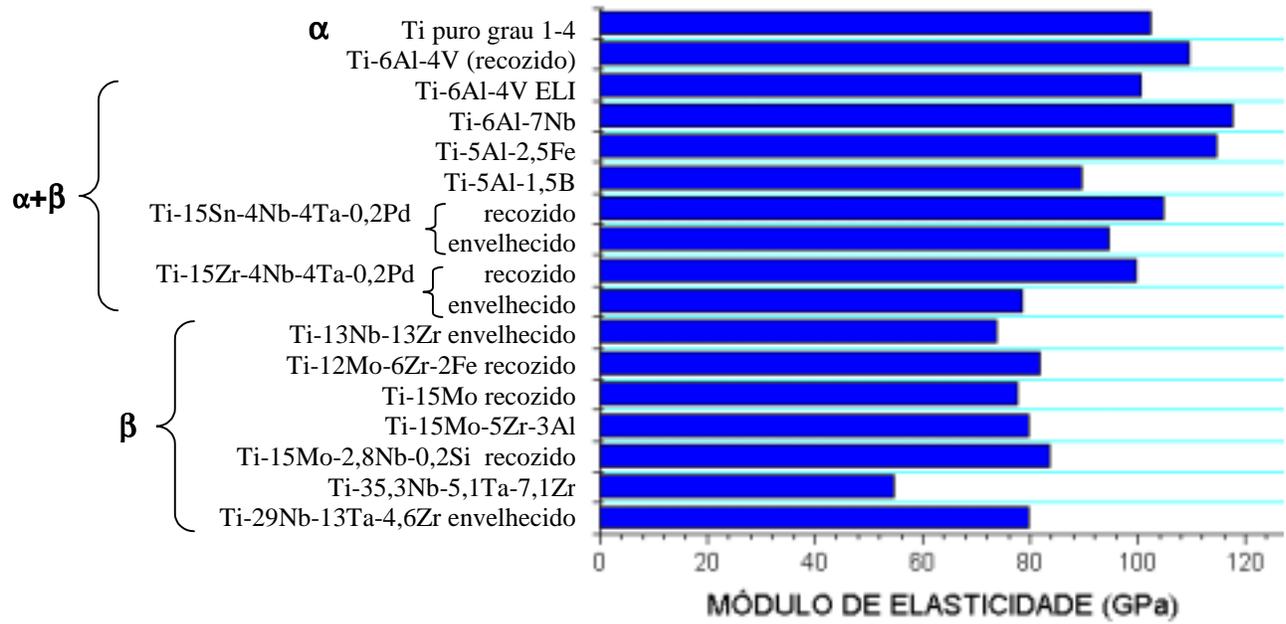


Figura III.6 – Comparação dos módulos elásticos das ligas de Ti utilizadas em aplicações biomédicas (Niinomi,1998, adaptada).

IV. – PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A seguir são descritas as etapas de obtenção das ligas compreendendo a preparação do material de partida, o procedimento de fusão e a preparação do lingote para posterior tratamento térmico. Em seguida, são descritos os processamentos térmico e mecânico, a caracterização microestrutural e a caracterização mecânica, por meio de ensaios de tração e de microdureza. O fluxograma a seguir, Figura IV.1, representa as etapas dos processamentos térmico e mecânico, aos quais as ligas foram submetidas.

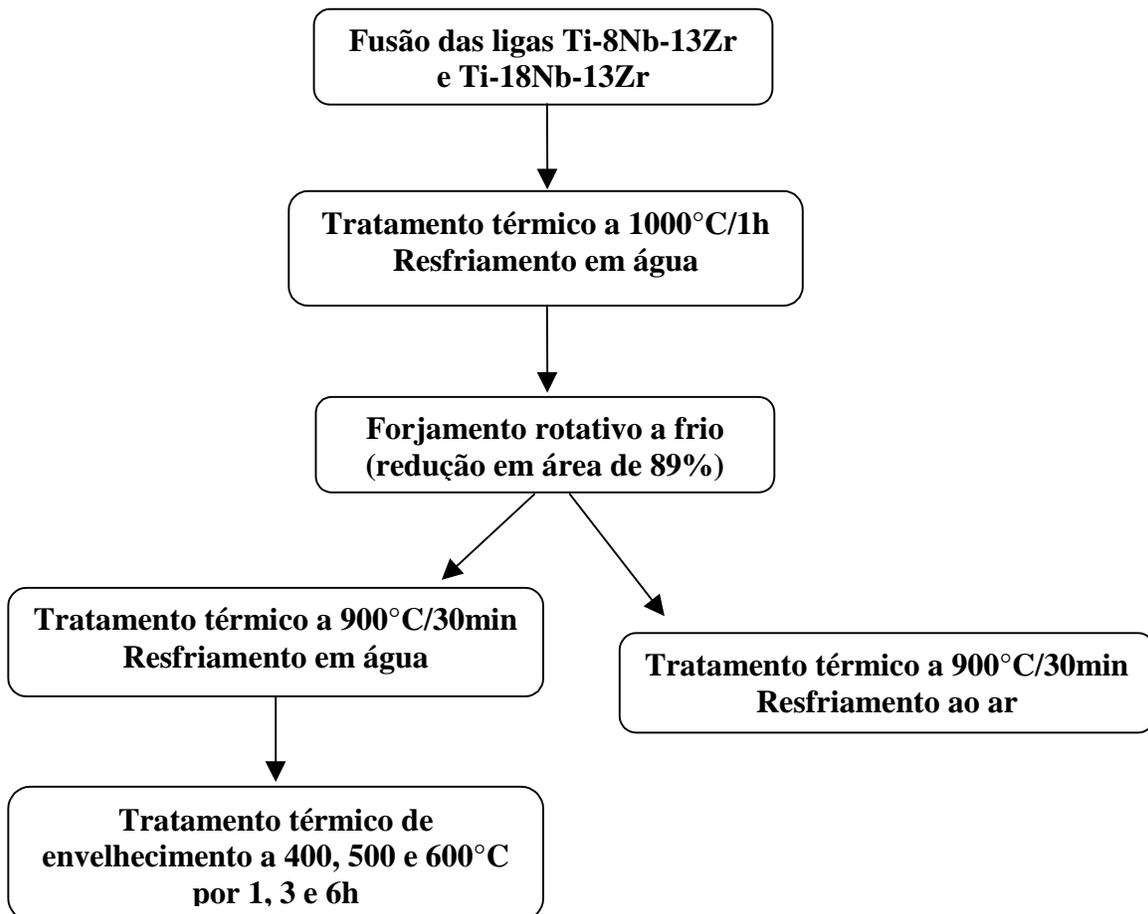


Figura IV.1 – Fluxograma das etapas dos processamentos térmico e mecânico.

IV.1 - Procedimento de preparação das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr

IV.1.1 - Materiais de partida

Como material de partida foram utilizadas chapas de Ti, Nb e Zr de pureza comercial, a análise química destes materiais encontra-se na Tabela IV.1, conforme fornecido pelo fabricante.

Tabela IV.1 - Análise química dos materiais de partida, Ti, Nb e Zr.

Elementos	Ti – Grau 2	Nb	Zr
O	0,250 %	< 50 ppm - p	0,16 %
C	0,010 %	-	0,65 %
N	0,030 %	< 30 ppm – p	0,052 %
Fe + Cr máx	0,030 %	- ppm – p	0,2 %
H	0,015 %	- ppm – p	0,005 %
Al	-	< 10 ppm – p	-
Ta	-	< 2000 ppm - p	-

Chapas de Ti, Nb e Zr de pureza comercial foram cortadas em tiras cujas dimensões foram adequadas ao tamanho do cadinho. Os cortes foram realizados em uma guilhotina modelo Newton (tipo TM 7), DEMAR/FAENQUIL, com capacidade máxima de corte 5 x 3100mm.

Em seguida, estas tiras foram decapadas em solução ácida apropriada para cada metal. Essa decapagem deve ser realizada visando a remoção de impurezas superficiais. As proporções em volume utilizadas para cada metal são :

Titânio : solução de HNO₃ e HF, na proporção em volume 4:1;

Nióbio : solução de HNO₃, HF e H₂O, na proporção em volume 2:2:1; e

Zircônio : solução de HNO₃, HF e H₂O, na proporção em volume 5: 0,5: 5.

O manuseio dessas soluções foi feito conforme as normas de segurança em uma capela. As tiras de metal foram imersas uma a uma na solução ácida, por aproximadamente 10 segundos. Em seguida, foram rapidamente colocadas em um béquer contendo água, com o objetivo de evitar a oxidação do material, e então secadas com auxílio de um secador.

Após a decapagem, o material foi pesado em proporções adequadas à obtenção de lingotes de aproximadamente 140 g, com as seguintes características: para a liga Ti-8Nb-13Zr, titânio com 79%, nióbio com 8% e zircônio com 13% em peso, e para a Ti-18Nb-13Zr, titânio com 69%, nióbio com 18% e zircônio com 13% em peso. A pesagem foi realizada em uma balança analítica (Mettler HK60), DEMAR/FAENQUIL, com precisão de 0,0001g.

IV.1.2 - Fusão das ligas

A fusão dos lingotes foi executada em forno a arco, DEMAR/FAENQUIL, com eletrodo não consumível de tungstênio em atmosfera de argônio (99% de pureza). A Figura IV.2 mostra em detalhe a câmara de fusão do forno e o cadinho de cobre que é refrigerado a água (Schneider, 2001).

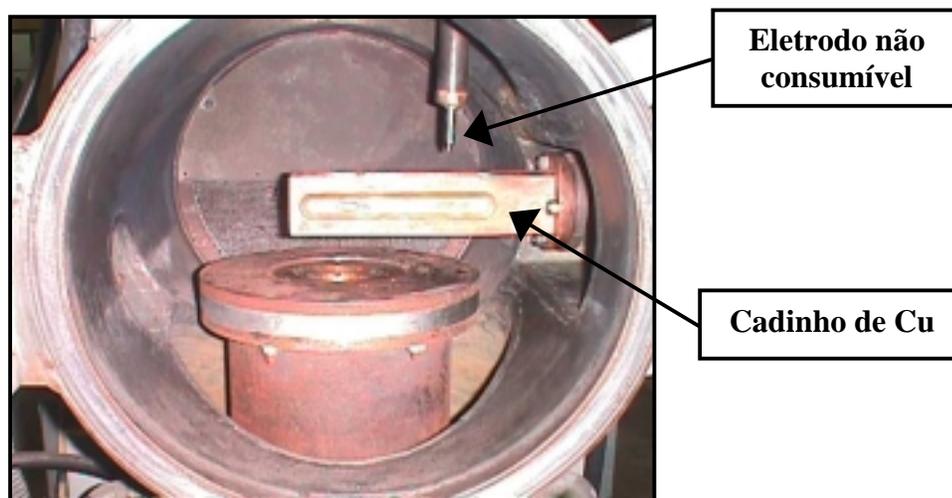


Figura IV.2 - Vista da câmara de fusão do forno a arco com eletrodo não consumível e cadinho refrigerado a água (Schneider, 2001).

Para cada lingote, foram realizadas três fusões, com oito passes cada. O lingote foi virado a cada fusão, rompendo-se o vácuo, com o objetivo de se obter ligas de composição e microestruturas homogêneas. A corrente de fusão foi mantida a 400 A sob vácuo de 10^4 Torr; a pressão de argônio para a purga foi de 60 Torr e, para fusão, de 150 Torr. As Figuras IV.3 e IV.4 apresentam imagens do processo de fusão e do lingote final.

Foram confeccionados 5 lingotes de cada composição ($\phi_i \approx 18,0$ mm e comprimento $\approx 140,0$ mm) para o desenvolvimento deste trabalho.



Figura IV.3 – Vista geral da fusão lingote no forno a arco: (A) a região avermelhada – lingote, e a região mais clara – arco formado; (B) vista do lingote durante o resfriamento após o oitavo passe de fusão.



Figura IV.4 – Lingote fundido: (A) no cadinho depois do resfriamento; (B) fora do forno.

IV.1.3 - Decapagem dos lingotes

A decapagem foi feita com uma solução ácida de HNO_3 (63%) e HF (70%) na proporção em volume 4:1, respectivamente. Esse procedimento é realizado a fim de garantir que os lingotes estejam isentos de impurezas, as quais podem contaminar o material durante os tratamentos térmicos.

Os lingotes foram imersos com o auxílio de uma pinça na solução previamente preparada, contida em uma proveta; após 15 segundos, foi rapidamente virada escoando somente a solução. Após esse processo, os lingotes foram imediatamente mergulhados em um béquer, que recebia um fluxo de água constante, isto é, a água contida no interior do béquer estava sempre sendo renovada, sendo em seguida secados com fluxo de ar quente.

Esse procedimento garante a obtenção de lingotes sem traços de oxidação.

IV.2 - Processamento térmico e mecânico

Os lingotes ($\phi_i \approx 18,0$ mm e comprimento de 140,0 mm) foram submetidos a um tratamento térmico de homogeneização, sendo em seguida deformados por meio de forjamento rotativo a frio, até um diâmetro de aproximadamente 6,0 mm. As ligas forjadas foram então submetidas a diferentes tratamentos térmicos: recozimento e envelhecimento.

IV.2.1 - Encapsulamento

Após a decapagem, os lingotes foram encapsulados sob vácuo em tubos de quartzo, sendo os diâmetros interno e externo de 21 e 23 mm, respectivamente, para tratamento de

solubilização. Enquanto que para os tratamentos de recozimento e envelhecimento, os lingotes forjados foram encapsulados em tubos com diâmetros interno e externo de 8 e 10 mm.

Os tubos foram limpos com lenços de papel umedecidos por acetona, e então secados com auxílio de um secador. Os lingotes foram colocados no tubo de quartzo com uma das extremidades previamente fechada por um maçarico oxiacetilênico.

Injetou-se argônio no sistema para remoção de oxigênio e simultaneamente uma bomba de vácuo removia o gás inerte. Durante esse procedimento, o tubo foi aquecido, com um maçarico, na região onde se localizava o lingote, para remoção de eventuais impurezas e vestígios de água. Um medidor de vácuo por condutividade térmica (Pirani) foi empregado para verificar a pressão no sistema. Logo após, a outra extremidade do tubo foi fechada, e verificada a vedação por meio de imersão em água.

IV.2.2 - Tratamentos térmicos

Estudos anteriores indicam a melhor condição de solubilização e recozimento para a liga Ti-13Nb-13Zr, a 1000°C por 60 minutos com resfriamento em água e a 900°C por 30 minutos com resfriamento em água, respectivamente (Baptista, 2004). Como as ligas estudadas apresentam uma variação do percentual de nióbio, 5 % em peso a mais e a menos da liga mencionada, e considerando o diagrama de fases apresentado na Figura III.2, as temperaturas de 1000 e 900°C também são utilizadas para as ligas em estudo.

Com o objetivo de determinar a temperatura de solubilização mais apropriada para a realização dos tratamentos térmicos dos lingotes, foram retiradas quatro amostras na seção transversal, de cada composição, para serem submetidas a quatro condições diferentes de tratamento térmico: 900 e 1000°C, por um tempo de 30 e 60 minutos. As amostras foram encapsuladas sob vácuo e, após o tratamento térmico, foram resfriadas em água.

Os lingotes solubilizados conformados a frio foram submetidos a um tratamento térmico de recozimento a 900°C por 30 minutos sob duas diferentes condições de resfriamento: em água e ao ar. A temperatura e o tempo foram escolhidos baseados no tratamento de recozimento da liga Ti-13Nb-13Zr que, comparada às ligas em estudo, possui o mesmo comportamento microestrutural, quando submetidas aos mesmos tratamentos de solubilização.

As ligas em estudo também foram submetidas a tratamentos térmicos de envelhecimento, visando determinar a temperatura e o tempo mais apropriados, foram retiradas 9 amostras na seção transversal das ligas recozidas resfriadas em água, para serem submetidas a 9 condições diferentes de tratamento térmico: 400, 500 e 600°C por 1, 3 e 6 horas. As amostras foram encapsuladas sob vácuo e após o tratamento térmico foram resfriadas ao ar.

Os tratamentos térmicos de solubilização, recozimento e envelhecimento foram realizados em um forno tubular com resistência Kanthal A₁, DEMAR/FAENQUIL, tendo uma região homogênea de 3,0m e uma variação de 5°C na temperatura.

IV.2.3 – Conformação mecânica a frio

Os lingotes solubilizados sofreram deformação plástica por forjamento rotativo a frio até atingirem um diâmetro final próximo de 6,0 mm (redução em área de 89%).

O forjamento rotativo (*swaging*) ocorreu em equipamentos FENN modelos 6F (2" até 3/8") e 3F (1/2" até 1/8"), DEMAR/FAENQUIL, com potência de aproximadamente 30 Cv (HP) e velocidade de 1700 rotações por minuto (rpm). O forjamento rotativo trabalha com troca de matrizes (ou martelos) a cada passe.

Os lingotes passaram por um martelamento contínuo com golpes de impactos rápidos sobre a sua superfície com o objetivo de eliminar a textura antiga e pequenas falhas que poderiam existir no lingote.

Como o lingote obtido possui seção transversal oval irregular, foram tomadas medidas dos diâmetros maior e menor antes da deformação a frio, sendo que para cada um foram medidos três pontos distintos no início: no meio e no fim do lingote, como mostrado na Figura IV.5 (Schneider, 2001). A cada passe do forjamento rotativo os diâmetros do início, meio e fim foram medidos, levando-se em consideração apenas o diâmetro maior.

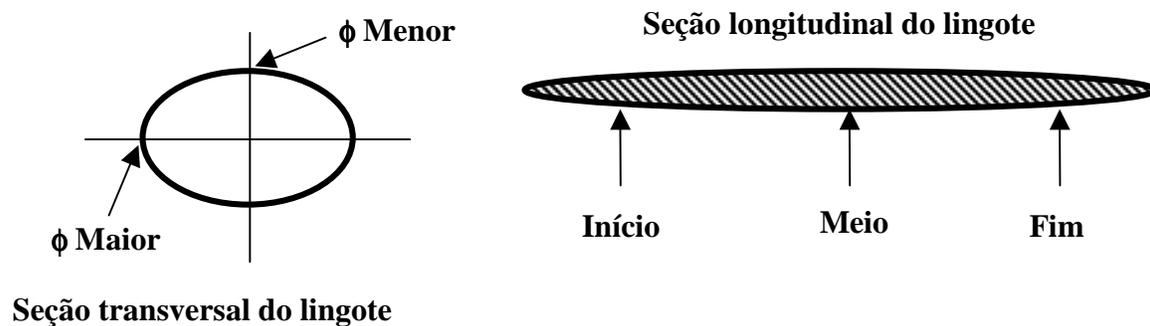


Figura IV.5 – Representação das seções transversal e longitudinal do lingote (Schneider, 2001).

As Tabelas IV. 2 e 3 mostram os valores dos diâmetros de uma seqüência da deformação a frio imposta a um dos lingotes, Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, respectivamente.

Tabela IV. 2 – Dados do forjamento rotativo da liga Ti-8Nb-13Zr a partir do diâmetro inicial de 18,0 mm

ϕ martelo (mm)	ϕ início (mm)	ϕ meio (mm)	ϕ fim (mm)	ϕ médio (mm)	comprimento (mm)
15,87	16,20	16,60	16,38	16,39	138,00
14,61	15,30	15,50	15,30	15,37	140,24
13,51	14,30	14,30	14,38	14,33	169,00
12,45	13,00	13,20	13,20	13,13	194,00
11,43	12,00	12,28	12,30	12,19	222,00
10,41	11,00	11,10	11,08	11,06	265,00
9,53	10,20	10,38	10,38	10,32	305,00
8,71	9,30	9,42	9,30	9,34	368,00
7,93	8,90	8,84	8,80	8,84	420,00
7,11	7,80	7,80	7,80	7,87	530,00
6,35	7,40	7,46	7,46	7,44	585,00
5,84	6,48	6,60	6,48	6,52	750,00

Tabela IV. 3 – Dados do forjamento rotativo da liga Ti-18Nb-13Zr, a partir do diâmetro inicial de 18,0 mm

ϕ martelo (mm)	ϕ início (mm)	ϕ meio (mm)	ϕ fim (mm)	ϕ médio (mm)	comprimento (mm)
15,87	16,30	16,78	16,40	16,49	137,00
14,61	15,30	15,50	15,40	15,40	138,24
13,51	14,40	14,44	14,34	14,39	154,00
12,45	13,14	13,28	13,14	13,19	186,00
11,43	12,18	12,30	12,30	12,26	214,00
10,41	11,06	11,10	11,00	11,05	260,00
9,53	10,28	10,38	10,30	10,32	296,00
8,71	9,40	9,40	9,42	9,40	358,00
7,93	8,70	8,80	8,84	8,78	413,00
7,11	7,80	7,86	7,80	7,82	515,00
6,35	7,46	7,46	7,46	7,46	571,00
5,84	6,48	6,60	6,60	6,56	739,00

IV.3 - Caracterização microestrutural

Para a avaliação microestrutural as amostras foram preparadas seguindo técnicas metalográficas (embutimento, lixamento e polimento).

O embutimento foi realizado em um equipamento Panambra modelo Tempopress2, utilizaram-se 15ml de resina do tipo baquelite, em um tempo de aproximadamente cinco minutos e pressão entre 2000 - 2500MPa

Posteriormente, as amostras foram lixadas utilizando-se lixas de carbetto de silício na seguinte seqüência: 180, 220, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200 e 2400 mesh. A cada mudança de lixa as amostras sofriam rotação de 90°, a fim de garantir total eliminação de risco da lixa anterior.

Em seguida, as amostras foram polidas utilizando-se uma solução de OP-S, H₂O₂, NH₄OH, detergente e água. Realizou-se o polimento das amostras por meio da adição de uma pequena quantidade da solução sobre um o pano de polimento (OP-Chen), fixado em uma politriz. Para algumas amostras utilizou-se a politriz automática Jean Wirtz modelo Phoenix 4000, DEMAR/FAENQUIL, com velocidade de 350 rpm e força de 12 N, enquanto que para as outras utilizou-se uma politriz modelo Arotec (tipo APL-4), com velocidade de 600 rpm, até a obtenção de uma superfície lisa isenta de riscos.

Após o polimento, foi realizado o ataque químico para revelar a microestrutura, utilizando-se uma solução (reagente Kroll):

Água destilada	100ml
Ácido nítrico (HNO ₃)	5ml
Ácido fluorídrico (HF)	3ml

As amostras foram atacadas por imersão, por tempos variados de 10 segundos a 20 minutos, dependendo da condição de tratamento térmico da amostra, sendo então secadas em ar comprimido.

Após essas etapas, as amostras foram observadas por microscopia óptica e por microscopia eletrônica de varredura, utilizando um microscópio Leica DMIRM com câmera

digitalSCC-131 acoplada a programa de aquisição de imagem Leica Qwin e um microscópio eletrônico de varredura (MEV), respectivamente. Além disso, foi feita microanálise das ligas utilizando microscopia eletrônica de varredura : microscópio eletrônico marca LEO, modelo 1450VP – EDS.

Realizou-se também análise por difração de raios X, em que foi utilizado um difratômetro DEBYEFLEX 1001 JSO, com passo angular de $0,05^\circ$, tempo de contagem de 1 segundo e radiação Cu-K α . As amostras, analisadas sob a forma de pó, foram preparadas lixando-se as barras com limas de Fe, e após esse procedimento o pó foi imantado para retirada do Fe proveniente da lima. As amostras analisadas representam as seguintes condições: recozida a $900^\circ\text{C}/30\text{min}$ resfriada em água e ao ar, e envelhecidas a $400^\circ\text{C}/6\text{h}$, $500^\circ\text{C}/6\text{h}$ (para a liga Ti-8Nb-13Zr) e $500^\circ\text{C}/3\text{h}$ (para a liga Ti-18Nb-13Zr).

IV.4 – Caracterização mecânica

Os ensaios de tração permitem medir satisfatoriamente a resistência dos materiais, além de fornecer informações sobre a sua ductilidade quando sujeitos a tensão uniaxial de tração (Souza, 1990). Neste trabalho, foram ensaiadas as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas seguintes condições: forjadas, recozidas a $900^\circ\text{C}/30\text{ min}$ com resfriamento em água e ao ar, e envelhecidas nas seguintes condições: $400^\circ\text{C}/6\text{h}$ e $500^\circ\text{C}/6\text{h}$ para a liga Ti-8Nb-13Zr e $400^\circ\text{C}/6\text{h}$ e $500^\circ\text{C}/3\text{h}$.

Os ensaios foram realizados em uma máquina de ensaios mecânicos com atuador servo-hidráulico da MTS, DEMAR/FAENQUL, modelo 810–23M, com capacidade de 250kN. Para controlar a deformação durante os ensaios foram empregados extensômetros adequados a tração (MTS mod. 634.12F21). Os corpos - de - prova de tração foram produzidos seguindo a norma ASTM E8 (Figura IV.6).

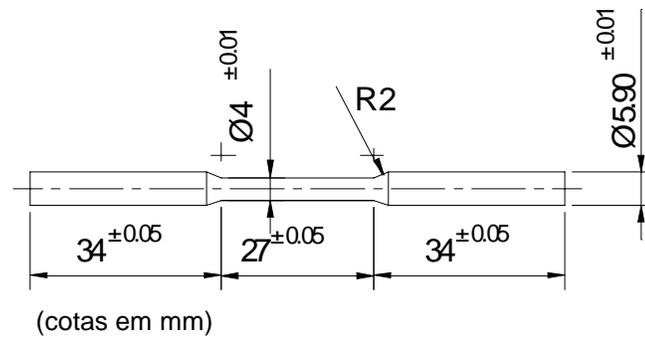


Figura IV.6 – Desenho esquemático dos corpos de prova para ensaio de tração (ASTM, 1991).

Os corpos - de - prova de tração foram lixados utilizando-se lixas de carbetto de silício na seguinte seqüência: 180, 220, 320, 400, 600 e 800 μm , evitando assim acúmulo de tensão, sendo usado como padrão de procedimento a ausência de riscos visíveis até um aumento de 20X ao estereoscópio.

Os ensaios em tração foram realizados para obtenção do limite de resistência, limite de escoamento (0,2% offset), módulo de elasticidade e alongamento.

Foram realizadas medidas de microdureza Vickers para ambas as ligas nas seguintes condições: bruta, solubilizada a 900 e 1000°C por 30 e 60 minutos, resfriadas em água, forjada, recozida a 900°C por 30 minutos resfriadas em água e ao ar, e envelhecida a 400, 500 e 600°C por 1, 3 e 6 horas resfriadas ao ar. Utilizou-se um equipamento Micromet 2004, DEMAR/FAENQUIL, sendo a carga adotada de 100 gf por 20 segundos, tomando-se a média de no mínimo 15 medidas para cada amostra.

V – RESULTADOS E DISCUSSÕES

Procedimentos térmicos e mecânicos são geralmente desenvolvidos em ligas de Ti visando obter a uma combinação desejada de propriedades microestruturais e mecânicas. Por esta razão, serão avaliados os comportamentos microestrutural e mecânico das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, em complementação serão avaliadas as superfícies de fratura dos corpos – de – prova, após ensaio de tração.

V.1 – Análise microestrutural

V.1.1 – Estrutura bruta de fusão das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr

Os lingotes produzidos das ligas, Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr possuem diâmetro inicial médio de 18,0 mm e comprimento de 140,0 mm. A Figura IV.1 ilustra o formato da seção transversal onde observa-se a região de contato com o cadinho refrigerado a água durante a fusão (Schneider, 2001).

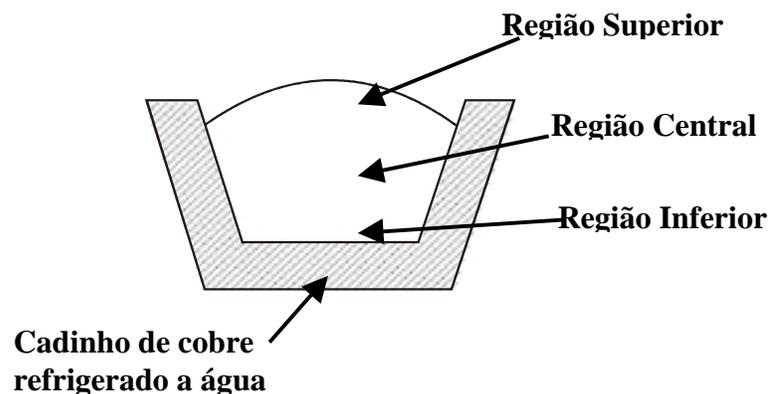


Figura V.1 – Seção transversal dos lingotes das ligas em estudo, mostrando a região de contato com o cadinho durante a fusão (Schneider, 2001).

As Figuras V.2 e 3 representam a estrutura bruta de fusão, obtidas por meio de microscópio óptico, das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, respectivamente, sendo as regiões: (A) superior, (B) central e (C) inferior do lingote.

Nota-se que há uma diferença na morfologia da microestrutura variando em função da região, devido às diferentes velocidades de resfriamento que o lingote está sujeito após a fusão.

As Figuras V.4 e V.5 apresentam a micrografia eletrônica onde observa-se uma diferença microestrutural entre as ligas, possivelmente devido à variação do % de Nb. A liga com 8%Nb apresenta uma microestrutura mais fina em comparação com a liga com maior quantidade de Nb.

Os resultados de microanálise obtidos por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) em pontos aleatórios da regiões superior, central e inferior apresentam valores próximos àqueles da composição nominal das ligas em estudo, conforme exemplificado a seguir:

Ti-8Nb-13Zr			
	% Ti (em peso)	% Nb (em peso)	% Zr (em peso)
Região superior	76,86	9,13	14,01
Região central	77,02	9,02	13,96
Região inferior	77,91	9,03	13,07

Ti-18Nb-13Zr			
	% Ti (em peso)	% Nb (em peso)	% Zr (em peso)
Região superior	68,39	18,54	13,07
Região central	68,48	18,21	13,31
Região inferior	68,45	18,33	13,22

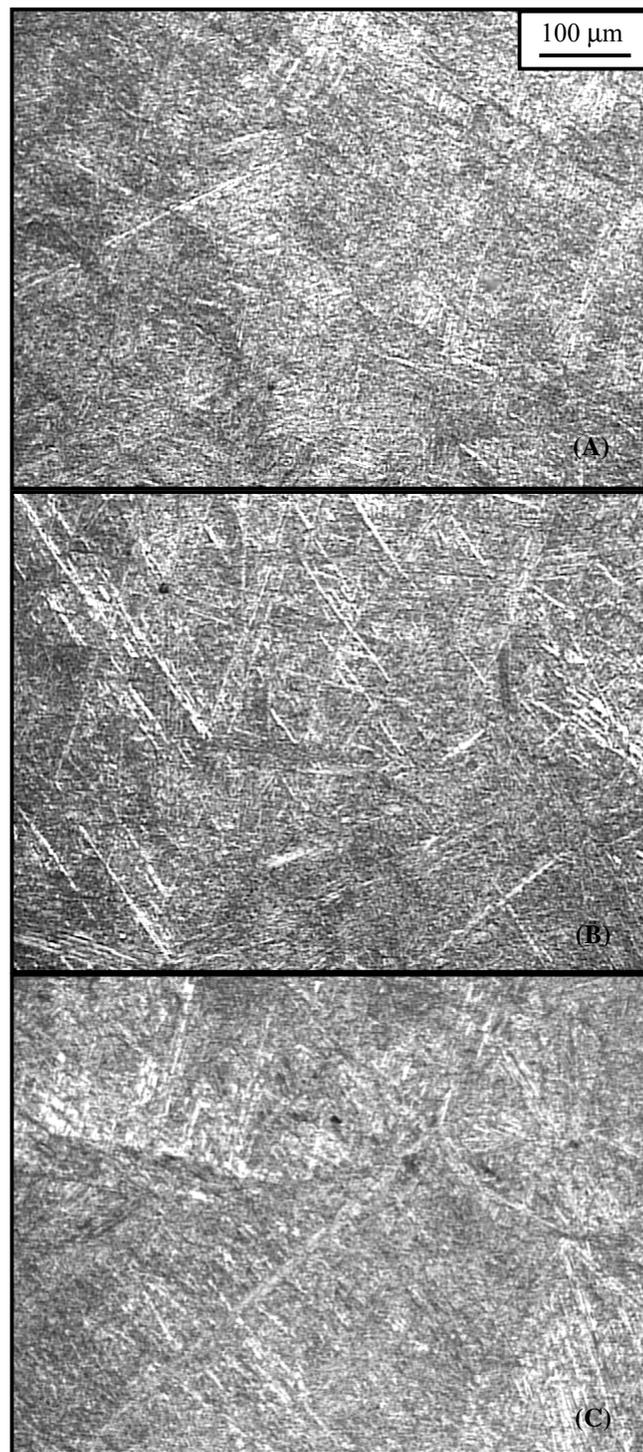


Figura V.2 – Micrografia óptica da estrutura bruta de fusão da liga Ti-8Nb-13Zr nas regiões: (A) superior, (B) central e (C) inferior.

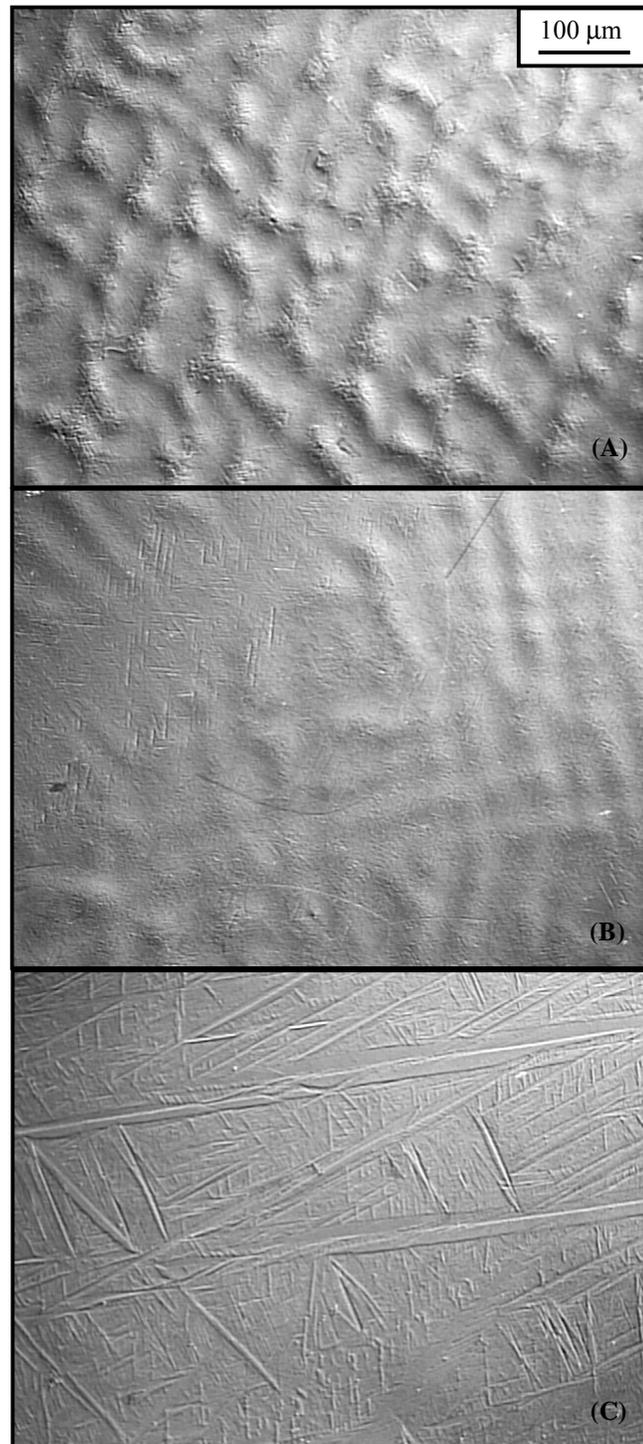


Figura V.3 – Micrografia óptica da estrutura bruta de fusão da liga Ti-18Nb-13Zr nas regiões: (A) superior, (B) central e (C) inferior.

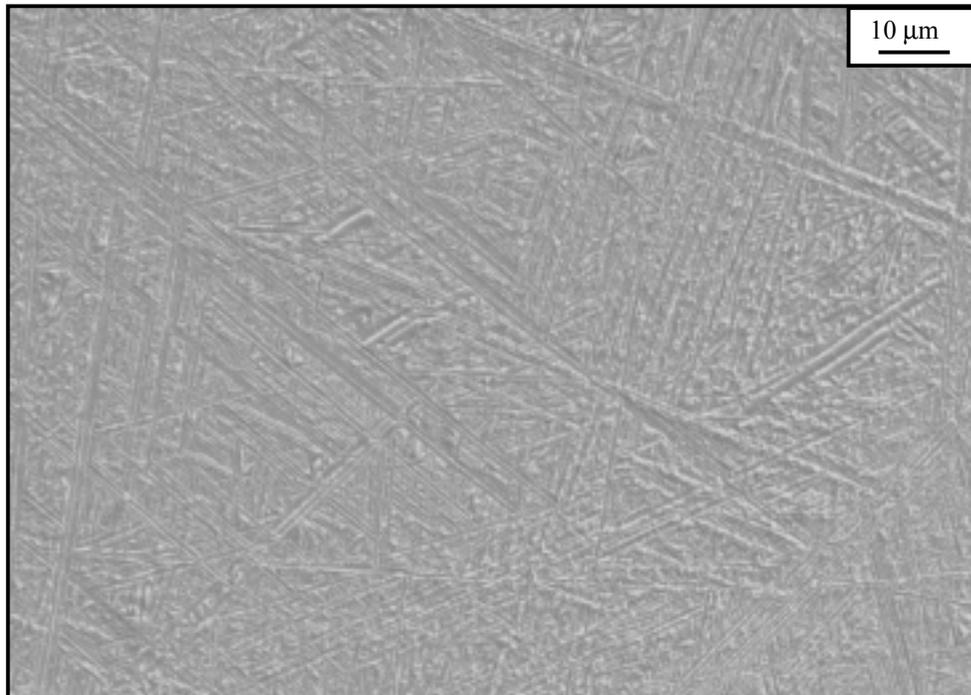


Figura V.4 – Micrografia eletrônica da região central da estrutura bruta de fusão da liga Ti-8Nb-13Zr.

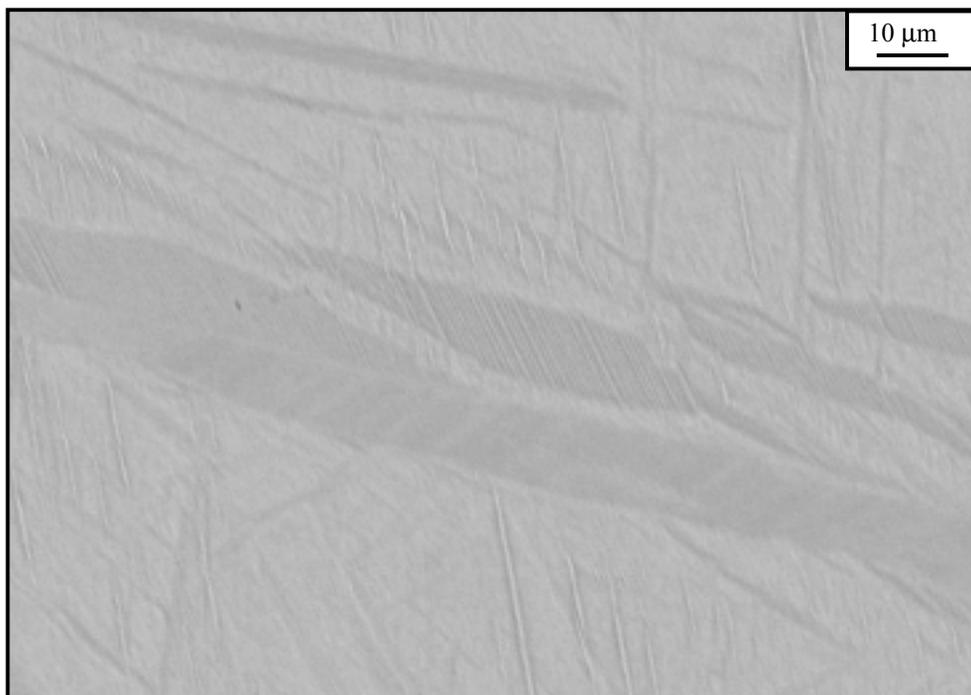


Figura V.5 – Micrografia eletrônica da região central da estrutura bruta de fusão da liga Ti-18Nb-13Zr.

V.1.2 – Estudo da condição de solubilização apropriada para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr

Como descrito no procedimento experimental, três amostras de um lingote de cada composição foram tratadas a quatro diferentes condições: 900°C/30 e 60min e 1000°C/30 e 60min com resfriamento em água, com a finalidade de determinar a temperatura e o tempo de solubilização para o tratamento dos lingotes, visando garantir uma estrutura homogênea martensítica α' , semelhante à obtida para a Ti-13Nb-13Zr estudada anteriormente por Schneider (2001).

Para o tratamento a 900°C observa-se que uma microestrutura martensítica α' começa a ser formada para ambas as ligas, para o tempo de 30 minutos conforme mostram as Figuras IV.6 e 7. Para o tempo de 60 minutos, a microestrutura α' é mais evidente, porém não se pode garantir a sua completa formação (Figuras V.8 e V9). Além disso, para ambos os tempos, observam-se contornos de grãos dispostos a uma angulação próxima a 120°, semelhante àquela de um material submetido a um tratamento térmico no estado sólido.

Para o tratamento de solubilização a 1000°C/30min, há formação da estrutura martensítica α' acicular (Figuras V.10 e V11). Para o tempo 60 minutos, os lingotes apresentaram microestrutura mais homogênea martensítica α' (Figuras V.12 e V13).

Analisando as micrografias obtidas das ligas tratadas nas quatro condições descritas conclui-se pela condição de 1000°C/60min e resfriamento em água para o tratamento de solubilização por resultar na formação da microestrutura martensítica α' .

As Figuras V.14 e V15 representam micrografias obtidas via MEV das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr solubilizadas na condição escolhida. Observa-se que a morfologia da microestrutura apresenta diferenças quanto ao tamanho das agulhas que compõem a estrutura martensítica α' . Sendo que para a liga Ti-18Nb-13Zr, as agulhas são mais grosseiras.

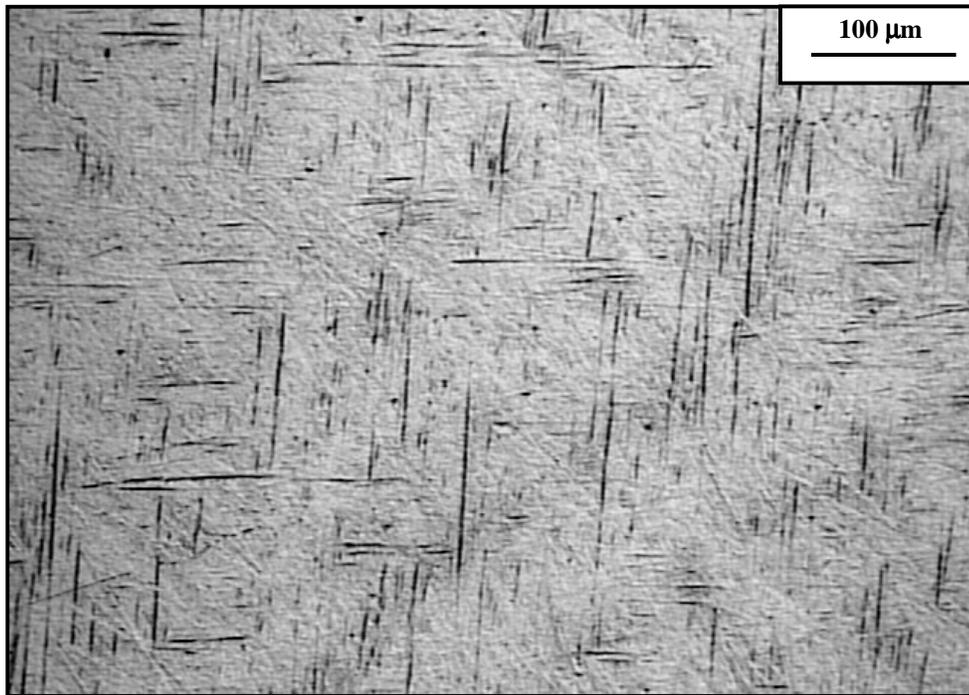


Figura V.6 – Micrografia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr tratada a 900°C/30min resfriada em água.

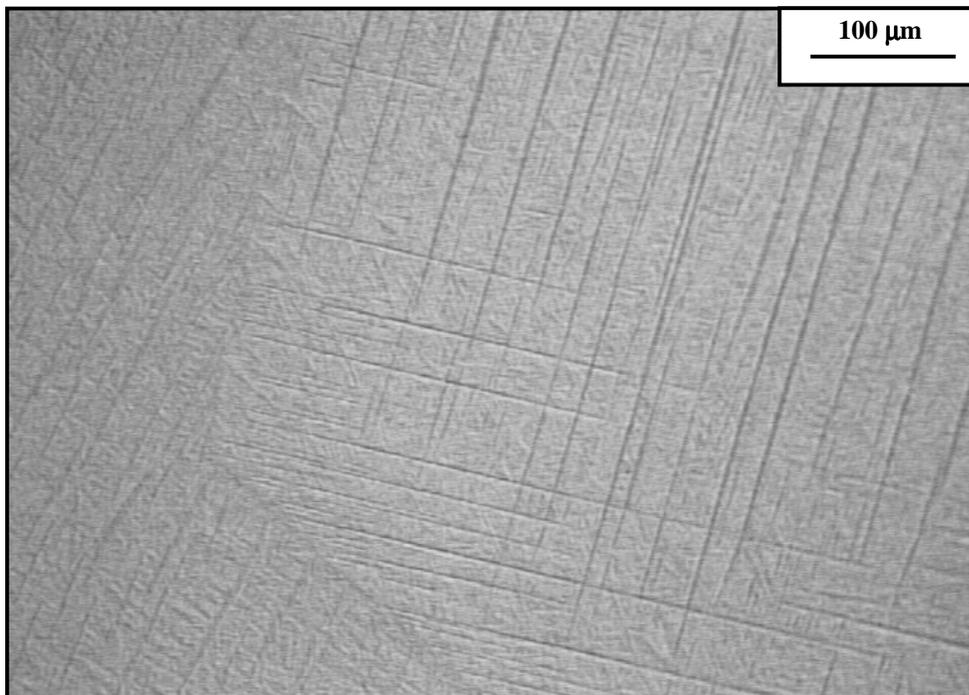


Figura V.7 - Micrografia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr tratada a 900°C/30min resfriada em água.

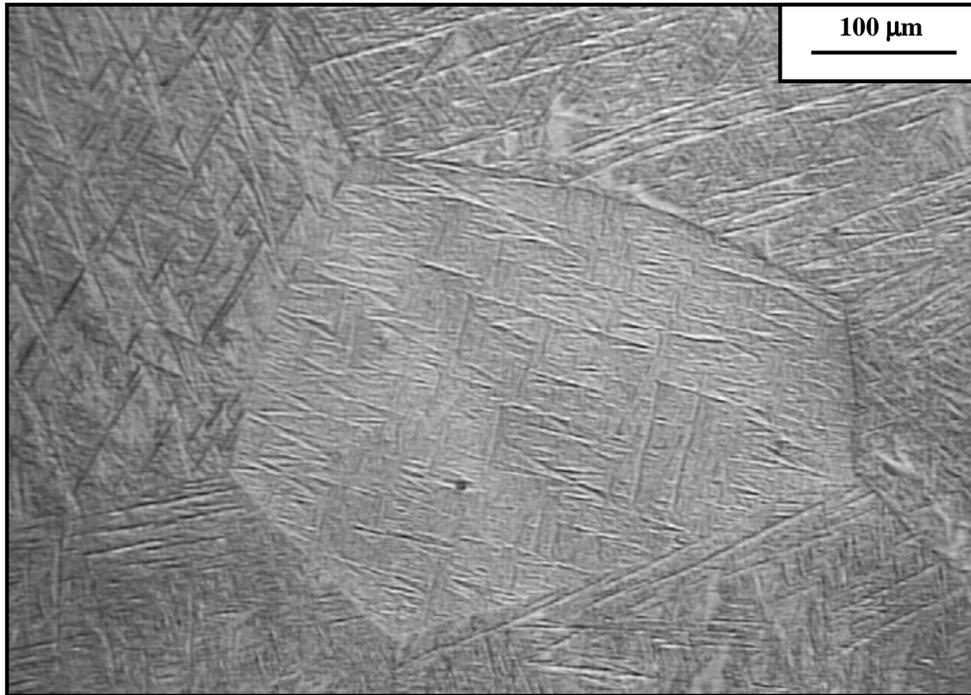


Figura V.8 – Micrografia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr tratada a 900°C/60min resfriada em água.

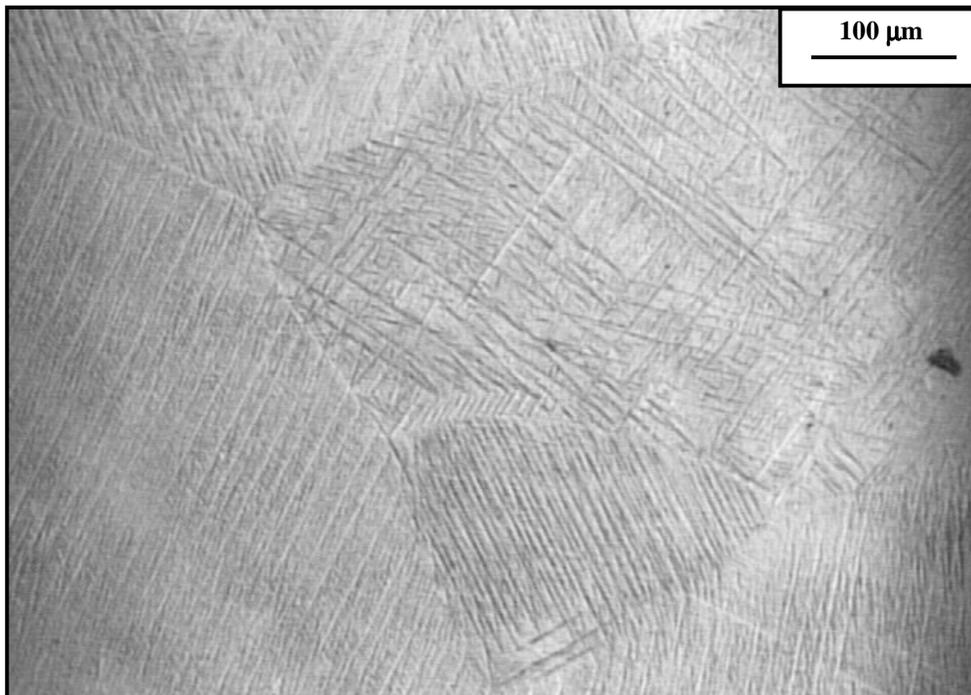


Figura V.9 – Micrografia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr tratada a 900°C/60min resfriada em água.

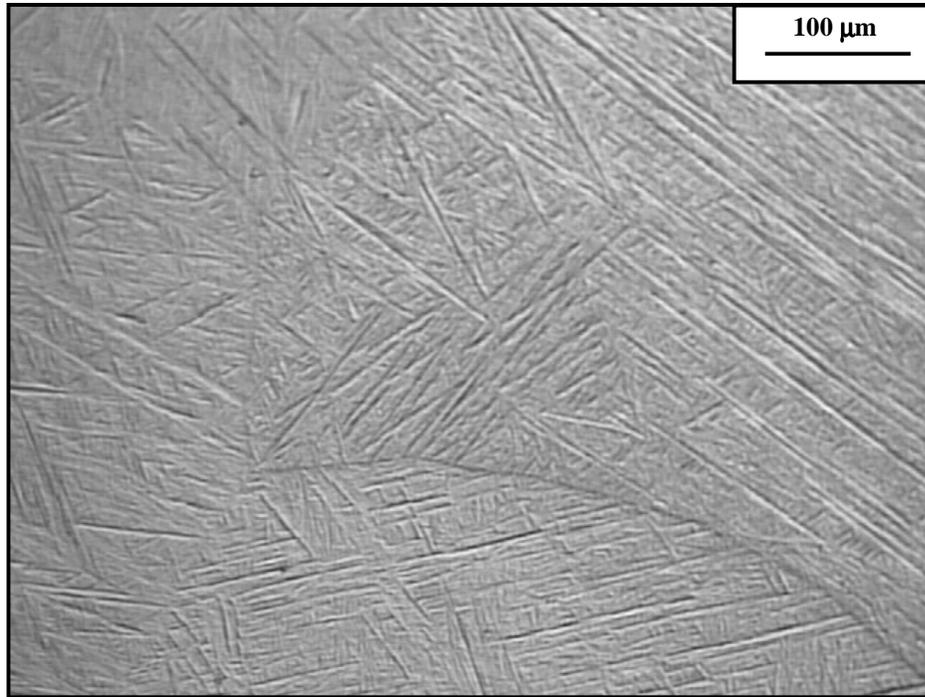


Figura V.10 – Micrografia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr tratada a 1000°C/30min resfriada em água.

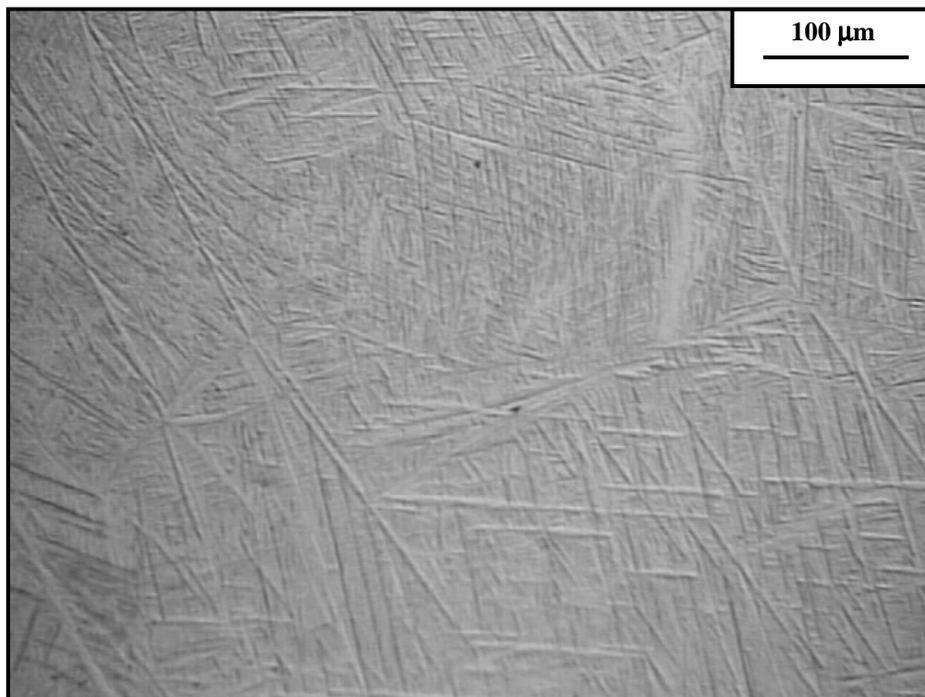


Figura V.11 – Micrografia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr tratada a 1000°C/30min resfriada em água.

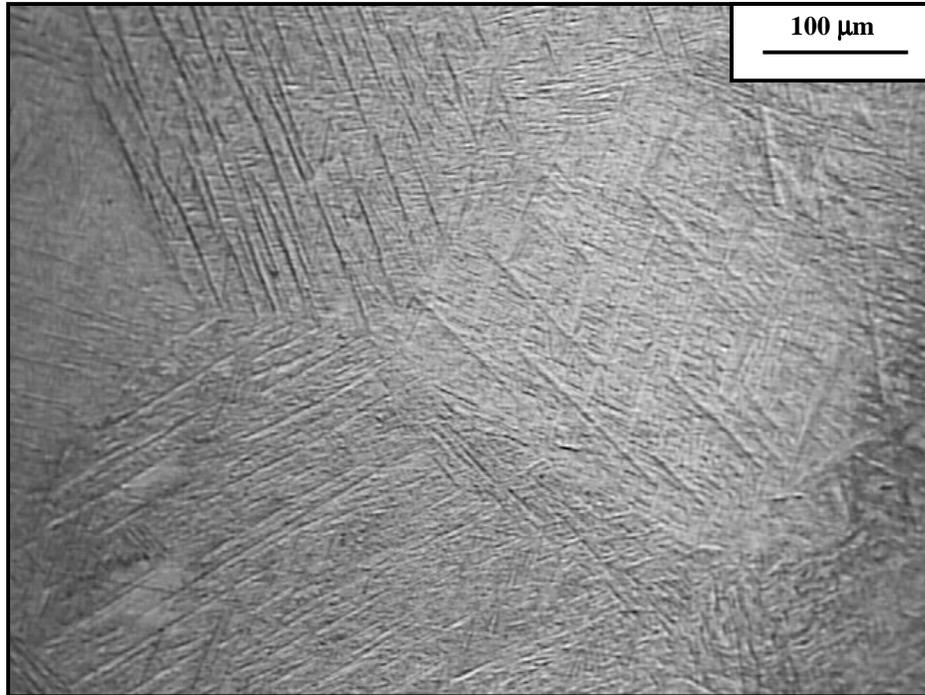


Figura V.12 – Micrografia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr tratada a 1000°C/60min resfriada em água.

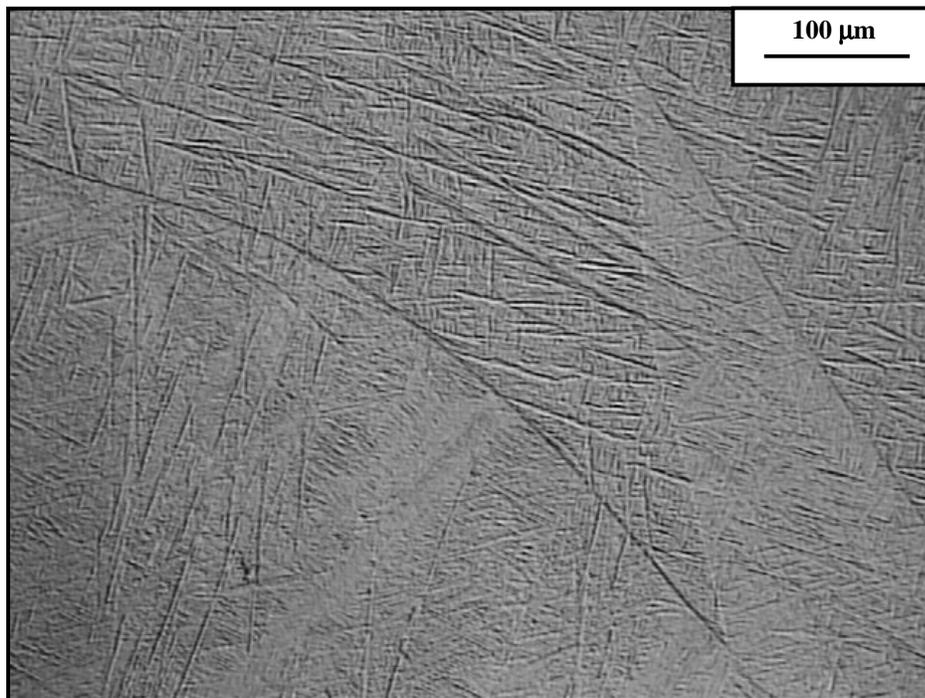


Figura V.13 – Micrografia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr tratada a 1000°C/60min resfriada em água.

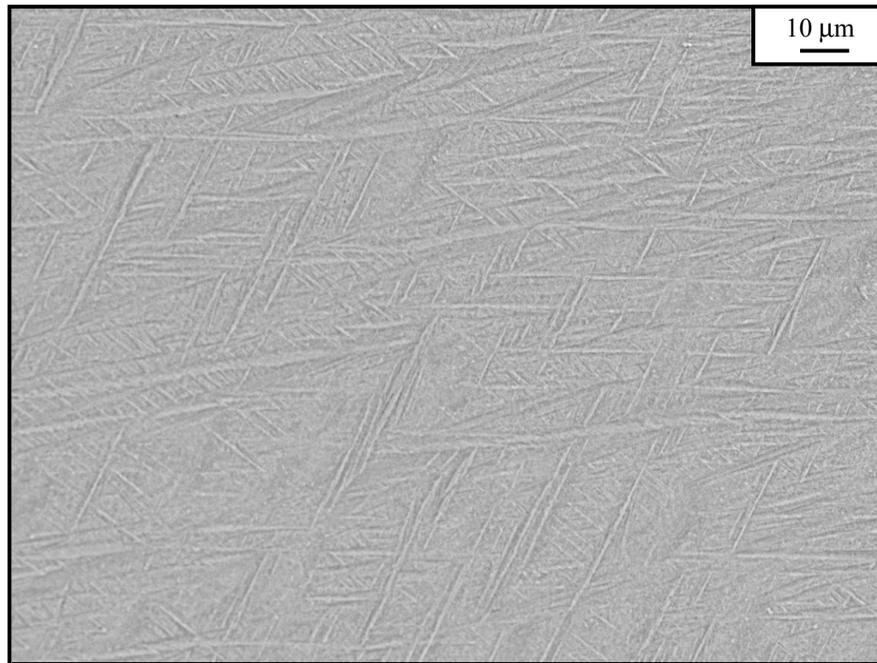


Figura V.14 – Micrografia (MEV) da liga Ti-8Nb-13Zr tratada a 1000°C/60min resfriada em água.

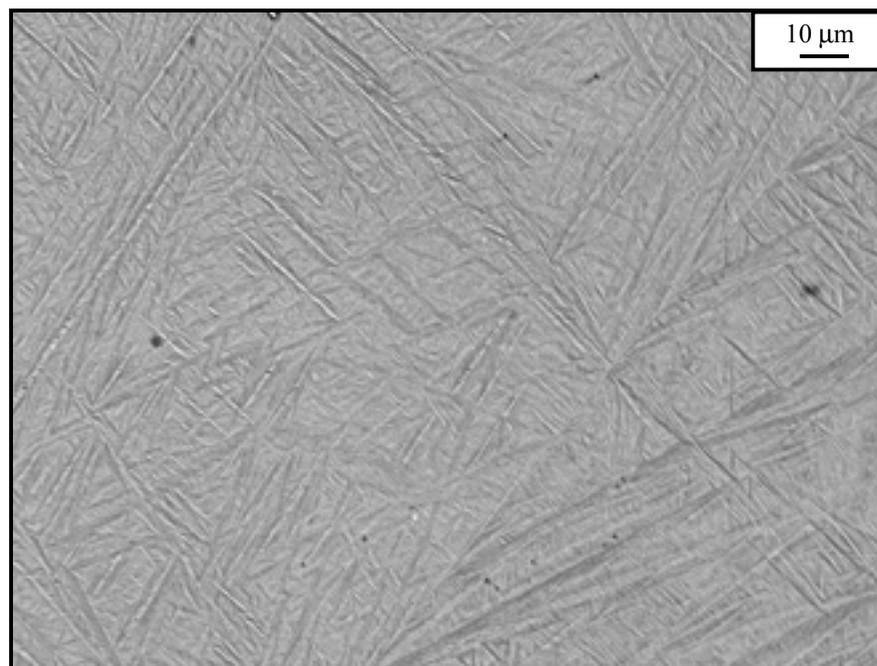


Figura V.15 – Micrografia (MEV) da liga Ti-18Nb-13Zr tratada a 1000°C/60min resfriada em água.

Os resultados de microanálise obtidos por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) em pontos aleatórios das ligas solubilizadas a 1000°C/60min apresentam valores muito próximos ao da composição nominal das ligas, caracterizando assim a formação de uma única fase, ou seja, martésítica α' . Os valores obtidos da análise de EDS para ambas as ligas são:

Ti-8Nb-13Zr			
	% Ti (em peso)	% Nb (em peso)	% Zr (em peso)
Ponto 1	80,72	6,45	12,83
Ponto 2	79,43	7,63	12,94
Ponto 3	79,30	7,93	12,79

Ti-18Nb-13Zr			
	% Ti (em peso)	% Nb (em peso)	% Zr (em peso)
Ponto 1	68,35	18,42	13,23
Ponto 2	68,51	18,28	13,21
Ponto 3	68,47	18,31	13,22

IV.1.3 – Microestrutura das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr forjadas a frio

As Figuras V.16 e 17 representam micrografias das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr na condição de solubilizada forjada a frio, respectivamente. Notam-se microestruturas resultantes da severa deformação plástica sofrida pelos materiais, no entanto não foi detectada a presença de poros, microtrincas ou outro tipo de descontinuidade nas amostras observadas.

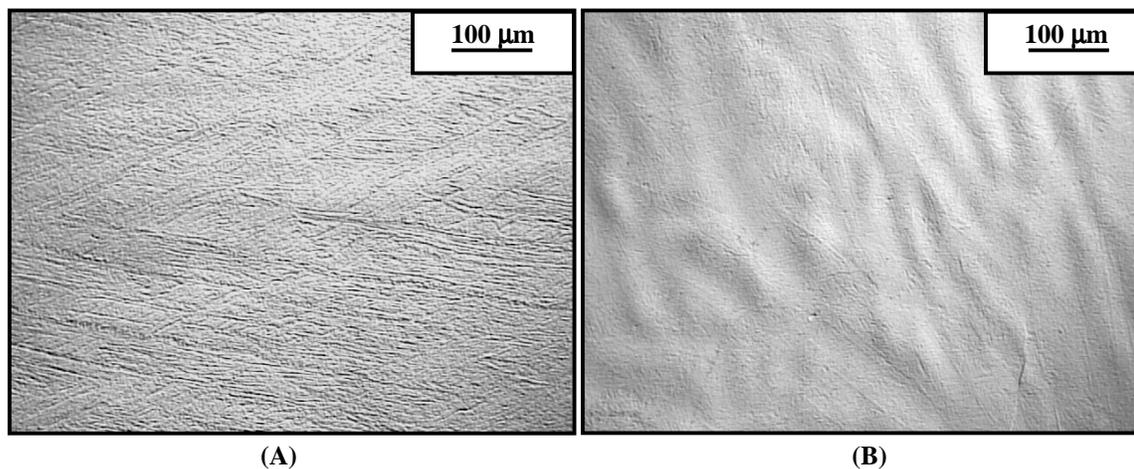


Figura V. 16 – Microscopia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr solubilizada forjada a frio: (A) seção longitudinal e (B) seção transversal.

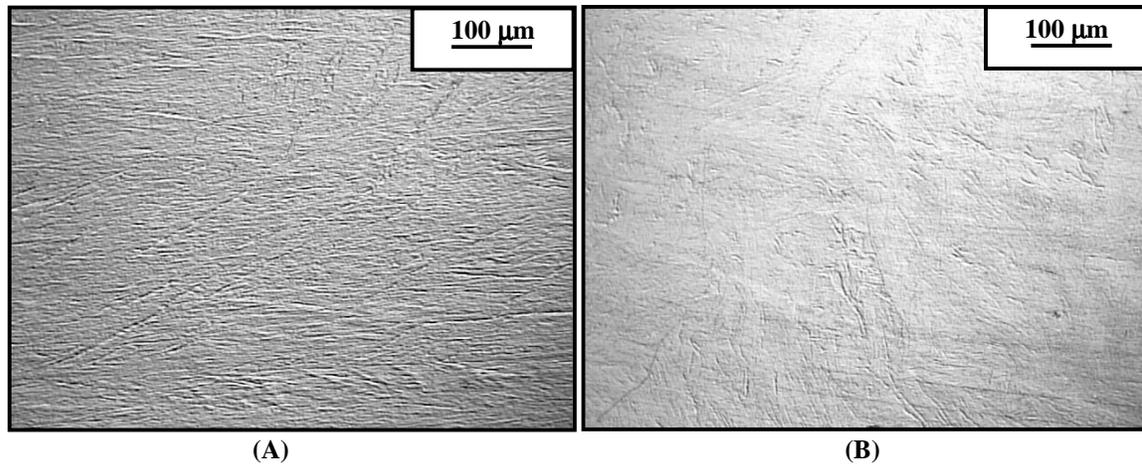


Figura V. 17 – Microscopia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr solubilizada forjada a frio: (A) seção longitudinal e (B) seção transversal.

V.1.4 – Microestrutura das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min sob duas condições de resfriamento

As ligas, após forjamento rotativo a frio, foram submetidas a tratamentos de recristalização a 900°C por 30 minutos nas seguintes condições de resfriamento: em água e ao ar.

V.1.4.1 – Recozidas a 900°C/30min resfriadas em água

As Figuras V.18 e V.19 apresentam micrografias ópticas da ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min resfriadas em água, respectivamente. Com o tratamento de recristalização foi possível recuperar a microestrutura das ligas, obtendo-se uma microestrutura típica de martensita α' , contudo com granulometria menor que as ligas solubilizadas a 1000°C por 60 minutos.

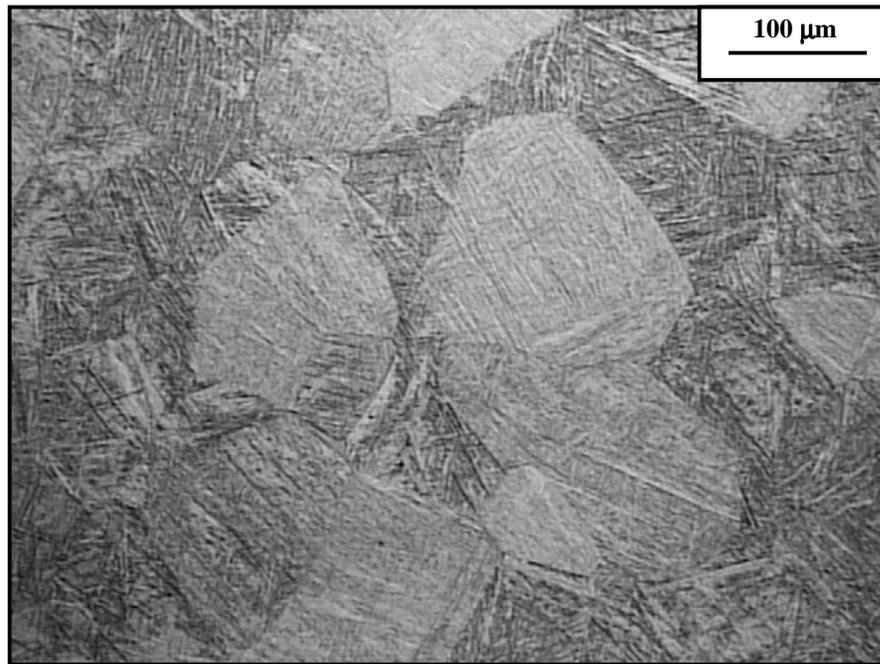


Figura V.18 – Microscopia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água.

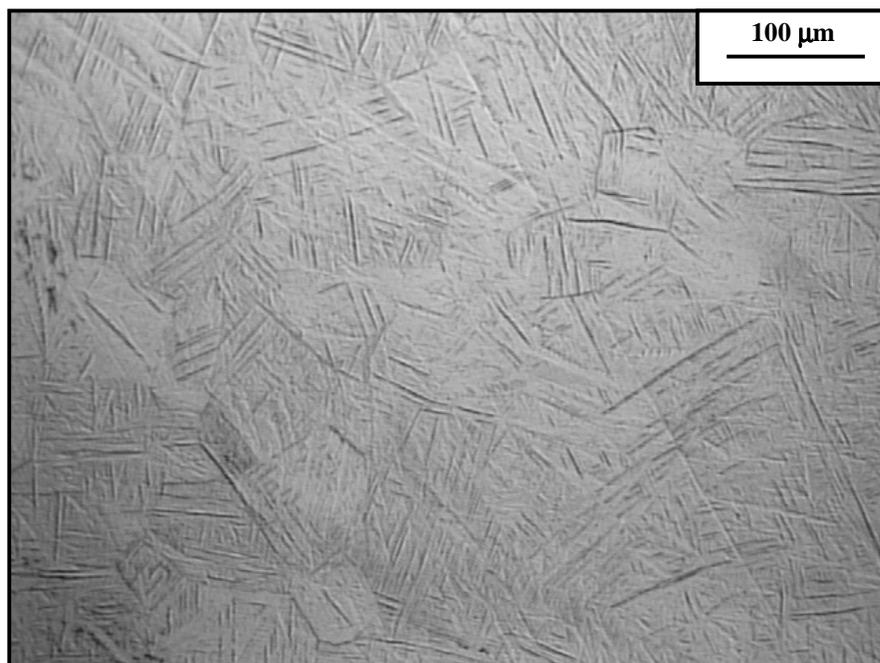


Figura V.19 – Microscopia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água.

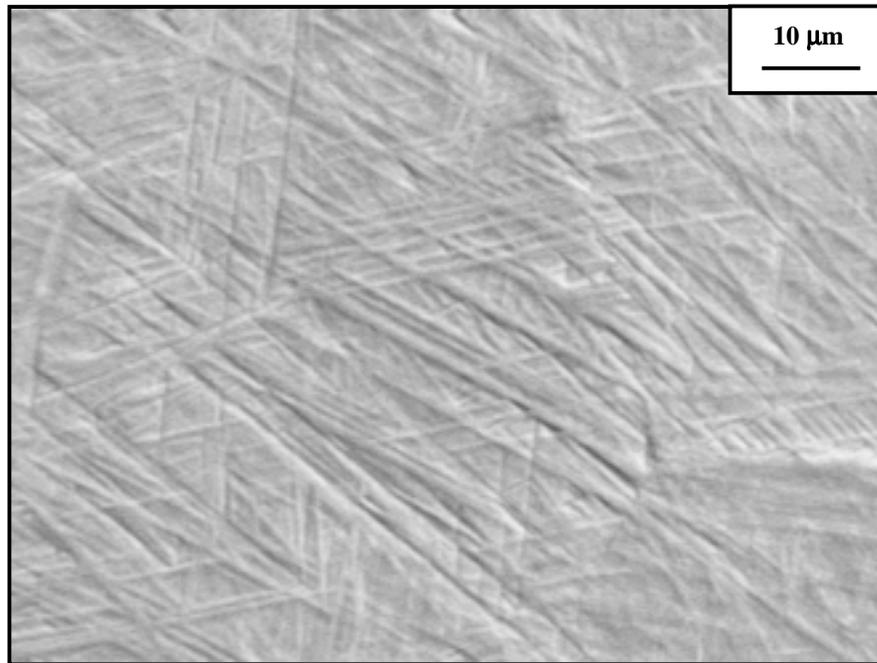


Figura V.20 – Micrografia (MEV) da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°/30min resfriada em água.

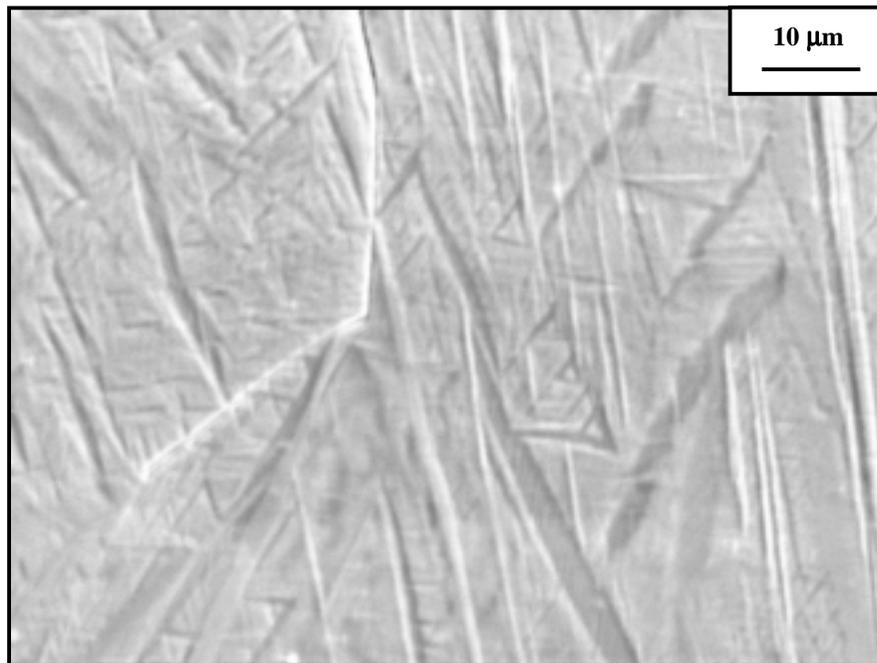


Figura V.21 – Micrografia (MEV) da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°/30min resfriada em água.

As ligas recozidas a 900°C/30min resfriadas em água apresentam microestruturas semelhantes, correspondendo a típica microestrutura matensítica α' como mostram as Figuras V. 20 e 21. Observa-se uma estrutura grosseira na formação das agulhas para a liga com 18% de Nb. Os resultados de microanálise por energia dispersiva (EDS) de ambas as ligas nesta condição de tratamento, não apresentaram alterações significativas entre as regiões clara e escura, apenas reproduziram a composição nominal das ligas, conforme exemplificado a seguir:

Ti-8Nb-13Zr			
	% Ti (em peso)	% Nb (em peso)	% Zr (em peso)
Ponto 1	80,72	6,45	12,83
Ponto 2	79,43	7,63	12,94
Ponto 3	79,30	7,93	12,79

Ti-18Nb-13Zr			
	% Ti (em peso)	% Nb (em peso)	% Zr (em peso)
Ponto 1	68,35	18,42	13,23
Ponto 2	68,51	18,28	13,21
Ponto 3	68,47	18,31	13,22

Considerando-se os resultados da Tabela V.1, obtidos da literatura para a liga Ti-13Nb-13Zr tratada a 760°C/1h resfriada nas seguintes condições: em água (WQ), ao ar (AC) e ao forno (FC) (Geetha et al.,2004b) e os dados de JCPDS das fases α e β do Ti puro, os resultados de difração de raios X das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min e resfriadas em água (Figuras V.22 e V.23) foram analisados, sendo possível identificar os picos característicos da fase α' (hc). Todos os valores contidos na Tabela V.1 foram alinhados levando-se em conta os respectivos valores de intensidade.

Outros resultados obtidos foram os parâmetros de rede da fase α' das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr sendo, respectivamente, $a = 2,9831 \text{ \AA}$ e $c = 4,7315 \text{ \AA}$ e $a = 3,0000 \text{ \AA}$ e $c = 4,7335 \text{ \AA}$. Os cálculos destes possíveis parâmetros foram realizados a partir dos parâmetros de rede da fase α do Ti, por meio de um programa de refino (*Powder Cell*).

Tabela V.1 – Valores de 2θ e respectivas distâncias interplanares $d(\text{\AA})$ das reflexões hkl das fases α ou α' (hc) e β (ccc).

JCPDS			Dados da literatura para a liga Ti-13Nb-13Zr					
Ti - α (hc)			WQ		AC		FC	
(hkl)	$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	α e α' (hc)					
(hkl)	$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$
010	35,09	2,557	35	2,563	35	2,563	35	2,563
002	38,44	2,342	38	2,367	38	2,367	38	2,367
011	40,19	2,244	40	2,254	40	2,254	40	2,254
012	53,06	1,726	52	1,758	52	1,758	52	1,758
110	63,02	1,475	62	1,497	62	1,497	62	1,497
103	70,73	1,332	70	1,344	70	1,344	71	1,344
200	74,13	1,278	76	1,252	76	1,252	76	1,252
112	76,37	1,247	81	1,187				
201	77,37	1,232	86	1,130				

Ti - β			β (ccc)			
(hkl)	$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$
110	38,87	2,315	55	1,669	55	1,669
220	56,13	1,637			70	1,344
211	70,32	1,338			93	1,063

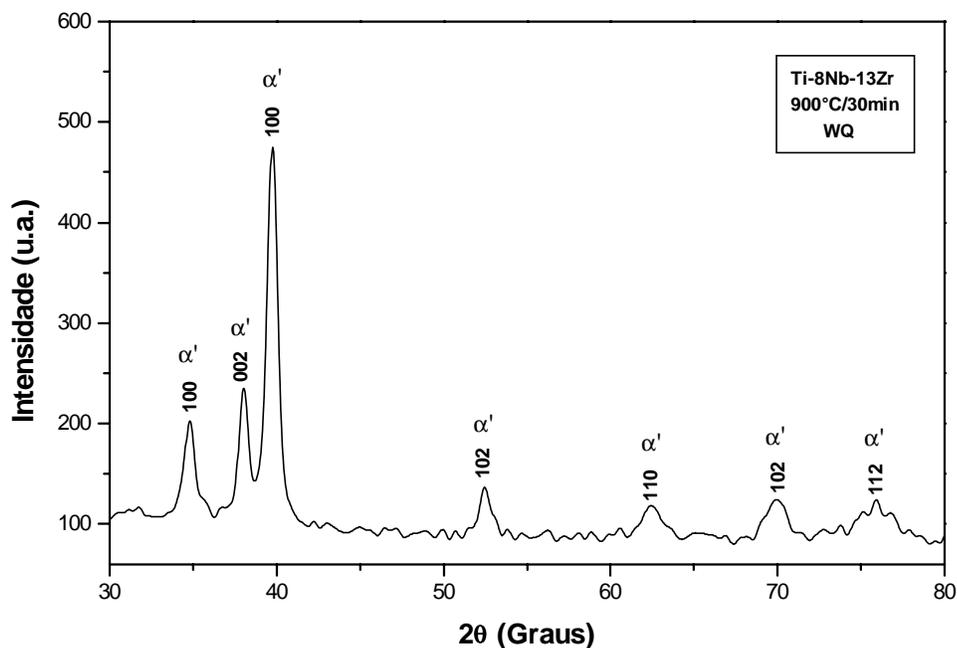


Figura V.22 – Difratoograma da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água (WQ).

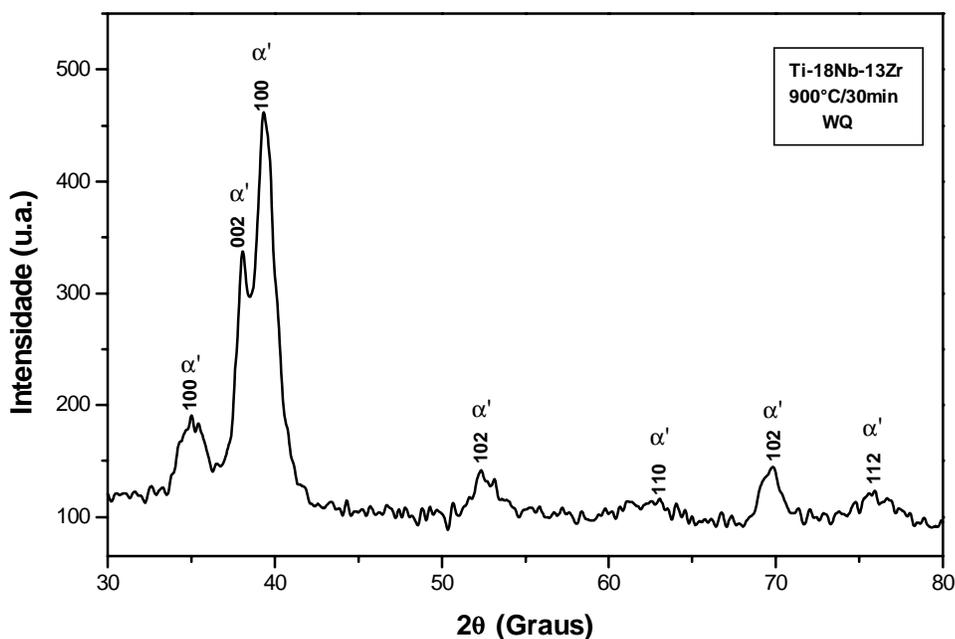


Figura V.23 – Difratoograma da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água (WQ).

V.1.4.2 – Recozidas a 900°C/30min e resfriadas ao ar

As ligas recozidas a 900°C/30min resfriadas ao ar apresentam uma microestrutura constituída de duas fases, além disso, as ligas também apresentam diferenças quanto à distribuição das fases e este fato está relacionado à composição das ligas. As Figuras V.24 e V.25 representam micrografias ópticas da ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr Recozidas resfriadas ao ar, respectivamente, enquanto que as Figuras V.26 e V.27 representam micrografias obtidas via MEV para as ligas nesta condição.

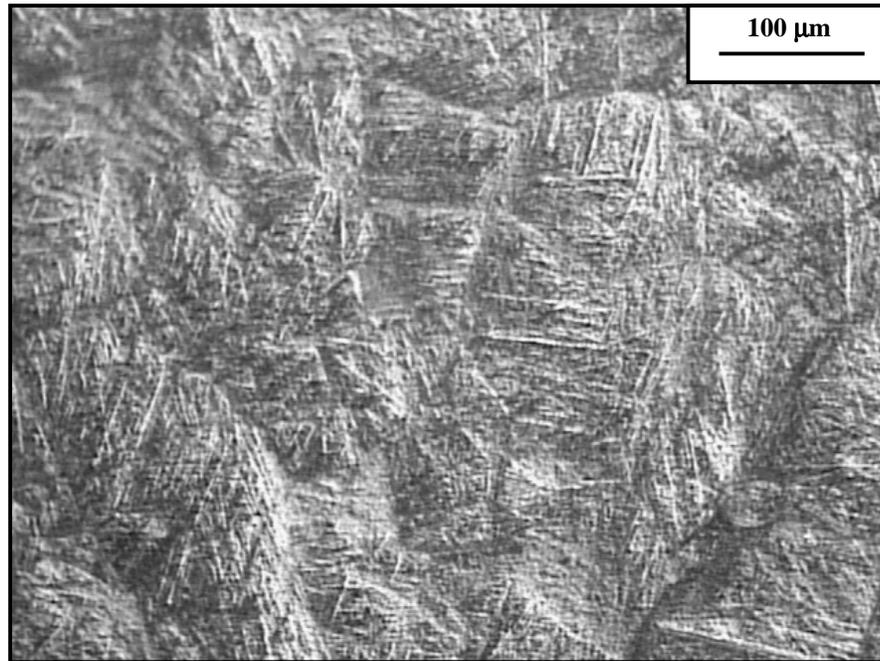


Figura V.24 – Microscopia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.

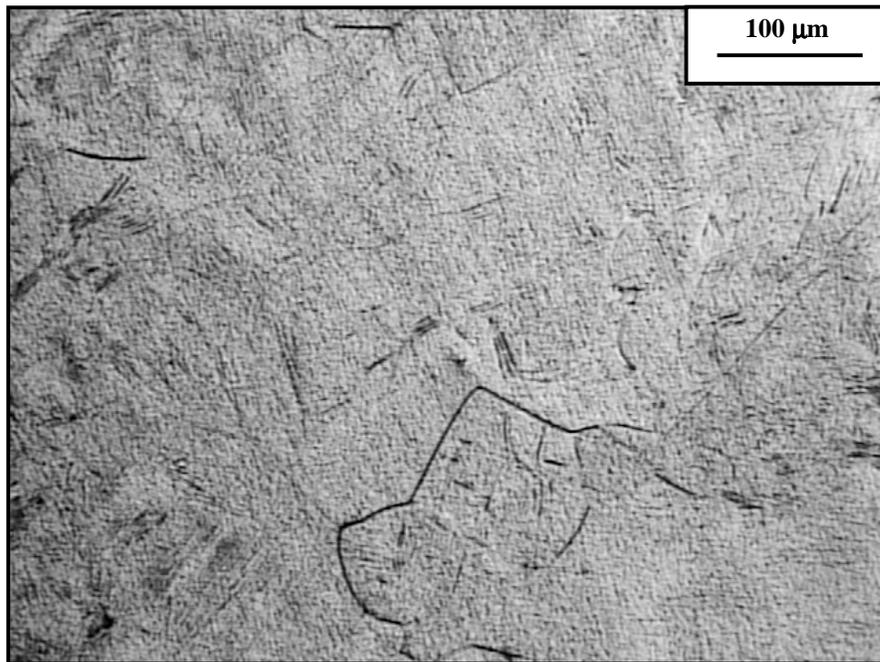


Figura V.25 – Microscopia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.

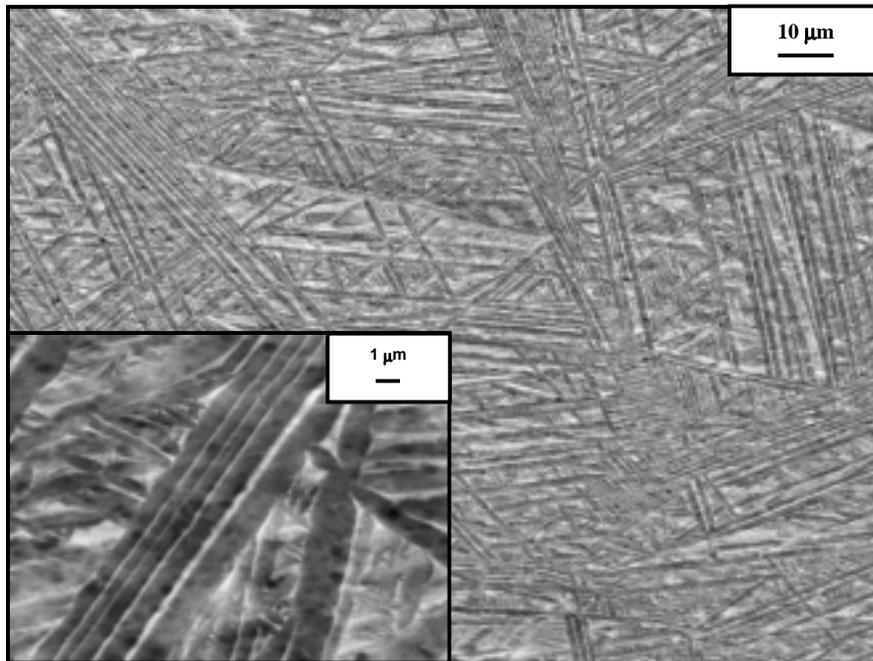


Figura V.26 – Micrografia (MEV) da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.

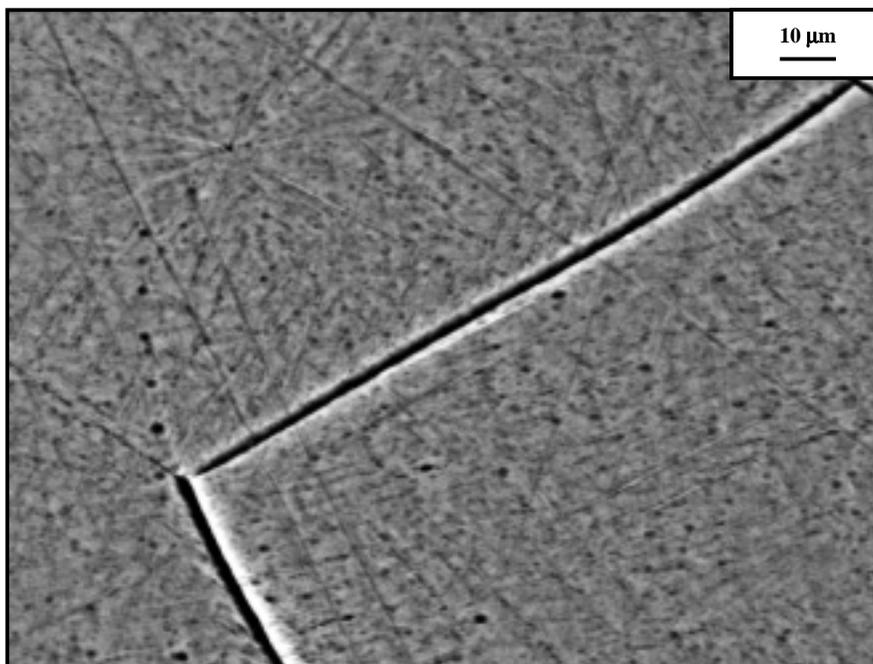


Figura V.27 – Micrografia (MEV) da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.

Os resultados de microanálise por energia dispersiva (EDS), de ambas as ligas nesta condição de tratamento, sugerem diferenças de composição entre as regiões clara e escura, conforme exemplificado a seguir:

		Ti-8Nb-13Zr		
		% Ti (em peso)	% Nb (em peso)	% Zr (em peso)
Região Escura	Ponto 1	76,69	8,92	14,39
	Ponto 2	78,53	7,58	13,89
	Ponto 3	77,23	8,41	14,36
Região Clara	Ponto 1	72,63	11,70	15,67
	Ponto 2	73,49	11,01	15,50

		Ti-18Nb-13Zr		
		% Ti (em peso)	% Nb (em peso)	% Zr (em peso)
Região Escura	Ponto 1	73,45	16,30	10,25
	Ponto 2	71,88	16,77	11,35
	Ponto 3	66,42	19,83	13,76
Região Clara	Ponto 1	65,00	20,12	14,88
	Ponto 2	66,03	19,73	14,24

Para a liga Ti-18Nb-13Zr, os pontos 1 e 2 da região escura correspondem ao contorno de grão e o ponto 3 a um ponto escuro no interior do grão, enquanto que os pontos da região clara correspondem a pontos aleatórios no interior do grão.

A microestrutura da liga com 8% de Nb, na condição recozida resfriada ao ar, apresenta uma malha típica de uma “*basket wave*” ($\alpha+\beta$), como mostra a Figura V.26. A microanálise (EDS) da região clara apresentou menor quantidade de Ti e maior de Nb do que a composição nominal da liga, caracterizando assim a formação da fase β . O resultado de EDS na região escura indicou uma composição próxima à nominal da liga, entretanto esperava-se que esta fase possuísse maior quantidade de Ti, a fim de caracterizar a formação da fase α , em função da aparência “*basket wave*” ($\alpha+\beta$). Este fato está possivelmente relacionado com a dimensão das regiões analisadas, que não foi suficiente para a obtenção de valores de composição confiáveis das fases presentes.

A microestrutura da liga com 18% de Nb, na condição recozida resfriada ao ar, apresenta uma matriz clara com precipitados e uma região escura no contorno de grão, como

apresenta a Figura V.27.

A microanálise (EDS) do contorno de grão (pontos 1 e 2 da região escura) apresenta maior quantidade de Ti e menor de Nb, já a região clara apresenta menor quantidade de Ti e maior de Nb. Desta forma, pode-se afirmar que o contorno de grão é composto da fase α e a matriz da fase β . Supõem-se que, pela maior quantidade de estabilizador da fase β (Nb), grande quantidade da fase α foi deslocada para o contorno de grão havendo competitividade entre as fases durante o resfriamento.

Os resultados de difração de raios X das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min e resfriadas ao ar (Figuras V.28 e V.29) apresentam picos característicos das fases α (hc) e β (ccc), considerando-se resultados apresentados na Tabela V.1. Os possíveis parâmetros de rede calculados das fases α e β para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr foram:

Ti-8Nb-13Zr

Fase α	Fase β
a = 2,9693 Å	a = 3,3156 Å
c = 4,7115 Å	

Ti-18Nb-13Zr

Fase α	Fase β
a = 2,9819 Å	a = 3,2760 Å
c = 4,7115 Å	

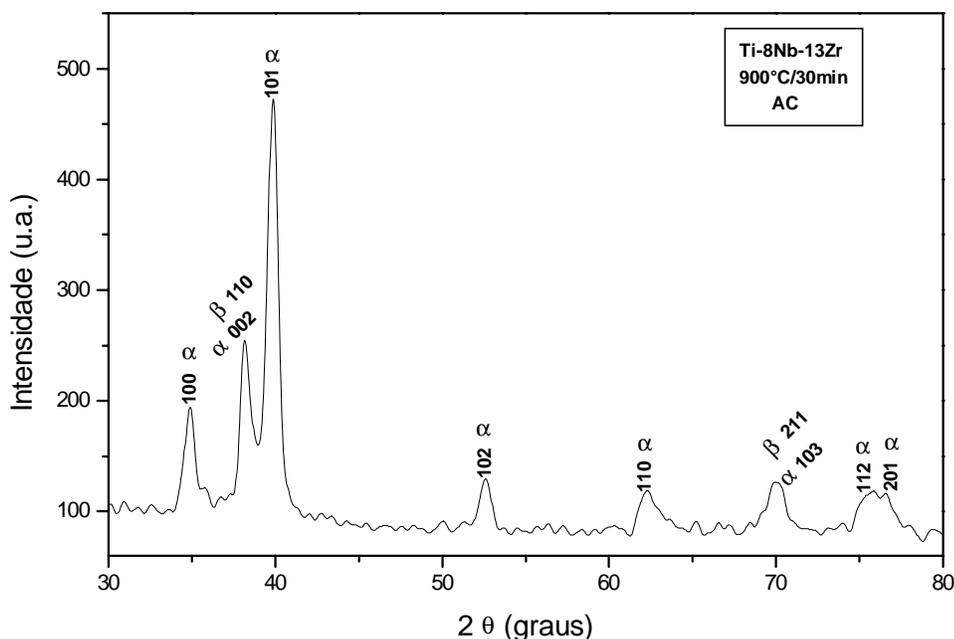


Figura V.28 – Difratoograma da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar (AC).

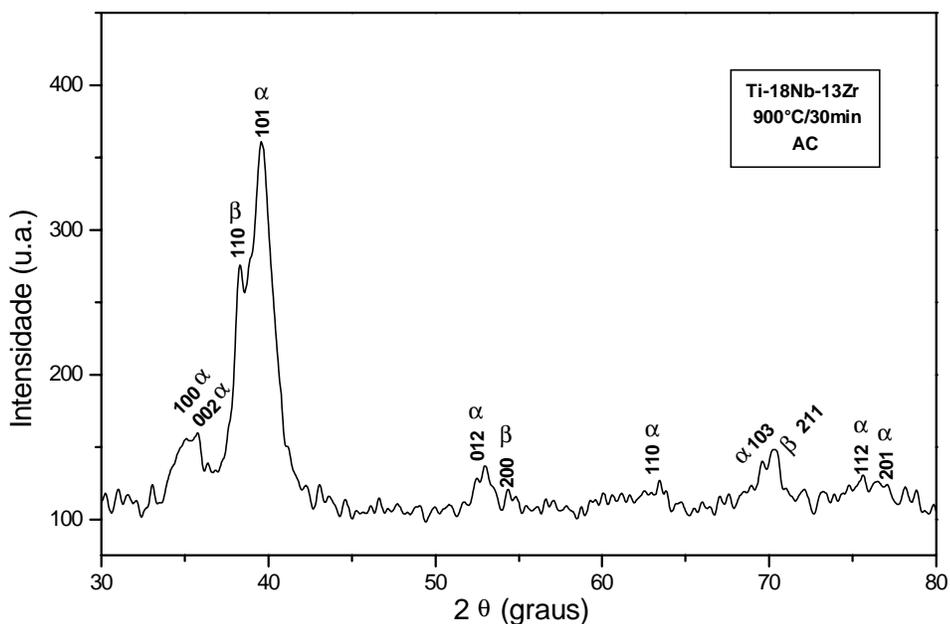


Figura V.29 – Difratograma da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar (AC).

IV.1.5 – Estudos das condições de envelhecimento apropriadas para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr

A liga Ti-8Nb-13Zr recozida foi envelhecida sob diferentes condições de tempo e temperatura, conforme descrito anteriormente, cujas características microestruturais estão apresentadas na Figura V.30. Observa-se que a 600°C a microestrutura não apresenta variação morfológica significativa com a variação do tempo. No entanto, a 500°C a presença de precipitados torna-se mais evidente, sendo que a nucleação e crescimento mostram-se dependentes do tempo. Já a 400°C esses efeitos não são observados pelas técnicas utilizadas neste trabalho.

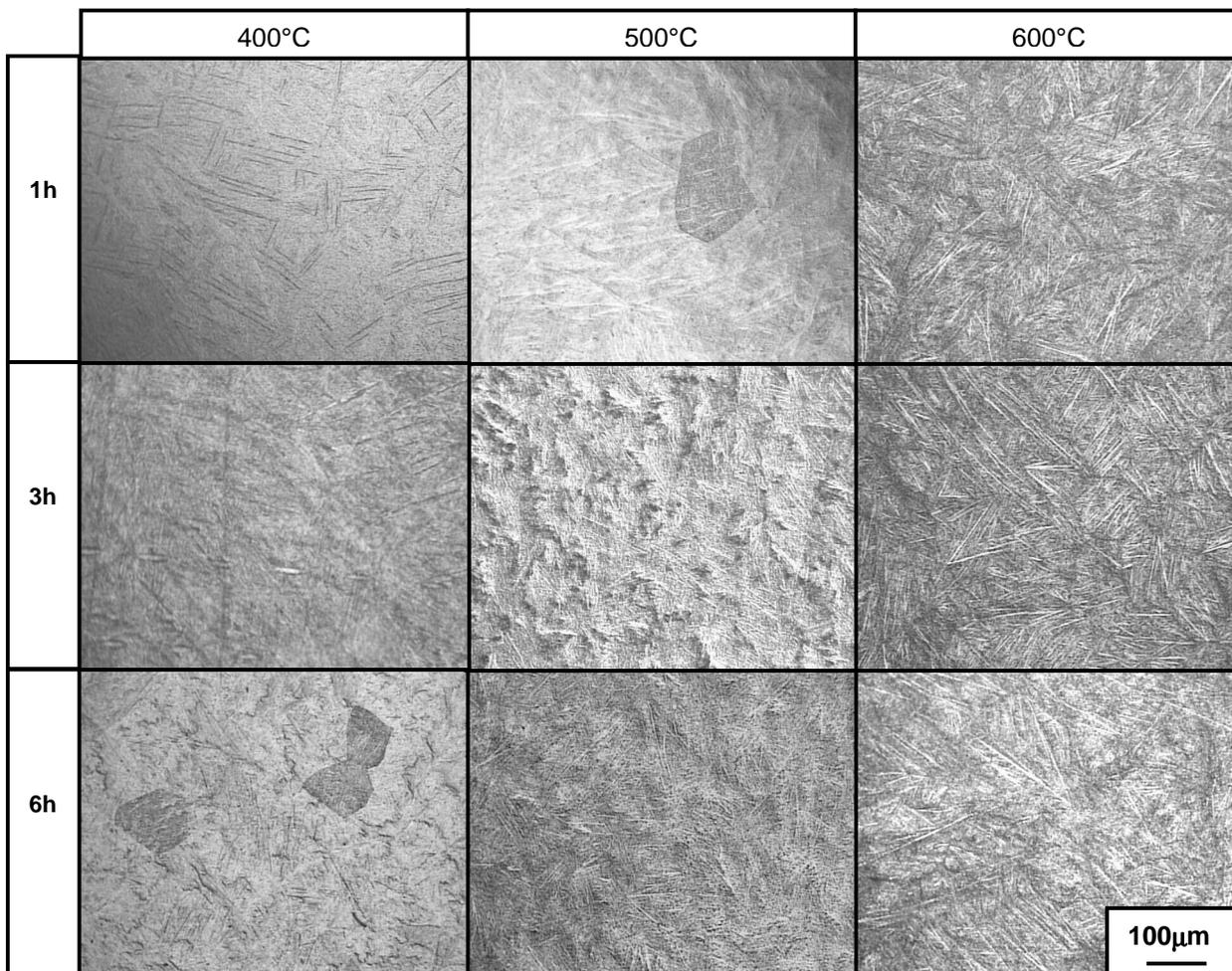


Figura V.30 – Micrografia óptica da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C, 500°C e 600°C por 1h, 3h, 6h.

A Figura V.31 apresenta as características microestruturais da liga Ti-18Nb-13Zr recozida e envelhecida sob as mesmas condições de tempo e temperatura que a liga Ti-8Nb-13Zr. Observa-se que a microestrutura da liga Ti-18Nb-13Zr varia em função tanto do tempo quanto da temperatura. A 400°C ocorre um refinamento microestrutural com o aumento do tempo de tratamento. No entanto, a 500°C/6h a liga apresenta-se com uma microestrutura heterogênea, enquanto que para o tempo de 3h ocorre um crescimento das agulhas finas e um aparente aumento da fração volumétrica de precipitados distribuídos de forma regular quando comparada à microestrutura da tratada por 1h. A 600°C/1h a microestrutura observada é

semelhante àquela de 500°C/3h. Já a 600°C/3h e 6h parece ter ocorrido um agrupamento dos precipitados.

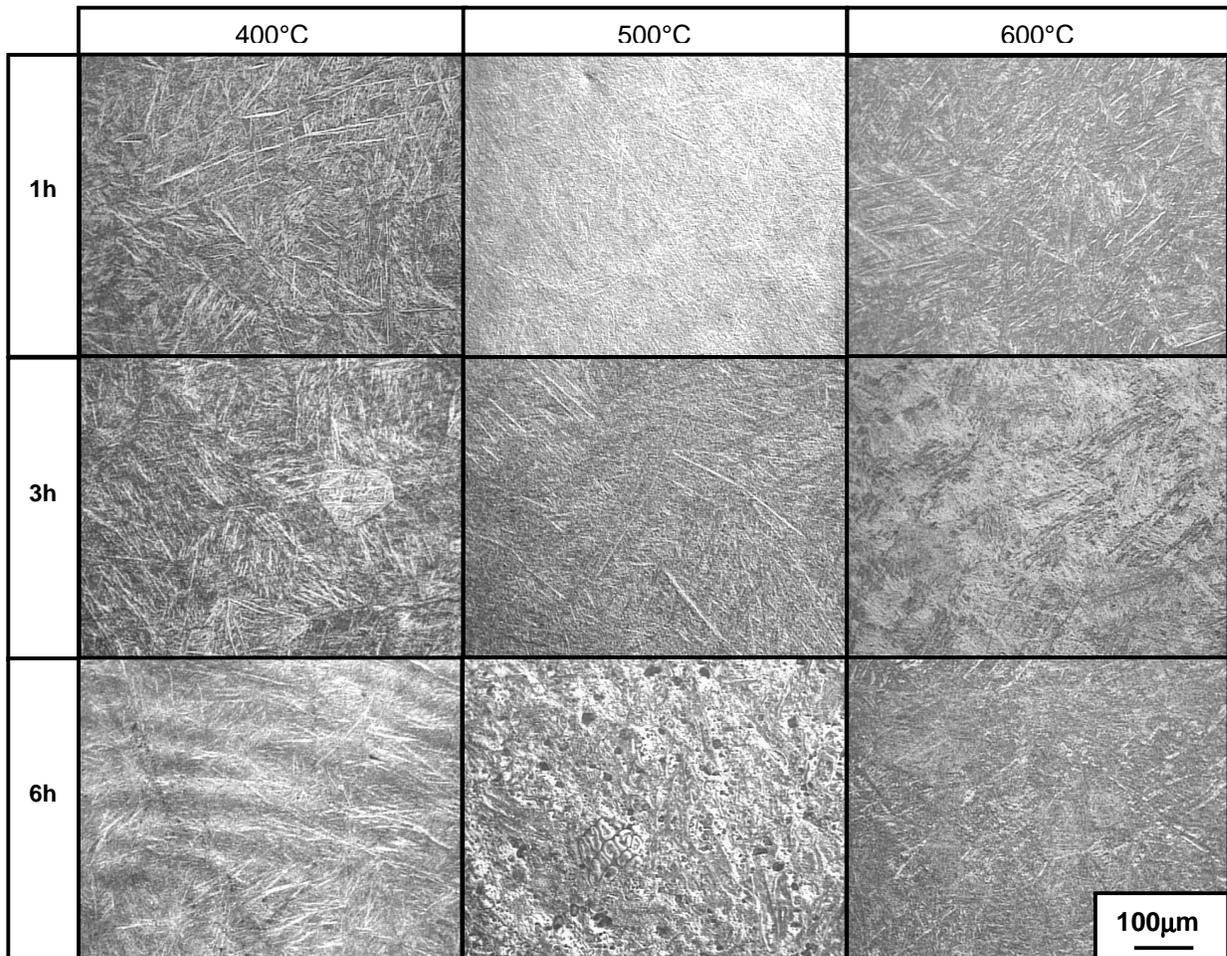


Figura V.31 – Micrografia óptica da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C, 500°C e 600°C por 1, 3 e 6h.

IV.1.5.1 – Avaliação do resultado de microdureza das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr envelhecidas

Os valores médios de microdureza Vickers e respectivos desvios - padrão estão apresentados na Tabela V.1 e a sua representação gráfica nas Figuras IV. 32 e 33, respectivamente, para a, liga, Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr.

Tabela V.2 – Valores médios de microdureza Vickers e seus respectivos desvios - padrão em função do tempo e temperatura do tratamento de envelhecimento para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr.

Temperatura/ Tempo	Ti 8Nb 13Zr		Ti 18Nb 13Zr	
	Microdureza (HV)	Desvio - padrão	Microdureza (HV)	Desvio - padrão
400°C /1h	315,98	0,39	287,45	3,65
400°C /3h	319,79	2,03	325,14	6,06
400°C /6h	327,87	13,19	359,57	2,61
500°C /1h	310,87	2,16	329,02	3,38
500°C /3h	329,12	7,76	349,26	3,97
500°C /6h	344,65	2,87	350,35	7,11
600°C /1h	320,58	4,36	308,73	2,96
600°C /3h	323,23	0,66	306,18	0,13
600°C /6h	306,18	6,19	341,91	2,97

Com base nos valores da Tabela V.2 e na Figura V.32, observa-se que, para a temperatura de 500°C, o aumento nos valores de dureza indica que nestas condições a precipitação ocorre de forma mais adequada, atingindo após 6 horas o maior valor de microdureza. Para a temperatura de 400°C ocorre um aumento suave dos valores de microdureza e após 6 horas é ligeiramente maior que o anterior.

A Figura V.33 apresenta um comportamento distinto para cada temperatura analisada. A julgar pela forma da curva de envelhecimento a 400°C, pode-se concluir de forma preliminar que nesta temperatura ocorre um processo de precipitação associado a distorções na rede cristalina que proporcionam uma variação de microdureza de 288 para 342 HV. Para a temperatura de 500°C observa-se que a partir de 3h não ocorre mudança na microdureza, indicando que possivelmente ocorreu somente um aumento do tamanho médio dos precipitados, conforme observado na Figura V.33.

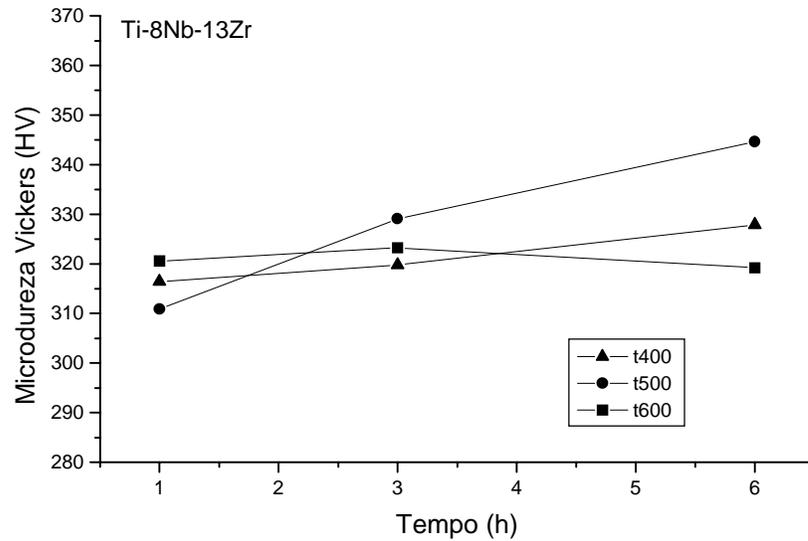


Figura V.32 – Variação da microdureza Vickers em função do tempo e temperatura do tratamento de envelhecimento para a liga Ti-8Nb-13Zr.

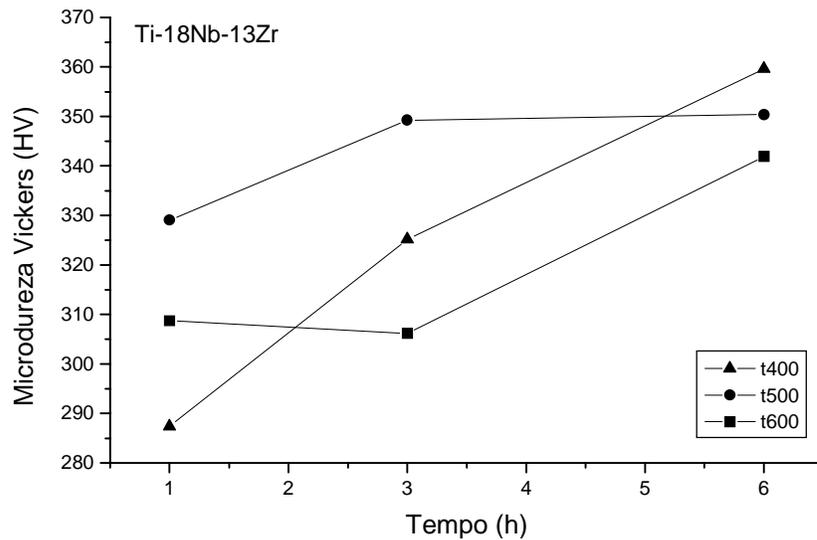


Figura V.33 – Variação da microdureza Vickers em função do tempo e temperatura do tratamento de envelhecimento para a liga Ti-18Nb-13Zr.

As formas das curvas para a temperatura de 600°C, para ambas as ligas (Figuras V.32 e V.33), mostram que esta não é a temperatura adequada de envelhecimento.

Após a análise microestrutural e do comportamento das curvas de envelhecimento foram selecionadas duas condições para avaliação das propriedades mecânicas por meio de ensaio de tração uniaxial: 400°C/6h e 500°C/6h para a liga Ti-8Nb-13Zr e 400°C/6h e

500°C/3h para a liga Ti-18Nb-13Zr. As Figuras V.34 e V.35 apresentam as micrografias obtidas por MEV para as condições selecionadas.

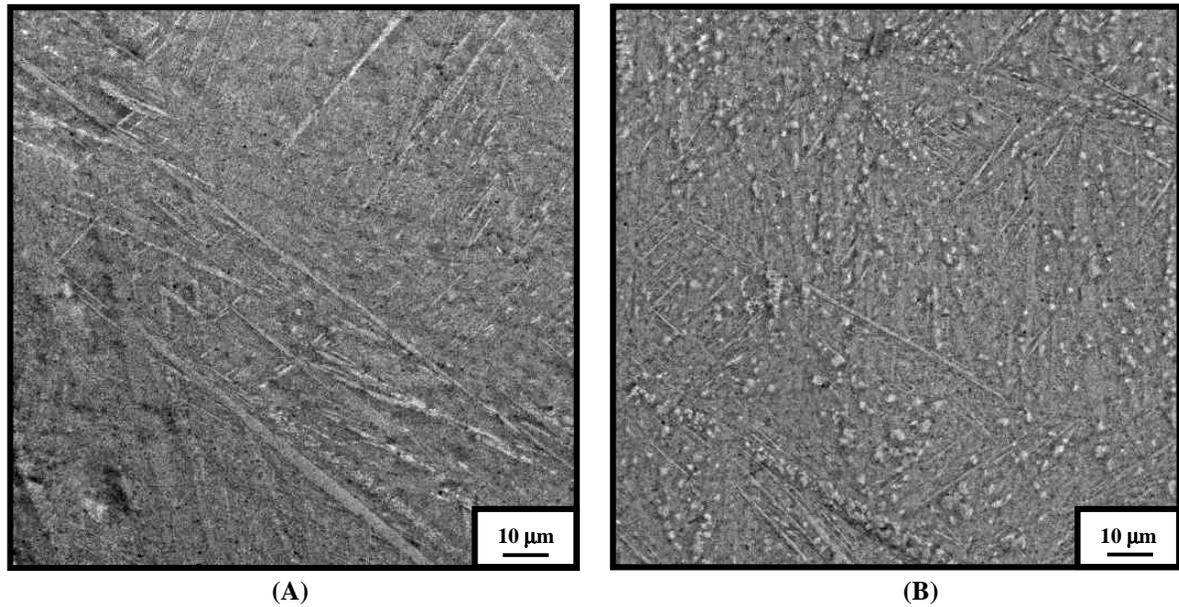


Figura V. 34 - Micrografia obtida por MEV da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a: (A) 400°C/6h e (B) 500°C/6h.

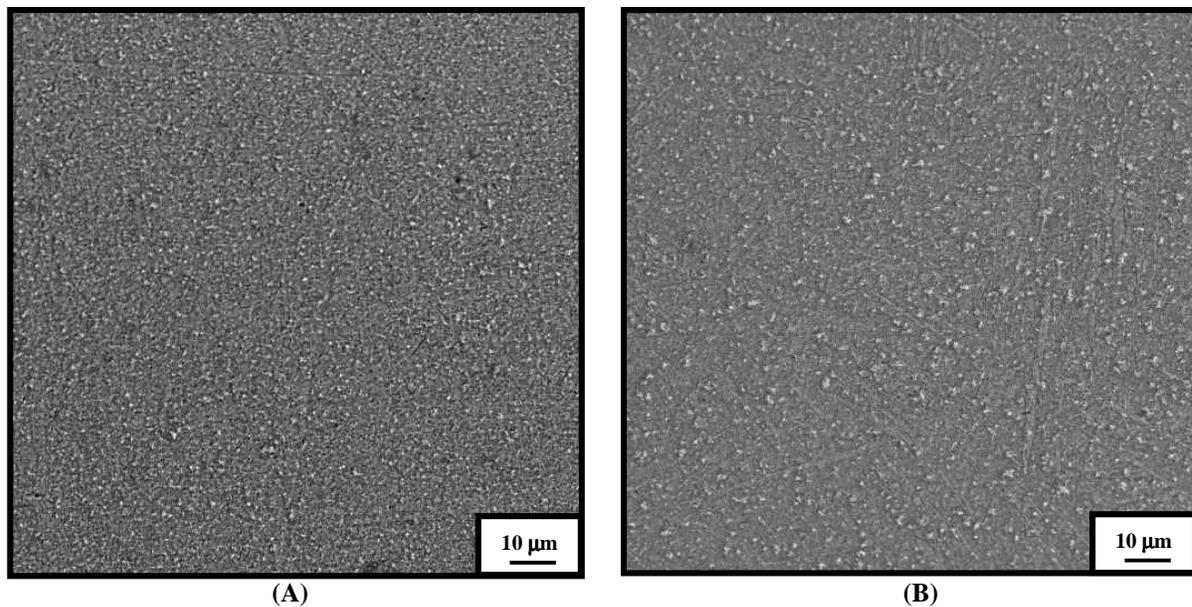


Figura V. 35 - Micrografia obtida por MEV da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a: (A) 400°C/6h e (B) 500°C/3h.

Observa-se que a microestrutura da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h é constituída de uma matriz β (ccc) e ripas α (hc) de diferentes tamanhos e orientações, conforme mostra a Figura V.34 (A). Para a liga envelhecida a 500°C/6h a microestrutura é constituída de precipitados maiores e de ripas de diferentes orientações e tamanhos (Figura V.34-B).

Analisando a Figura V.35, observa-se que a microestrutura da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h é constituída de uma matriz β e precipitados α , sendo estes pequenos, regulares e distribuídos uniformemente. Enquanto que para a condição envelhecida a 500°C/3h, comparada à condição anterior, apresenta microestrutura com precipitados (α) maiores, de diferentes tamanhos e distribuídos aleatoriamente, gerando assim regiões de acúmulo de tensões com diferente intensidade.

Os resultados de difração de raios X das liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h e 500°C/6h (Figuras V.36 e V.37) apresentam picos característicos das fases α (hc) e β (ccc). O mesmo ocorre para a liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h e 500°C/3h, como mostram as Figuras V.38 e V.39.

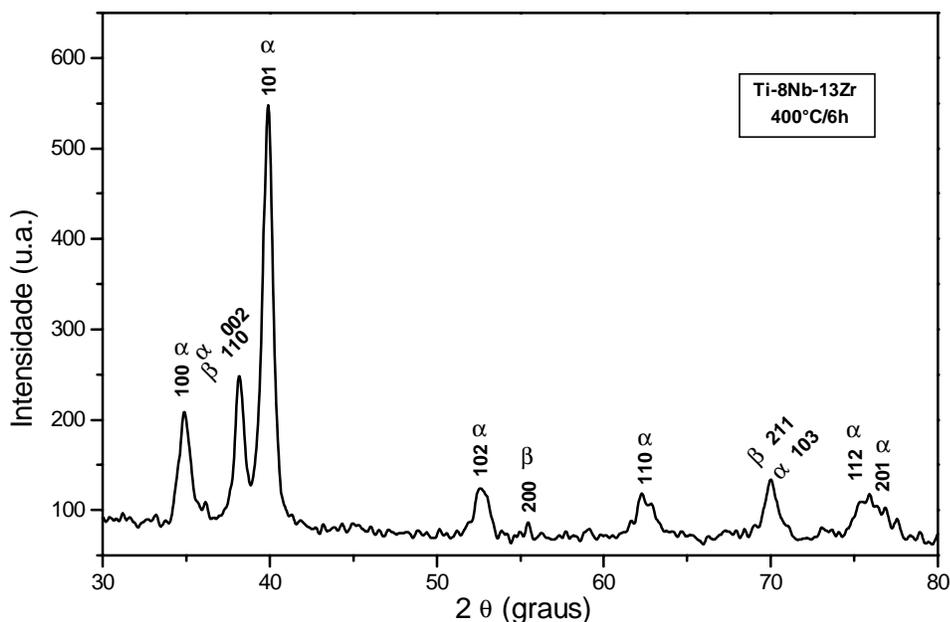


Figura V.36 – Difratograma da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h.

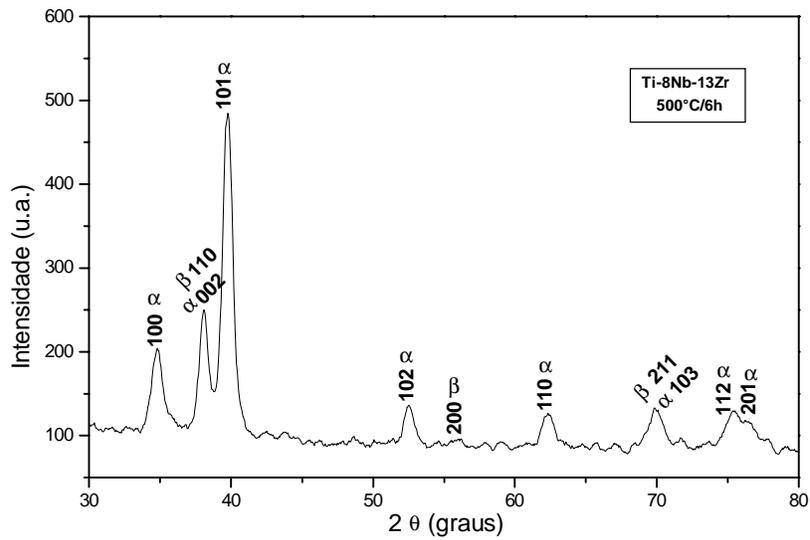


Figura V.37 – Difratoograma da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 500°C/6h.

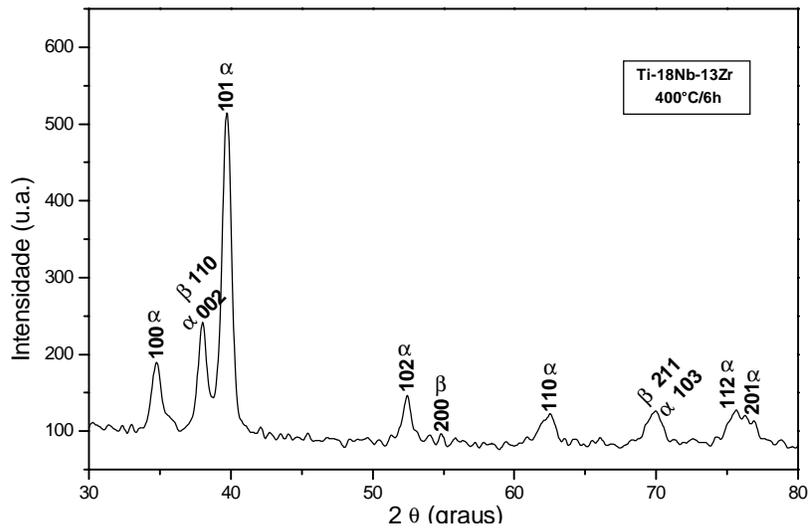


Figura V.38 – Difratoograma da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h.

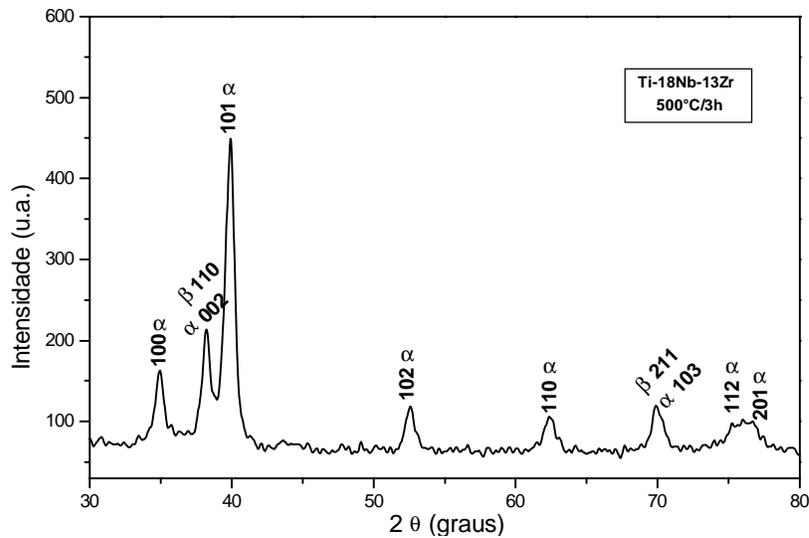


Figura V.39 – Difratoograma da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 500°C/3h.

V.2 – Análise do comportamento mecânico

V.2.1 – Avaliação das propriedades mecânicas da ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas condições: forjada, recozida e envelhecida

A avaliação mecânica das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr é baseada em ensaios de tração uniaxial à temperatura ambiente e de microdureza. Foram realizados no mínimo três ensaios para cada composição nas seguintes condições:

- forjada,
- recozida a 900°C/30min resfriada em água (WQ),
- recozida a 900°C/30min resfriada ao ar (AC),
- envelhecida a 400°C/6h e a 500°C/6h para a liga Ti-8Nb-13Zr, e
- envelhecida a 400°C/6h e a 500°C/3h para a liga Ti-18Nb-13Zr.

As curvas tensão *versus* deformação e os respectivos valores das propriedades mecânicas obtidos para cada corpo – de – prova encontram-se no ANEXO I. Para apresentação dos resultados no texto foi escolhida uma curva, para cada condição, como representativa do comportamento médio.

V.2.1.1 - Ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas condições: forjada e recozida

As Figuras V.40 e V.41 representam as curvas tensão *versus* deformação para a ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, respectivamente, nas condições: forjada, recozidas a 900°C/30min resfriadas em água (WQ) e ao ar (AC) e as Tabelas V.3 e V.4 os valores médios e os respectivos desvios padrão das propriedades mecânicas.

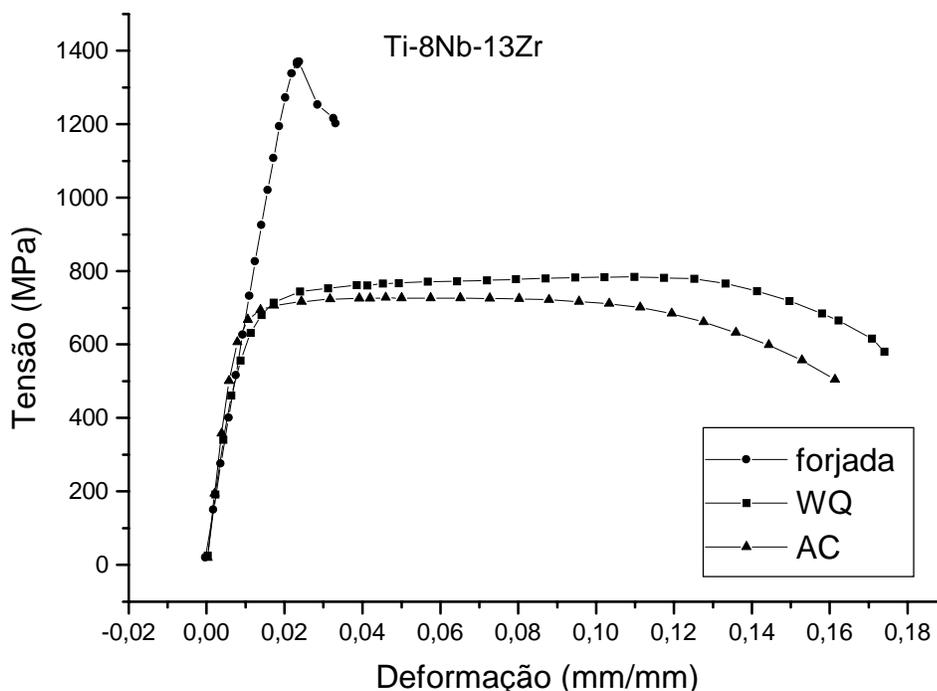


Figura V.40 – Curvas tensão *versus* deformação para a liga Ti-8Nb-13Zr na condições: forjada a frio, recozida 900°C/30min resfriada em água (WQ) e ao ar (AC).

Tabela V.3 – Propriedades mecânicas da liga Ti-8Nb-13Zr na condições: forjada a frio, recozida 900°C/30min resfriada em água (WQ) e ao ar (AC).

Propriedades Mecânicas	Ti-8Nb-13Zr		
	Forjada	WQ	AC
Limite de Resistência (MPa)	1358,59 ± 23,76	772,31 ± 9,33	742,44 ± 18,46
Limite de escoamento (MPa)	1358,59 ± 23,76	582,10 ± 41,50	653,21 ± 16,78
Módulo de Elasticidade (GPa)	62,75 ± 0,46	84,98 ± 1,54	91,71 ± 1,60
Redução em Área	0	52,49 ± 4,79	61,33 ± 1,15
Alongamento (%)	1,50	17,19 ± 0,58	15,37 ± 1,60

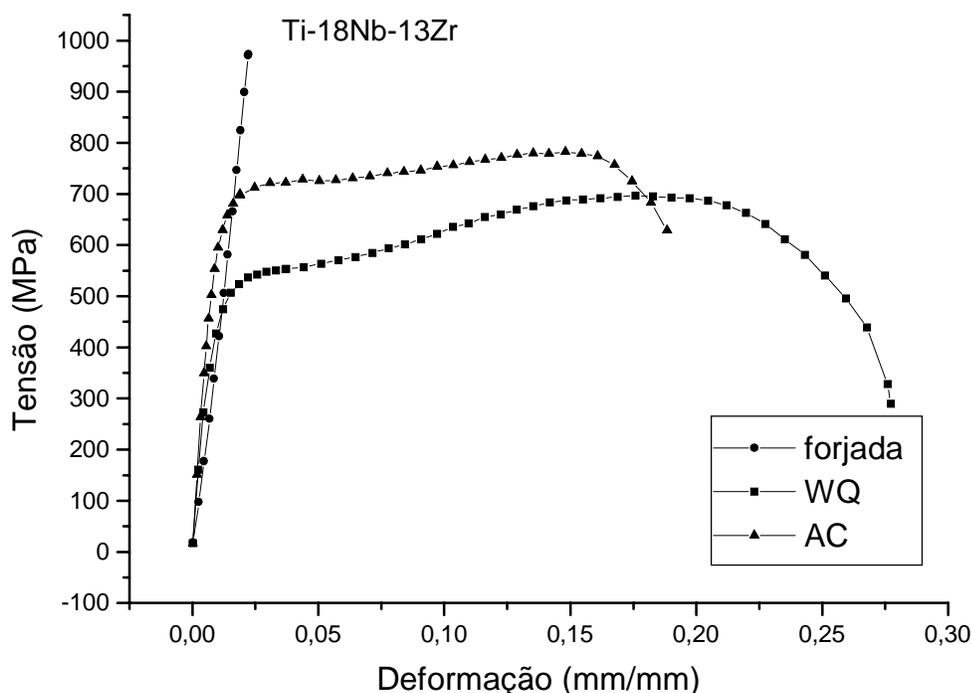


Figura V. 41 – Curvas tensão *versus* deformação para a liga Ti-18Nb-13Zr na condições: forjada a frio, recozida 900°C/30min resfriada em água (WQ) e ao ar (AC).

Tabela V.4 – Propriedades mecânicas da liga Ti-18Nb-13Zr na condições: forjada a frio, recozida 900°C/30min resfriada em água (WQ) e ao ar (AC).

Propriedades Mecânicas	Ti-18Nb-13Zr		
	Forjada	WQ	AC
Limite de Resistência (MPa)	967,80 ± 22,59	713,67 ± 9,40	776,94 ± 9,63
Limite de Escoamento (MPa)	967,80 ± 22,59	399,16 ± 36,19	568,73 ± 18,68
Módulo de Elasticidade (GPa)	41,57 ± 0,88	69,74 ± 0,69	75,27 ± 2,73
Redução em Área	0	57,08 ± 7,60	35,03 ± 6,42
Alongamento (%)	2,30	19,24 ± 1,11	16,59 ± 1,08

Analisando-se os valores das propriedades mecânicas das ligas nas três condições especificadas, nota-se que na condição forjada a frio ambas as ligas apresentam o menor valor

do módulo de elasticidade e maior resistência mecânica em detrimento de uma redução acentuada da ductilidade do material. No entanto, após o tratamento térmico de recozimento a 900°C/30min e posterior resfriamento, tanto em água quanto ao ar, as propriedades mecânicas são alteradas significativamente. Sendo que ocorre uma redução do limite de resistência e de escoamento ao mesmo tempo em que há um aumento do módulo de elasticidade e da ductilidade, como resultado do processo de recristalização conforme apresentado na caracterização microestrutural (Figuras V.20, V.21, V.26 e V.27).

Dos valores médios do limite de resistência, limite de escoamento e alongamento da liga Ti-8Nb-13Zr recozida, contidos na Tabela V.3, percebe-se que não há variações significativas em função da condição de resfriamento. Entretanto, analisando-se as demais propriedades mecânicas percebe-se que a liga resfriada em água (WQ) apresenta menores valores de módulo de elasticidade (84,98GPa) e de redução em área (52,45%) em comparação com a resfriada ao ar (AC), que apresenta os seguintes valores: 91,71GPa e 61,33%, respectivamente.

A liga Ti-18Nb-13Zr, na condição resfriada em água (WQ), apresenta os menores valores médios das propriedades mecânicas (Tabela V.4), com exceção da redução em área que é maior para a liga WQ (57,08%), enquanto que a AC apresenta o seguinte valor: 16,59%. O maior valor do limite de resistência da liga com 18%Nb na condição AC, está relacionado à sua microestrutura (Figura V.27), com precipitados α no contorno de grão.

Comparando-se os resultados da Tabela V.4, entre as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, para a mesma condição de tratamento térmico, nota-se que as propriedades mecânicas variam significativamente em função da composição química e da condição de tratamento térmico. A variação observada para as ligas recozidas e resfriadas em água (WQ) é em função, principalmente, da composição química, já que possuem microestruturas semelhantes (Figuras V.20 e V.21). Nesta condição, a liga com 8% de Nb apresenta maiores

valores de limite de resistência, limite de escoamento e módulo de elasticidade e menores valores de redução em área e alongamento, enquanto que para a liga com 18%Nb tem-se uma inversão dessas relações devido a maior quantidade de Nb.

As ligas quando comparadas na condição recozida e resfriada ao ar (AC), apresentam diferenças microestruturais (Figuras V.26 e V.27) que contribuem, juntamente com a composição química, nos valores obtidos das propriedades mecânicas. A liga com 18%Nb possui maior ductilidade (alongamento % de 35,05) e menor módulo de elasticidade (75,27 GPa), essas relações estão fundamentadas nas características microestruturais.

V.2.1.2 – Ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr envelhecidas

As ligas foram envelhecidas a partir da condição de recozimento 900°C/30min resfriadas em água. A Figura V.42 representa as curvas tensão *versus* deformação para a liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h e 500°C/6h, enquanto que a Figura V.43, para a liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h e 500°C/3h.

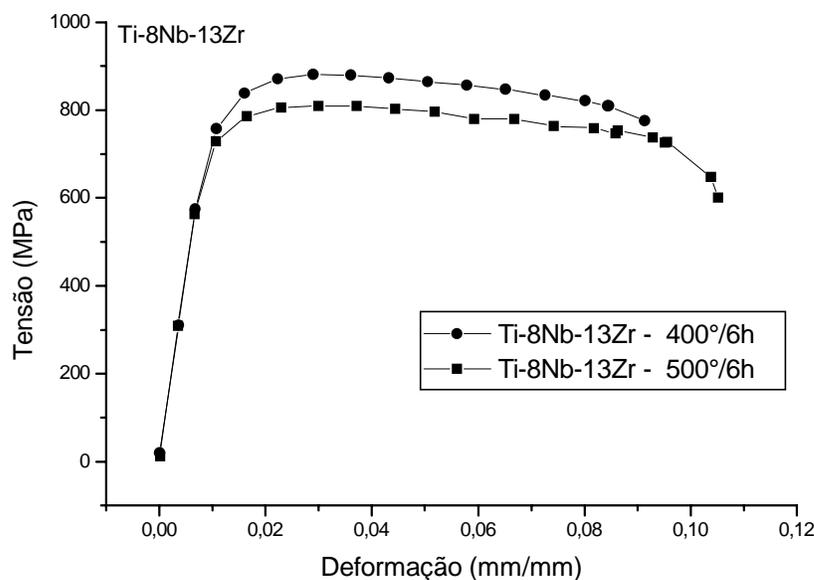


Figura V.42 – Curvas tensão *versus* deformação da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecidas a 400°C/6h e 500°C/6h.

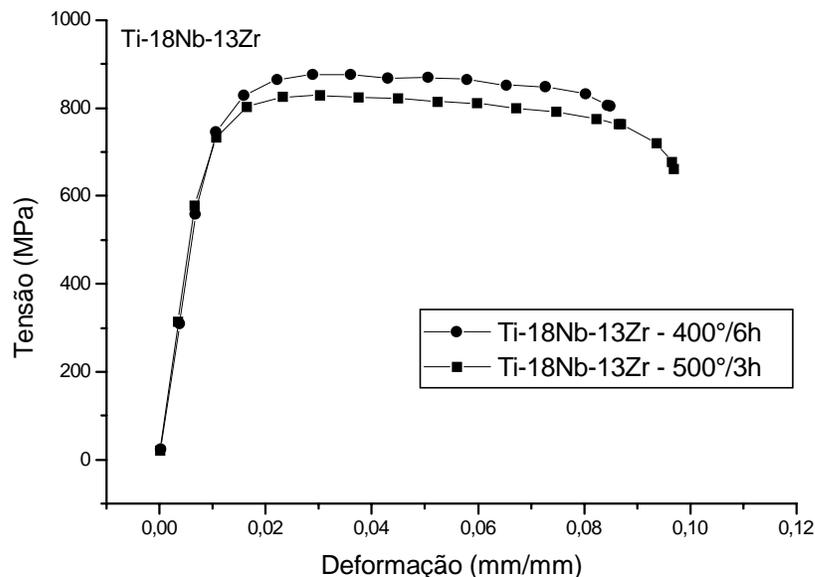


Figura V.43 – Curvas tensão *versus* deformação da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecidas a 400°C/6h e 500°C/3h.

A Tabela V.5 representa os valores médios e respectivos desvios padrão das propriedades mecânicas das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr envelhecidas nas condições especificadas.

Tabela V.5 – Propriedades mecânicas das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr envelhecidas nas condições especificadas.

Propriedades Mecânicas	Ti-8Nb-13Zr		Ti-18Nb-13Zr	
	400°C /6h	500°C/6h	400°C/6h	500°C/3h
Limite de Resistência (MPa)	875,41 ± 7,99	807,92 ± 8,81	860 ± 28	841,86 ± 8,76
Limite de Escoamento (MPa)	764,45 ± 6,69	729,03 ± 10,35	751 ± 29	752,44 ± 14,58
Módulo de Elasticidade (GPa)	82,93 ± 1,11	83,44 ± 2,63	84 ± 5	85,91 ± 1,00
Redução em Área	15,87 ± 4,97	30,85 ± 3,67	12 ± 6	26,45 ± 8,02
Alongamento (%)	7,7 ± 1,5	9,3 ± 1,8	7 ± 2	8,3 ± 0,8

Analisando-se os valores médios das propriedades mecânicas encontrados para a liga Ti-8Nb-13Zr, nota-se que não houve uma variação significativa em função das condições de tratamento de envelhecimento, assim como para a Ti-18Nb-13Zr, nas condições referidas.

Comparando-se os valores das propriedades mecânicas das ligas recozidas resfriadas em água com os valores obtidos para as ligas envelhecidas verifica-se que, com exceção do módulo de elasticidade da liga Ti-8Nb-13Zr, as propriedades mecânicas avaliadas foram nitidamente afetadas com o tratamento de envelhecimento. Este fato pode estar relacionado às distorções do reticulado cristalino, conforme apresentado nas Figuras V.34 e V.35. Ressalta-se que o limite de escoamento é mais afetado que o limite de resistência, para a condição de 400°C/6h, e ocorre uma acentuada redução de ductilidade em termos do alongamento percentual. Percebe-se que nessa faixa de tempo e temperatura do tratamento de envelhecimento (400°C/6h, 500°C/3h e 500°C/6h) não se têm mudanças significativas nas propriedades mecânicas. Isso pode ser um indicativo que uma menor temperatura e/ou tempo de tratamento térmico já seria suficiente para promover as modificações microestruturais que atribuem a esses materiais melhores propriedades.

V.2.2 – Avaliação do comportamento mecânico na região elástica das ligas nas condições: forjada, recozida e envelhecida

A Figura 44 representa o comportamento não linear das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min resfriadas em água (WQ). Para todas as condições das ligas estudadas nota-se um comportamento não linear da região elástica (até 2% da deformação), semelhante ao da Figura V.44. As curvas tensão *versus* deformação até 2% da deformação total das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min resfriadas ao ar (AC) e envelhecidas a 400°C/6h, 500°C/3h e 500°C/6h, encontram-se no ANEXO II. A seguir será apresentado o estudo das propriedades mecânicas, para todas as condições estudadas, da região elástica com base na equação modificada de Ramberg-Osgood (apresentada no item III.4.1).

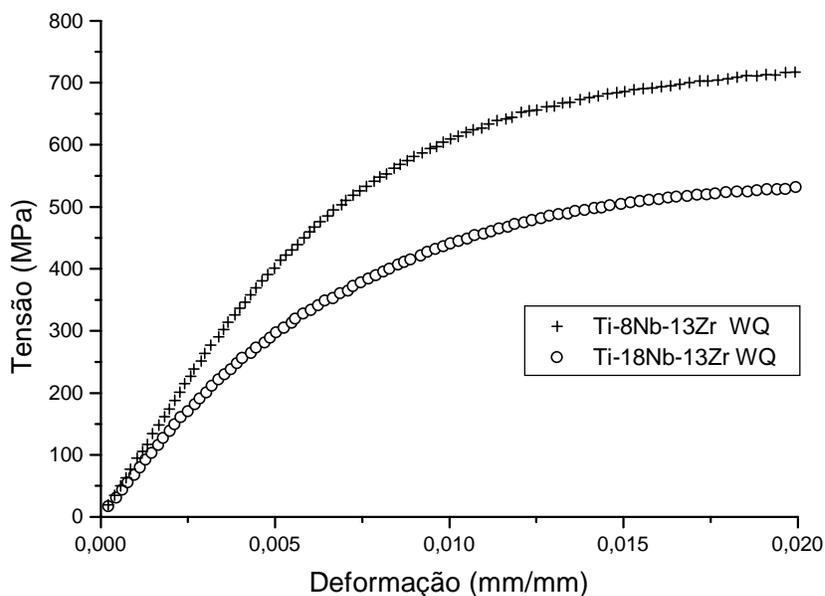


Figura V.44 – Curvas tensão *versus* deformação até 2% da deformação total das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min resfriadas em água (WQ).

A Tabela V.6 apresenta as propriedades mecânicas obtidas na região elástica para ambas as ligas nas seguintes condições: recozida a 900°C/30min resfriada em água (WQ), recozida a 900°C/30min resfriada em água (AC), envelhecida a 400°C/6h, 500°C/3h e 500°C/6h. Essas propriedades foram utilizadas para modelar a região elástica segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood, eq. (2). A representação gráfica para ambas as ligas em cada condição estudada encontra-se no ANEXO II.

Tabela V.6 – Propriedades mecânicas das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr.

Liga	Condição	Propriedades Mecânicas				
		E_0 (GPa)	$\sigma_{0,01}$ (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	$\epsilon_{0,2}$	n
Ti-8Nb-13Zr	WQ	88,80	285	551	0,00810	4,56
	AC	93,84	459	668	0,00910	7,98
	400°C/6h	83,98	596	765	0,01100	12,00
	500°C/6h	84,32	595	727	0,01040	14,95
Ti-18Nb-13Zr	WQ	70,40	191	374	0,0073	4,46
	AC	74,96	275	557	0,0093	4,24
	400°C/6h	80,70	585	764	0,0113	11,22
	500°C/3h	87,45	593	733	0,0103	14,13

O grau de não linearidade da região elástica é quantificado pelo parâmetro n , ou seja, a não linearidade é mais evidente quanto menor for o valor de n . Este parâmetro foi calculado pela eq. (3), nota-se que as ligas envelhecidas apresentam maiores valores de n devido à maior linearidade da região elástica comparada às outras condições estudadas.

A Figura V.45 representa curvas do módulo tangente *versus* tensão das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min resfriadas em água (WQ) e ao ar (AC), e envelhecidas a 400°C/6h, a 500°C/6h e a 500°C/3h. Nota-se que as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr na condição recozida a 900°C/30min resfriada em água e ao ar apresentam módulos tangentes que variam em função da tensão aplicada, ou seja à medida que a tensão aumenta o valor do módulo tangente diminui. Na condição envelhecida, a 400°C/6h e 500°C/6h, a liga com 8% Nb apresenta módulos tangentes constantes, de aproximadamente 85GPa, para tensões até 500MPa. Para a liga com 18% Nb, envelhecida a 400°C/6h e 500°C/3h, os valores de módulos tangentes também são constantes, contudo de valores distintos, sendo 80GPa para a primeira condição e 87GPa para a segunda condição, para valores de tensão até 500MPa.

Das curvas módulo secante *versus* tensão das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, mostradas na Figura V.46, observa-se um comportamento semelhante para a liga com 8% Nb na condição recozida a 900°C/30min resfriada tanto em água quanto ao ar. O mesmo comportamento é observado para a liga com 18% Nb nas mesmas condições. Assim como, para o módulo tangente, o módulo secante diminui com o aumento da tensão para as ligas na condição recozida WQ e AC. A liga com 8% Nb envelhecida a 400°C/6h e 500°C/6h apresenta módulos secantes constantes de aproximadamente 84GPa até 600MPa. A liga com 18% Nb envelhecida a 400°C/6h e 500°C/3h também apresenta módulos secantes constantes, sendo 80GPa para a primeira condição e 87GPa para a segunda condição, para tensão de até 600MPa.

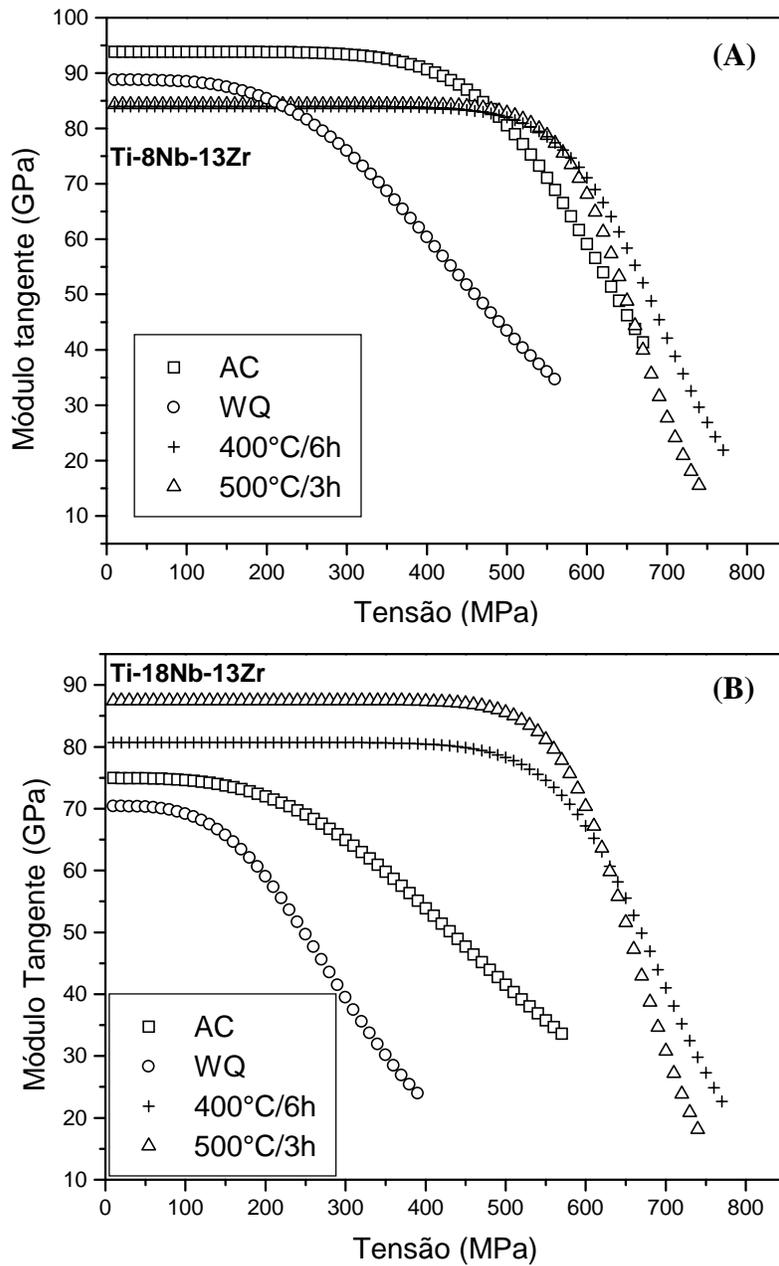


Figura V.45 – Módulo tangente *versus* tensão das ligas: (A) Ti-8Nb-13Zr e (B) Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min resfriadas em água (WQ), ao ar (AC), envelhecidas a 400°C/6h, 500°C/6h e 500°C/3h.

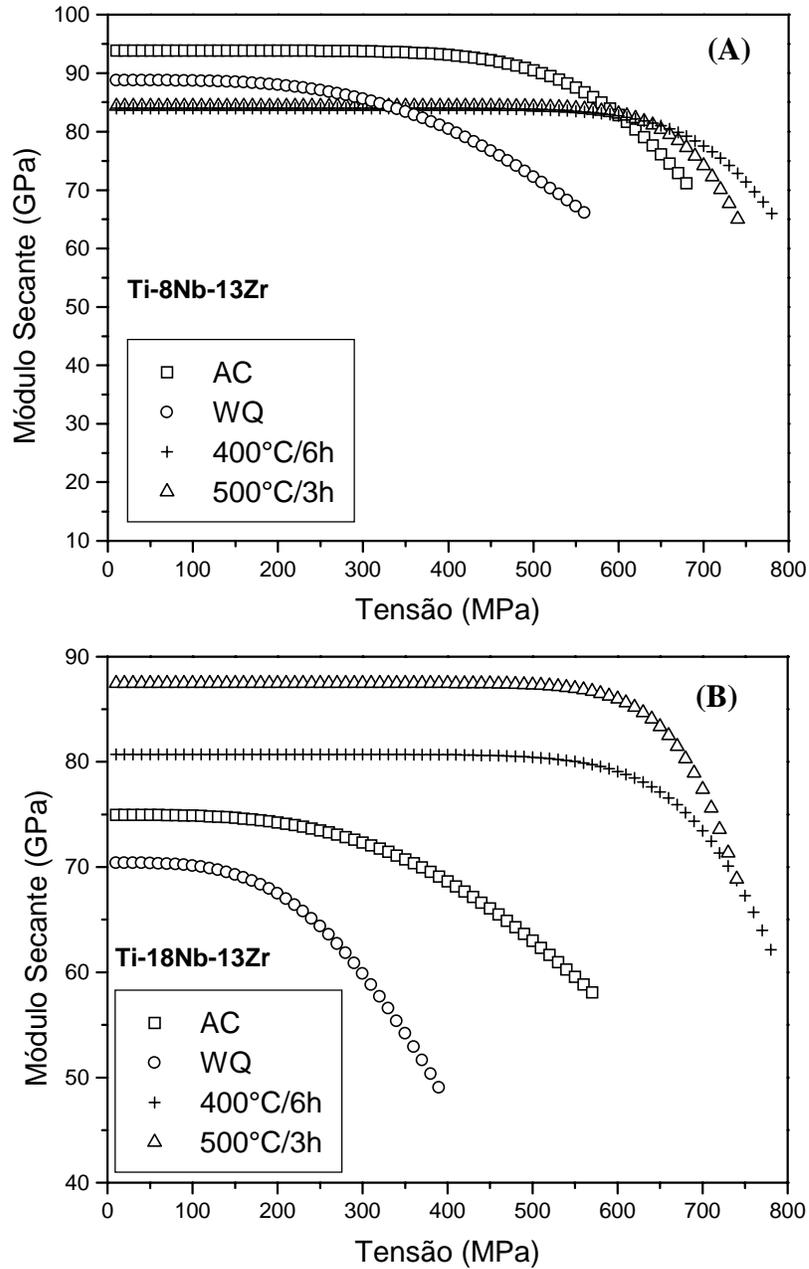


Figura V.46 – Módulo secante *versus* tensão das ligas: (A) Ti-8Nb-13Zr e (B) Ti-18Nb-13Zr recozidas a 900°C/30min resfriadas em água (WQ), ao ar (AC), envelhecidas a 400°C/6h, 500°C/6h e 500°C/3h.

V.2.3 – Avaliação dos resultados de microdureza da ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr

A Tabela V.7 representa os valores de microdureza para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas condições descritas.

Considerando a maior quantidade do elemento Nb na liga Ti-18Nb-13Zr, que lhe confere maior ductilidade, verifica-se que os valores de microdureza são menores que os da liga Ti-8Nb-13Zr para a maioria das condições de tratamento termomecânico avaliada, invertendo-se apenas na condição recozida AC. Esta inversão está relacionada às diferenças microestruturais observadas (Figuras V.26 e V.27).

Tabela V.7 - Valores de microdureza (HV) para as ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr.

Condição da liga	Medidas de microdureza (HV)	
	Ti-8Nb-13Zr	Ti-18Nb-13Zr
Estrutura bruta de fusão	259,34 ± 13,08	260,18 ± 5,94
Tratada 1000°C/60min (WQ)	276,39 ± 9,28	221,34 ± 5,67
Tratada 1000°C/30min (WQ)	307,05 ± 27,22	221,55 ± 12,91
Tratada 900°C/60min (WQ)	249,29 ± 9,21	216,11 ± 9,69
Tratada 900°C/30min (WQ)	246,83 ± 16,18	203,71 ± 5,81
Forjada	296,76 ± 17,48	259,15 ± 8,17
Recozida a 900°C/30min (WQ)	268,45 ± 4,48	229,22 ± 6,22
Recozida a 900°C/30min (AC)	278,29 ± 21,14	292,48 ± 8,42

V.3 – Análise fractográfica das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr

V.3.1 - Análise fractográfica das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas seguintes condições:forjada e recozida

Neste item são analisadas as superfícies de fratura de ambas as ligas nas condições forjada, recozida a 900°C/30min resfriada em água e recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.

Para ambas as ligas nas três condições observou-se que os micromecanismos responsáveis pelo processo de fratura estão relacionados com a nucleação e coalescência de microcavidades. A morfologia dos *dimples* varia de acordo com a região da superfície fraturada, sendo equiaxiais na região central e parabólicos na região periférica, típicos de região cisalhada.

A liga com 8%Nb, na condição forjada, apresenta *dimples* pequenos quando comparados aos da liga com 18% Nb (Figuras V.47 – V.50). Isto está relacionado ao fato de que o Nb, sendo estabilizador da fase β (ccc), seria o responsável por atribuir maior alívio de tensão, gerada pela movimentação de discordâncias (defeitos de linha), durante o processo de deformação a frio. Sendo assim, a liga com 18%Nb apresenta maior atividade da fase β , caracterizando uma superfície de fratura com *dimples* irregulares (de tamanhos variados).

Para a condição recozida resfriada em água, ambas as ligas possuem microestruturas martensíticas α' (hc) onde as agulhas são mais finas para a liga com 8% Nb, sendo este fato responsável pela maior resistência do material quando comparado com a liga com 18% Nb. As agulhas mais finas proporcionam uma maior distorção na estrutura cristalina, gerando campos internos de tensão e maior dificuldade de movimentação das discordâncias. Por esta razão há uma maior quantidade de *dimples* e eles são distribuídos de forma homogênea, conforme apresentado nas Figuras V.51 e V.52. Para a liga com 18%Nb, a atividade das

discordâncias é maior, ou seja, movimentam-se com maior facilidade, devido à maior quantidade de Nb (ccc). Analisando-se a fractografia desta liga, Figuras V.53 e V.54, nota-se que os *dimples* são de tamanhos variados, podendo ser devido à diferença na concentração de tensão em diferentes pontos da estrutura.

Para a condição recozidas resfriadas ao ar, ambas as ligas também apresentam diferenças em suas microestruturas, conseqüentemente também na superfície de fratura. Devido à microestrutura típica de Widmanstätten da liga com 8%Nb (Figura V.26), o espaço livre para a movimentação de discordâncias é menor, conduzindo a uma a estrutura de *dimples* praticamente uniforme (Figuras V.55 e V.56). O mesmo não ocorre para a liga com 18%Nb, onde a microestrutura é constituída de uma matriz β com precipitados α no interior e no contorno de grão (Figura V.27). Na superfície de fratura da liga com 18% Nb, Figuras V.57 e V.58, há presença de trincas subcríticas, que foram possivelmente formadas pelo alívio de tensões devido à alta resistência do contorno de grão, constituído de fase α , promovendo o processo de acomodação com maior intensidade no interior do grão.

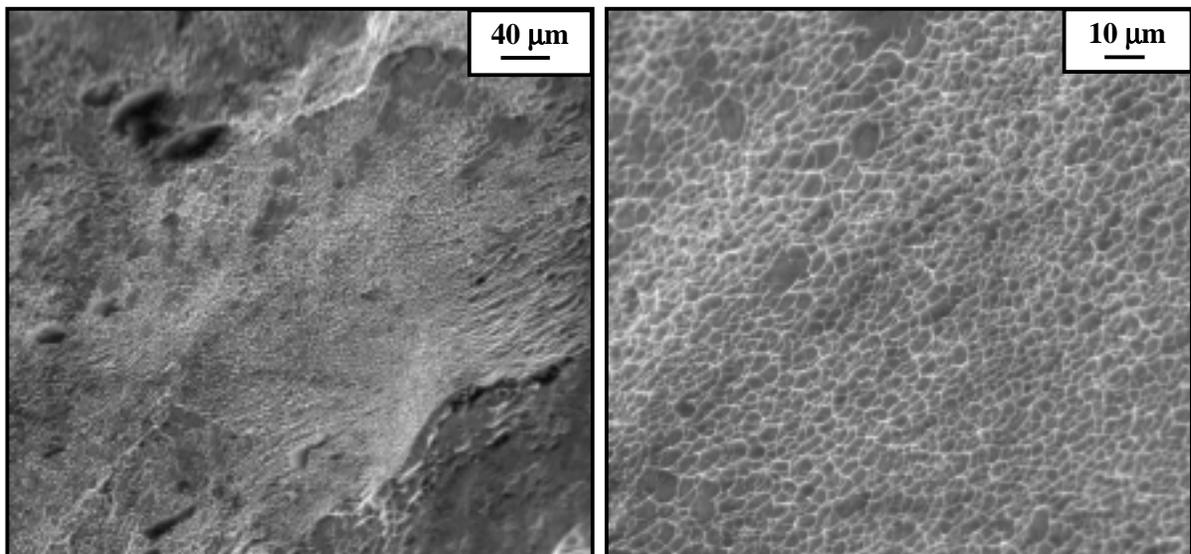


Figura V.47 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr forjada a frio: região central do corpo – de – prova.

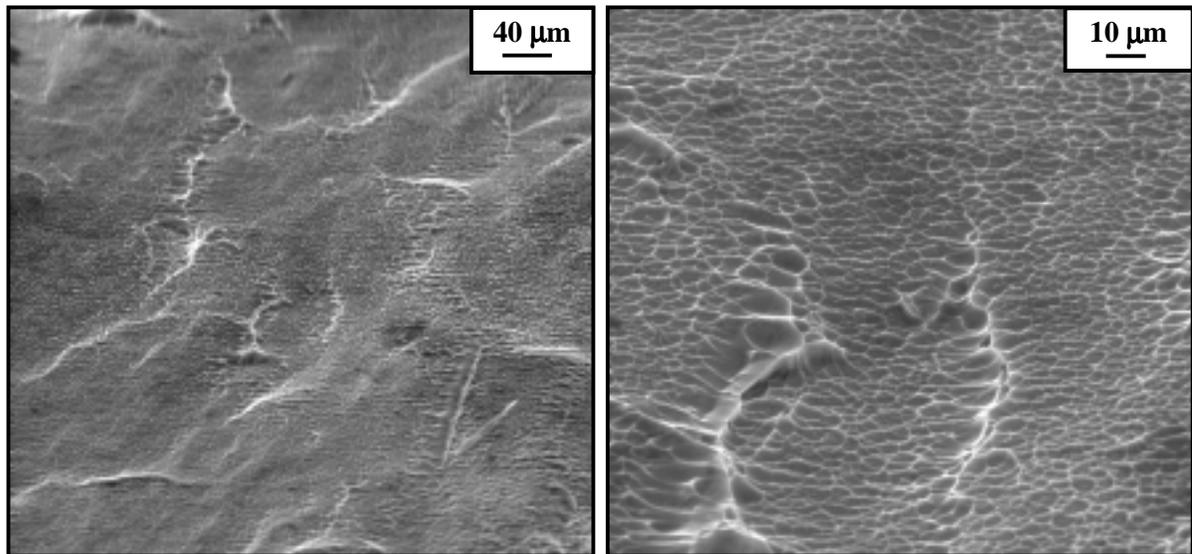


Figura V.48 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr forjada a frio: região periférica do corpo – de – prova.

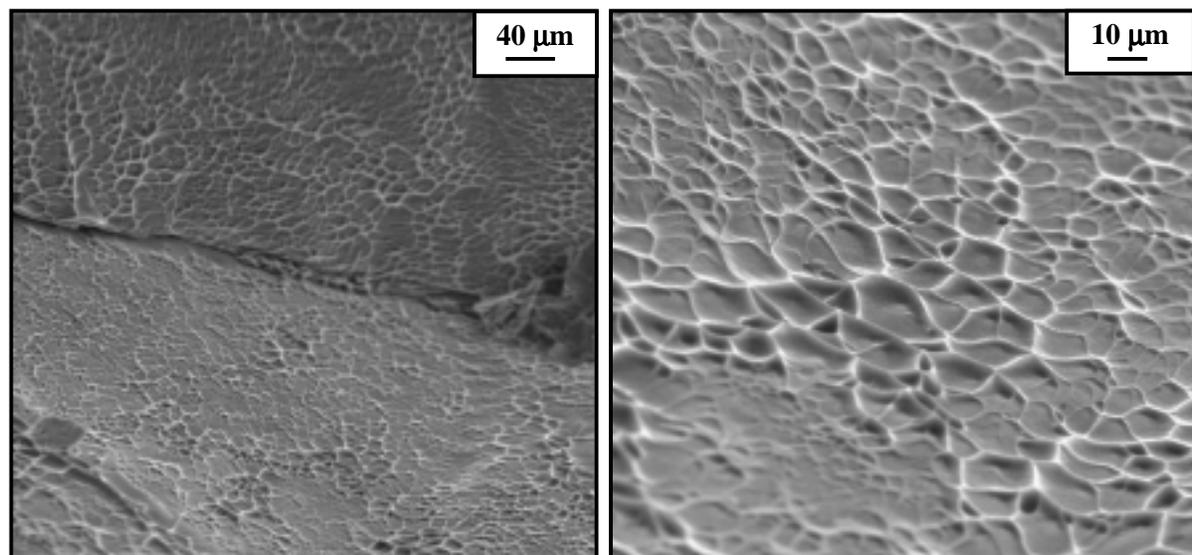


Figura V.49 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr forjada a frio: região central do corpo – de – prova.

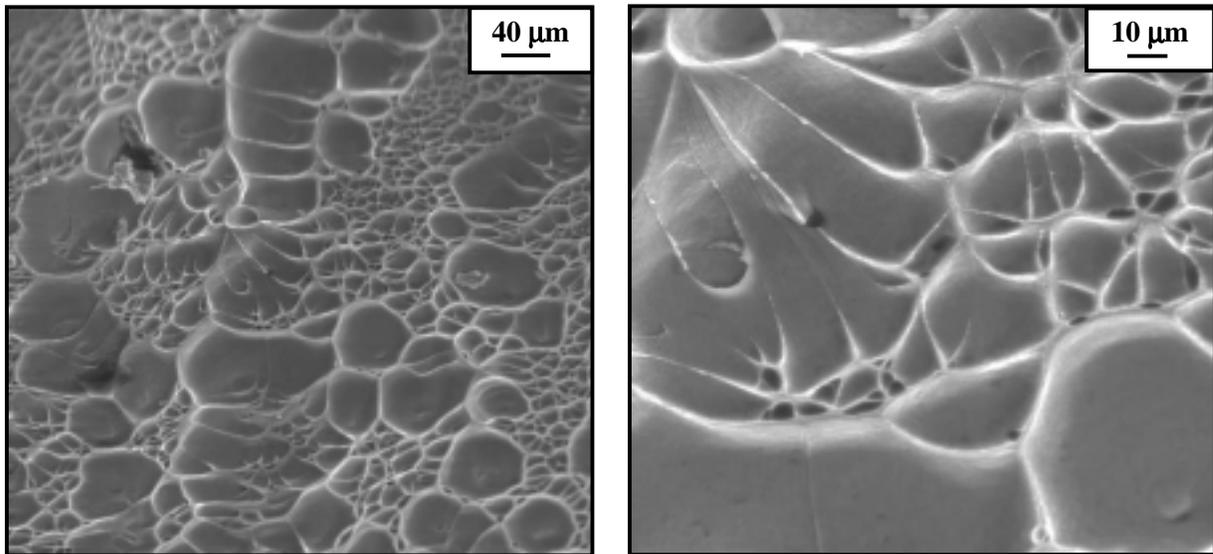


Figura V.50 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr forjada a frio: região periférica do corpo – de – prova.

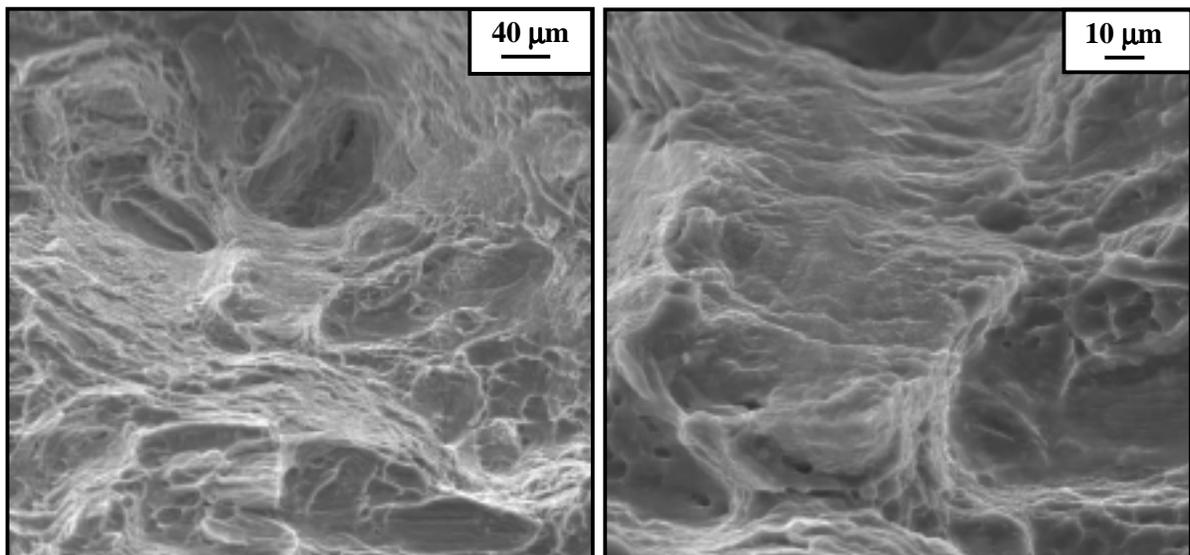


Figura V.51 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água: região central do corpo – de – prova.

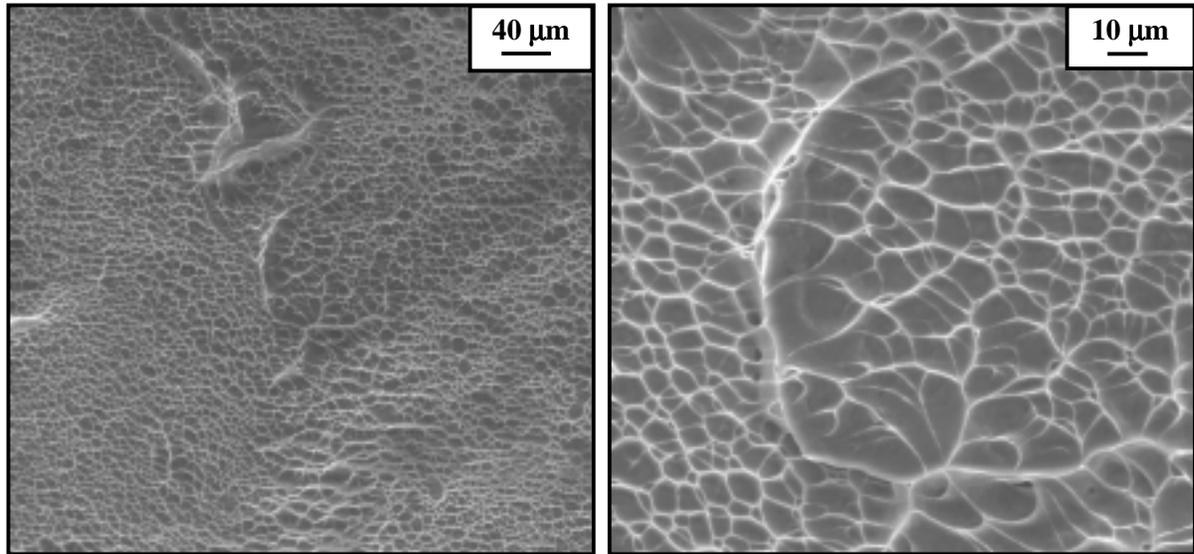


Figura V.52 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água: região periférica do corpo – de – prova.

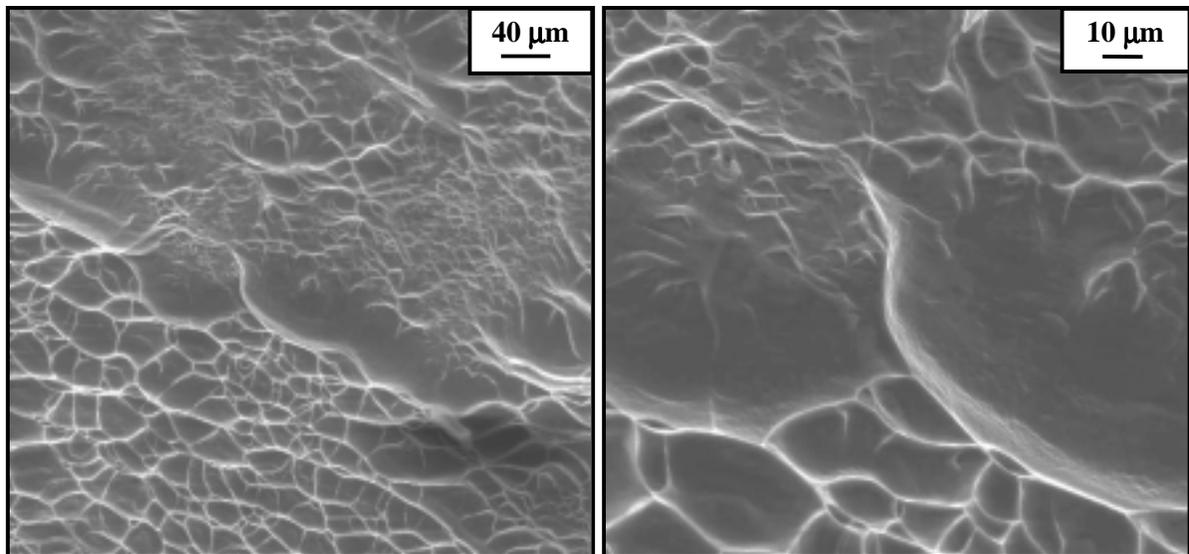


Figura V.53 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água: região central do corpo – de – prova.

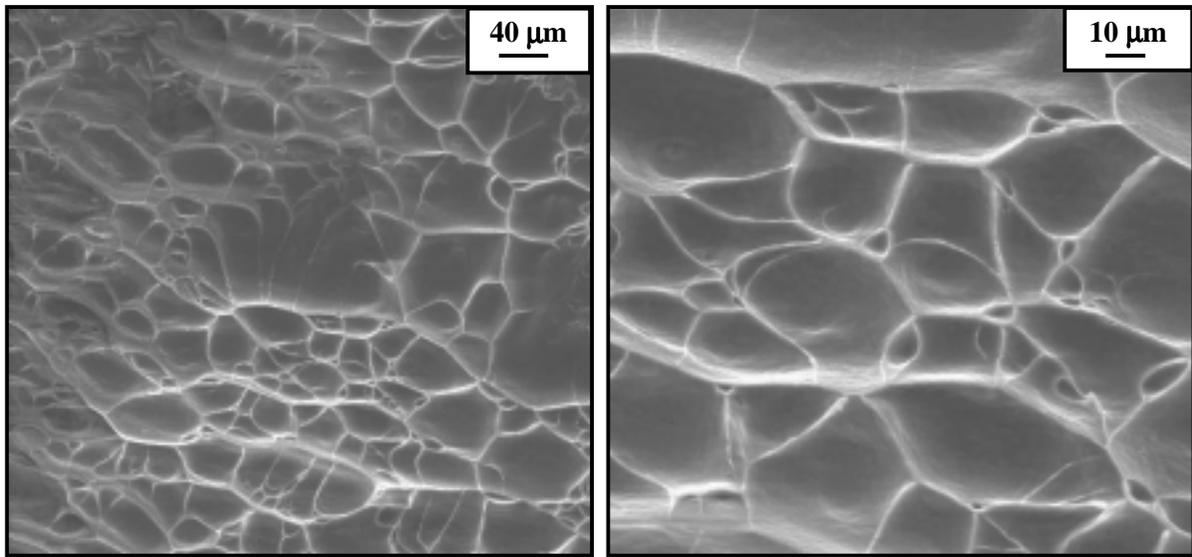


Figura V.54 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água: região periférica do corpo – de – prova.

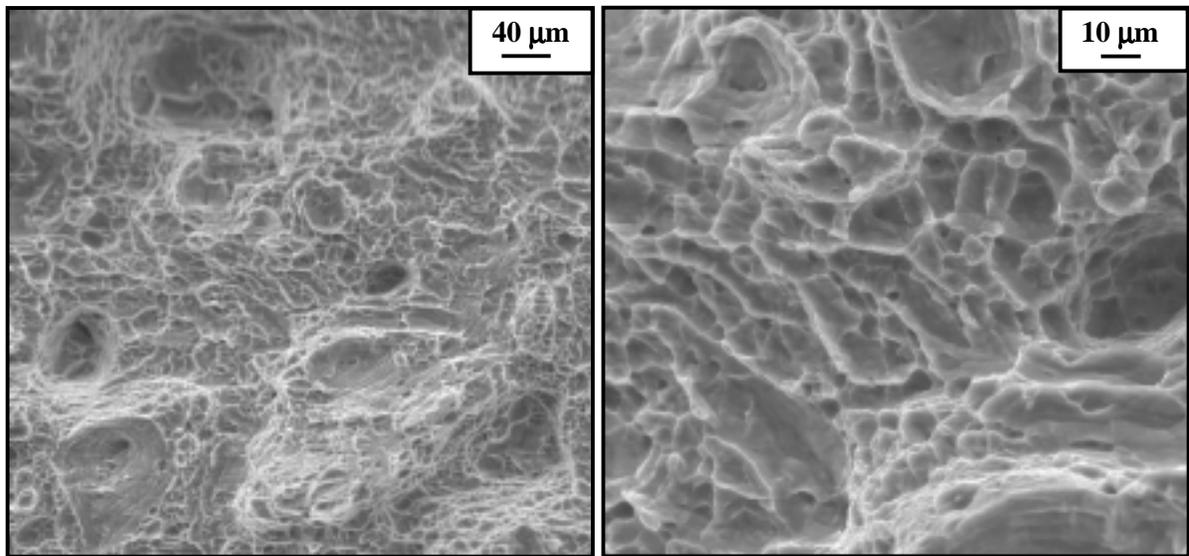


Figura V.55 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar: região central do corpo – de – prova.

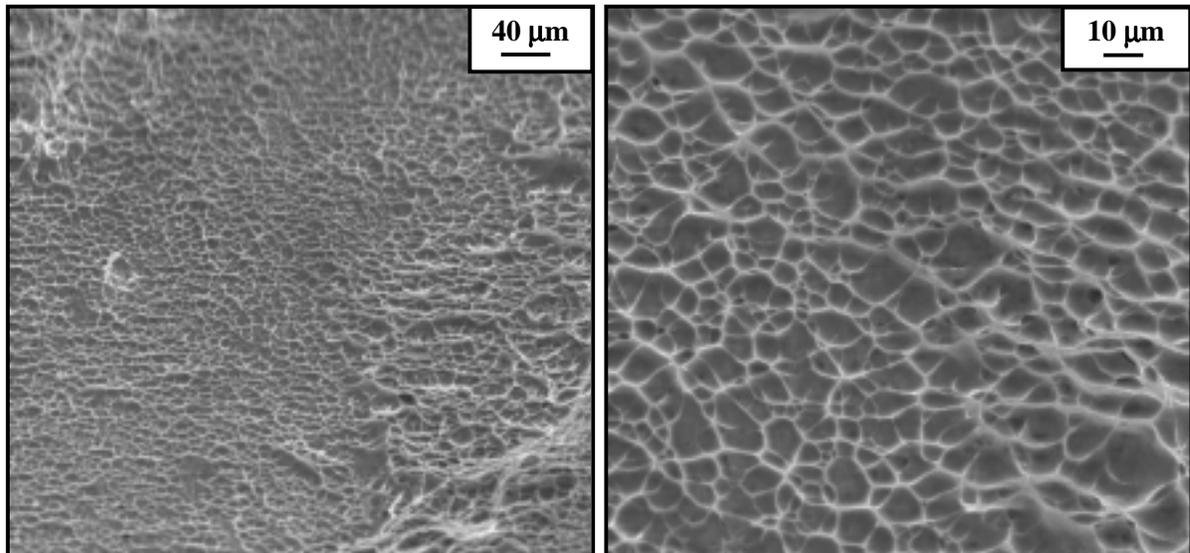


Figura V.56 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar: região periférica do corpo – de – prova.

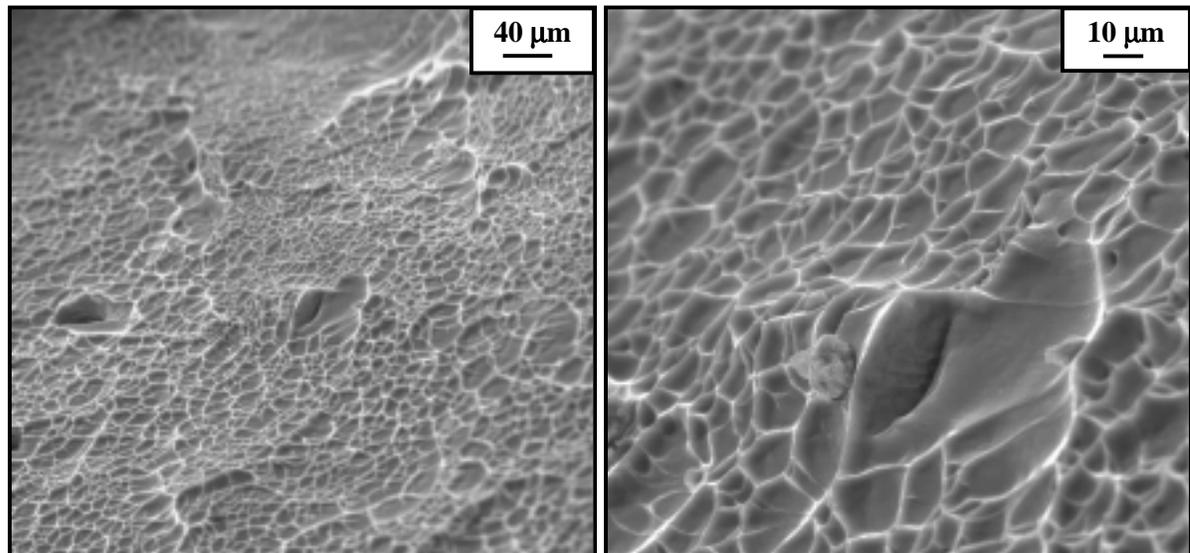


Figura V.57 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar: região central do corpo – de – prova.

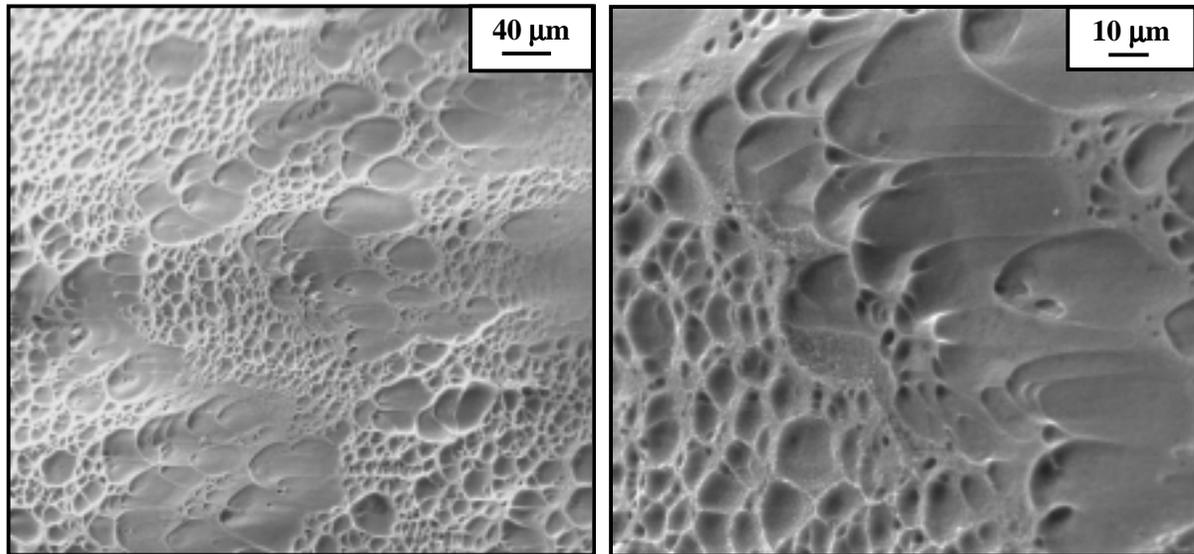


Figura V. 58 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar: região periférica do corpo – de – prova.

V.3.2 - Análise fractográfica das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr envelhecidas

A microestrutura da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h é constituída de uma matriz β (ccc) e ripas α (hc) de diferentes tamanhos e orientações, Figura V.34 (A), gerando assim campos de tensões localizados de diferentes intensidade. Devido a estes fatores, a região central da fratura, mostrada na Figura V.59, apresenta irregularidade no processo de nucleação das microcavidades, caracterizada pela topologia acidentada e irregular. Conforme observa-se na Figura V.60, a superfície periférica apresenta maior uniformidade na nucleação e quantidade maior de microcavidades de pouca profundidade, quando comparada à região central.

A superfície de fratura da liga com 8% Nb envelhecida a 500°C/6h, mostrada nas Figuras V.61 e V.62, apresenta-se com uma distribuição heterogênea de microcavidades, como consequência da microestrutura que é constituída de precipitados maiores e de ripas de diferentes orientações e tamanhos (Figura V.34-B). Em comparação à outra condição de envelhecimento, a região central de fratura apresenta-se de forma mais uniforme, ao contrário da região periférica, na qual as microcavidades são de tamanhos variados e mais profundas.

A análise fractográfica da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h, mostrada nas Figuras V.63 e V.64, apresenta maior uniformidade na distribuição das microcavidades tanto na região central quanto na periférica. Além disso, na região central as microcavidades apresentam-se com pouca profundidade e em maior quantidade, em comparação à liga na condição 500°C/3h. Para esta condição, Figuras V.65 e V.66, observam-se microcavidades de tamanhos variados para ambas as regiões, central e periférica. Observa-se ainda na região periférica que as microcavidades são mais profundas e apresenta regiões isentas de alvéolos.

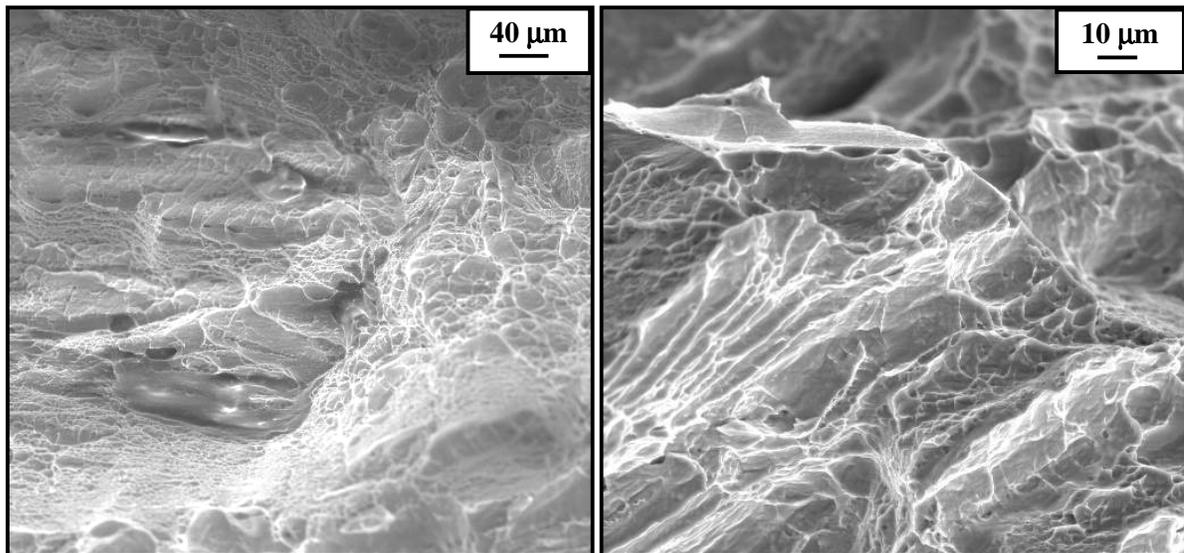


Figura V.59 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h: região central do corpo – de – prova.

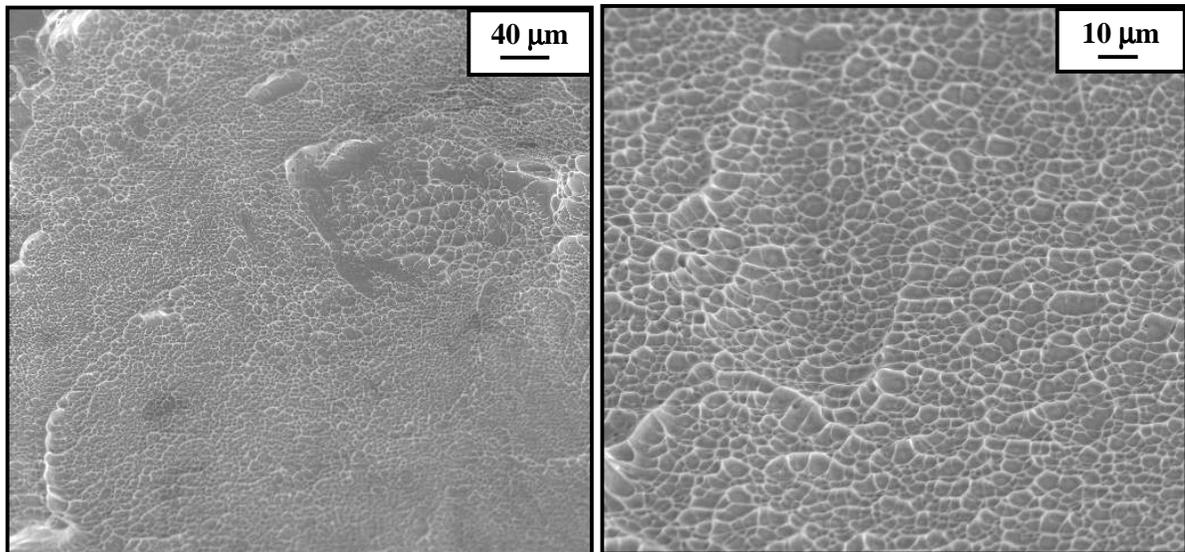


Figura V.60 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h: região periférica do corpo – de – prova.

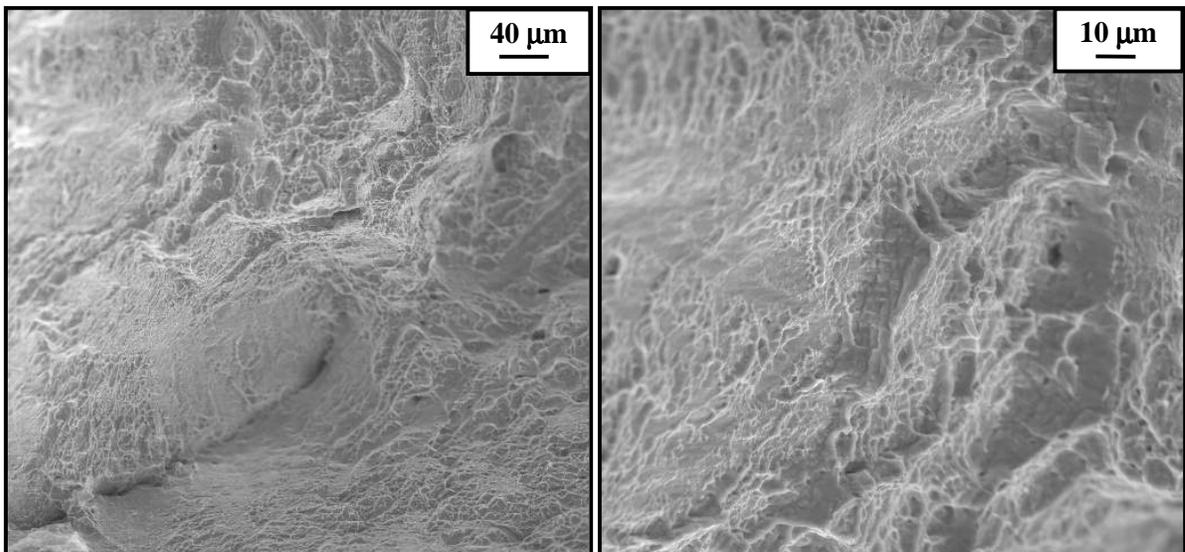


Figura V.61 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 500°C/6h: região central do corpo – de – prova.

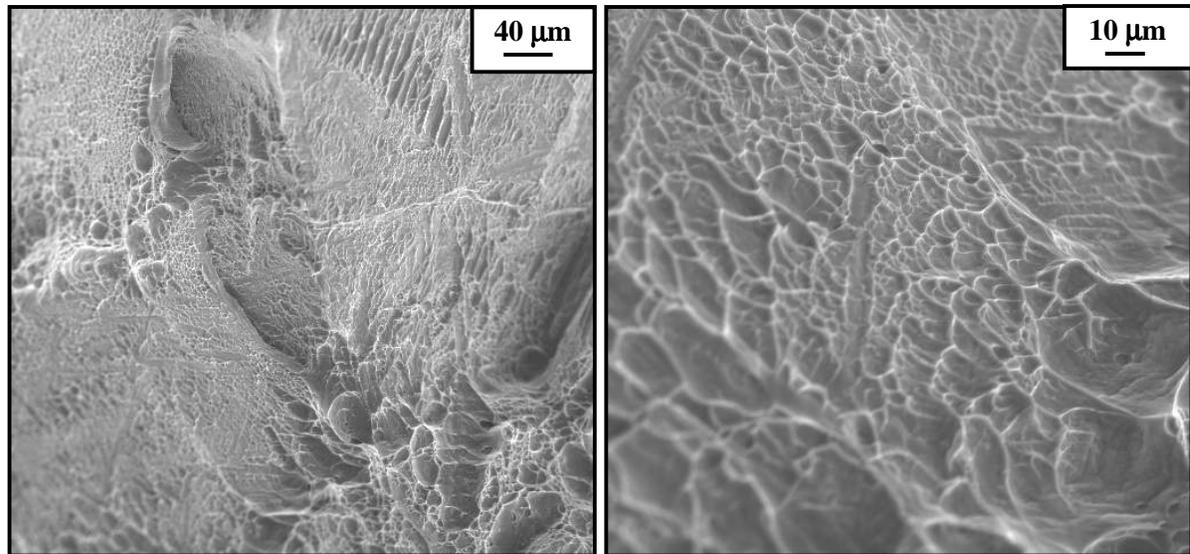


Figura V.62 – Fractografia da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 500°C/6h: região periférica do corpo – de – prova.

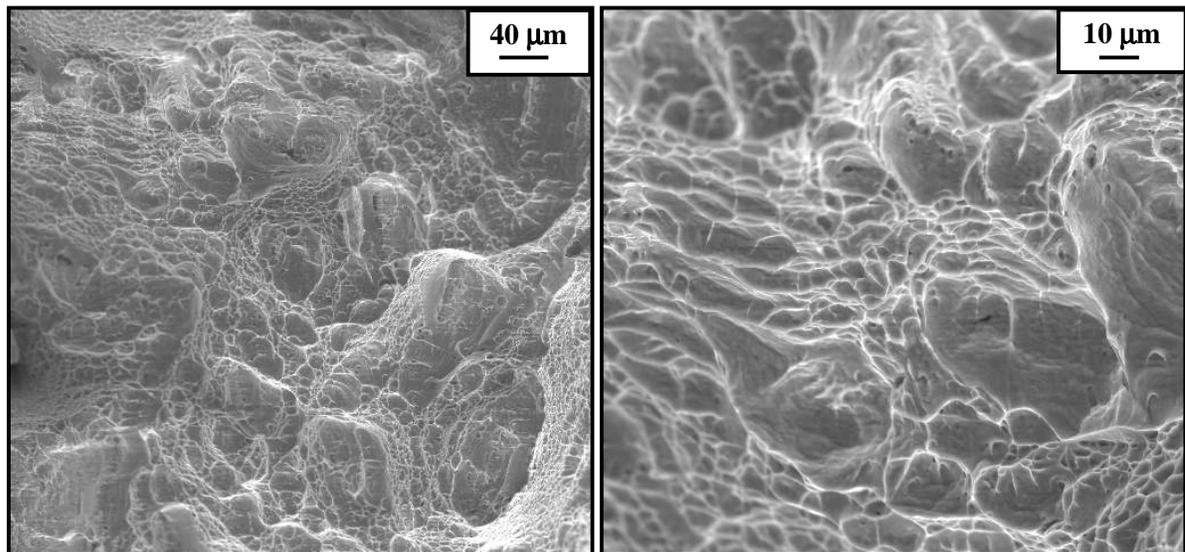


Figura V.63 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h: região central do corpo – de – prova.

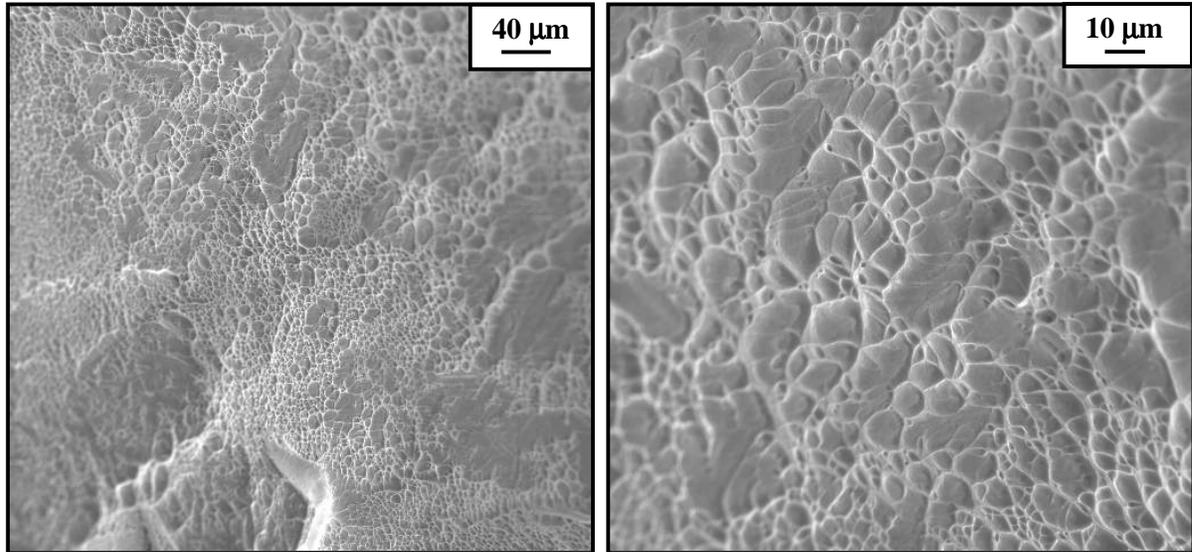


Figura V.64 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h: região periférica do corpo – de – prova.

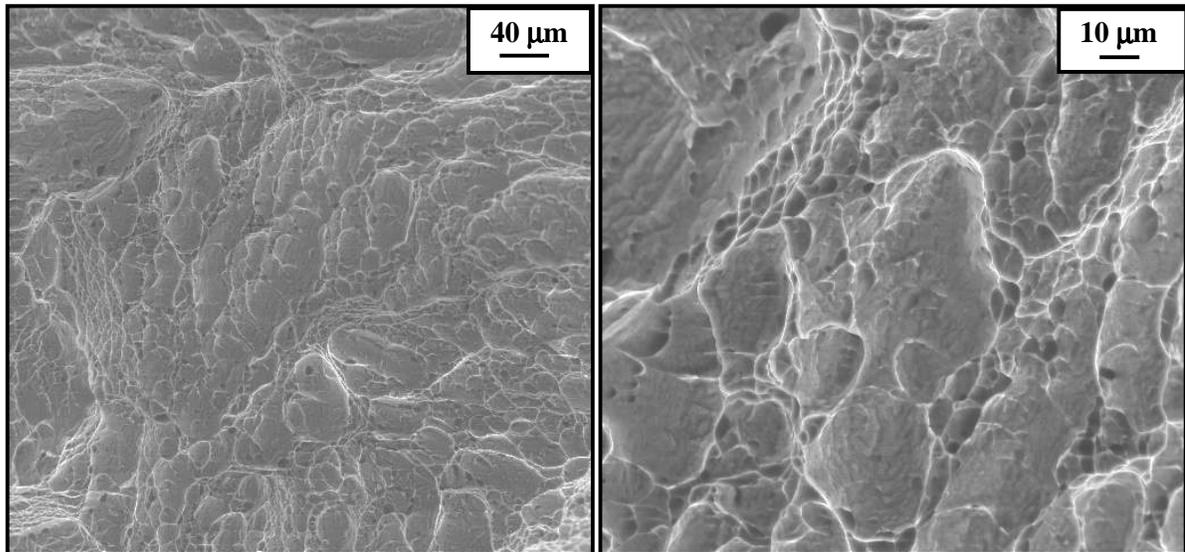


Figura V.65 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 500°C/3h: região central do corpo – de – prova.

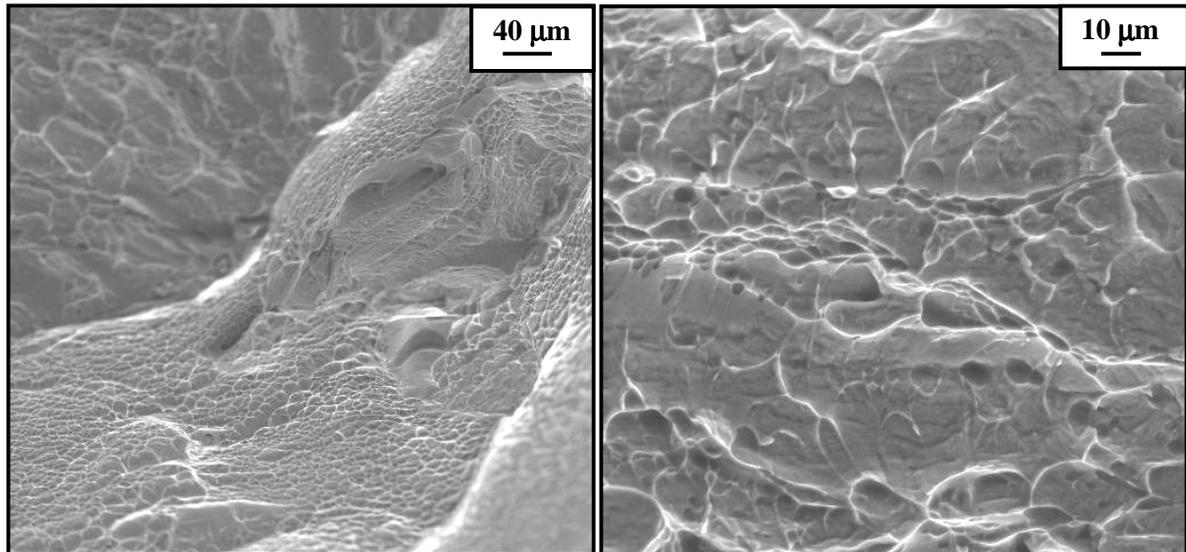


Figura V.66 – Fractografia da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 500°C/3h: região periférica do corpo – de – prova.

VI – CONCLUSÕES

Os resultados obtidos a partir dos experimentos realizados neste trabalho permitem as seguintes conclusões:

1. A fusão das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr em forno a arco com eletrodo não consumível permitiu a obtenção de lingotes de composição uniforme, todavia com microestruturas não homogêneas devido às diferentes de taxa resfriamento.
2. Ambas as ligas solubilizadas a 1000°C/1h seguida de resfriamento em água apresentaram microestrutura homogênea típica de martensítica α' . Esta microestrutura permitiu a conformação mecânica por forjamento rotativo, com redução em área de aproximadamente 89%.
3. As ligas recozidas a 900°C/30min resfriadas em água também apresentaram microestrutura típica de martensítica α' , devido a alta velocidade de resfriamento. Para a condição de recozimento seguida de resfriamento ao ar as ligas apresentam diferenças microestruturais em função da variação do % de Nb, já que a liga com 8%Nb apresentou uma microestrutura $\alpha+\beta$ típica de Widmanstätten e a liga com 18%Nb uma microestrutura constituída por uma matriz β com precipitados α no interior e no contorno de grão. A presença das fases α' , α e β foi confirmada pelos resultados de EDS e de raios-X.
4. Resultados de raios-X das ligas envelhecidas na condições escolhidas, 400°C/6h e 500°C/6h para a liga Ti-8Nb-13Zr e , 400°C/6h e 500°C/3h para a liga Ti-18Nb-13Zr,

confirmaram a presença das fases α e β , de acordo com o esperado, já que os tratamentos foram realizados no campo $\alpha+\beta$.

5. As propriedades mecânicas variam em função da condição de tratamento térmico devido às diferenças microestruturais. Para a liga Ti-8Nb-13Zr os valores obtidos de limite de resistência, limite de escoamento e de alongamento encontram-se entre 742 a 875 MPa, 582 a 729 MPa e 8 a 17%, respectivamente. Para a liga Ti-18Nb-13Zr os valores obtidos dessas propriedades estão entre 714 a 860 MPa, 399 a 752 MPa e 7 a 35%. Esses valores são menores do que os da liga de Ti convencional (Ti-6Al-4V) e das ligas originalmente desenvolvidas para aplicações biomédicas (Ti-6Al-7Nb e Ti-5Al-2,5Fe), todavia não são considerados fatores críticos por estarem acima dos valores de solicitação em aplicações ortopédicas e dentais.
6. Os valores dos módulos de elasticidade também são alterados em função da condição de tratamento térmico. Para a liga Ti-8Nb-13Zr seus valores encontram-se entre 82 a 92 GPa e para a liga Ti-18Nb-13Zr entre 70 a 86 GPa. Apesar desses valores não estarem tão próximos ao do osso (17 – 40GPa), eles são menores quando comparados aos das ligas Ti-6Al-4V (110-110GPa), Ti-6Al-7Nb (114 GPa) e Ti-5Al-2,5Fe (112 GPa).
7. Ambas a ligas nas condições recozida resfriada em água, recozida resfriada ao ar e envelhecida apresentaram um comportamento não linear na região elástica, que foi modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood. Para ambas as ligas nessas condições os valores do parâmetro n encontram-se entre 4 a 15. As ligas na condição envelhecida apresentam maiores valores de n , dentre as condições estudadas.

8. A análise da superfície de fratura das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas condições forjada, recozida resfriada em água, recozida resfriada ao ar e envelhecida apresentaram-se típicas de fratura dúctil, caracterizada pela presença de *dimples*.

VII - PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS

Em face aos resultados obtidos e das conclusões propostas, são sugeridas as seguintes linhas de trabalhos para pesquisas futuras:

1. Avaliar a conformação mecânica das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr por laminação a frio.
2. Realizar estudos do comportamento tribológico das ligas visando aplicações biomédicas.
3. Estudar resposta imunológica das ligas por meio de teses *in vitro*.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASTM - STANDARD TEST METHOD OF TENSION TESTING OF METALLIC MATERIALS, Annual Book of American Society for Testing and Materials Standards, Section 3, v. 03.01, Designation E8M-90a, p. 146-160,1991.

ASM. *Metals Reference Book*. Editado por Michael Baucchio. 3rd. Metal Park, p. 139-163, 1997.

BANIA, P.J. Beta Titanium Alloys and their Role in the Titanium Industry. *Journal of Metals*, v.46, n.7, p.16-19, 1994.

BARKSDALE, J. *Titanium – Its occurrence, chemistry, and technology*, 2ed., New York: The Ronald Press Company, p.3-5, 1966.

BAPTISTA, C. A. R. P.; SCHNEIDER, S. G.; TADDEI, E. B.; SILVA, H. M. supl. C, p. 7-8, 2003. Fatigue behavior of arc melted Ti-13Nb-13Zr alloy. *International Journal of Fatigue*, v.26, 967-973, 2004.

BERG, G. J. van den. The effect of the non-linear stress-strain behavior of stainless steel on member capacity. *Journal of Constructional Steel Research*, v. 54, p. 135-160, 2000.

BORRADAILE, J. B.; JEAL, R. H. Mechanical properties of titanium alloys. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON TITANIUM, 1, May 19-22, Warrendale: Titanium'80 Science and Technology, p.141-152, 1980.

BOSCHI, A. O. O que é necessário para que um material possa ser considerado biomaterial. In: CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS, 50., Agosto1-4, 1995, São Pedro. *Anais...* São Paulo: ABM, v.6, p. 43-53, 1996.

CALLISTER Jr., W. D. *Ciência e Engenharia de Materiais – Uma Introdução*, 5ed, Rio de Janeiro: LTC, p. 94-95, 121, 237, 2002.

CHOUBEY, A.; BASU, B.; BALASUBRAMANIAM, R. Tribological behaviour of Ti-based alloys in simulated body fluid solution at fretting contacts. *Materials Science and Engineering A*, v. 379, p.234-239, 2004.

DAVIDSON, J. A. ; MISHRA, A.K; KOVASC, P.; POGGIE, R. A. New surface-hardened, low-modulus, corrosion-resistant Ti-13Nb-13Zr alloy for total hip arthroplasty. *Bio-Medical Materials and Engineering*, v. 4, p.231-243, 1994.

EYLON, D.; NEWMAN, L. R.; THORNE J. K. Titanium and titanium alloy castings. In: ASM Handbook. *Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials*. v.2. p.634-646,1993.

GEETHA, M.; SINGH, A. K.; GOGIA, A. K.; ASOKAMANI, R. Effect of thermomechanical processing on evolution of various phases in Ti–Nb–Zr alloys *Journal of Alloys and Compounds*, v. 384, p. 131-144, 2004A.

GEETHA, M.; MUDALKI, K. U.; GOGIA, A. K.; ASOKAMANI, R.; RAJ, B. Influence of microstructure and alloying elements on corrosion behavior of Ti-13Nb-13Zr alloy. *Corrosion Science*, v. 46, p. 877-892, 2004B.

HILL, B. N. *Determination of stress-strain relationships from offset strength values*. NACA technical note n° 927, 1944.

KARASEVSKAYA, O. P.; IVASISHIN, O. M.; SEMIATIN, S. L.; MATVIYCHUK, Y. V. Deformation behavior of beta-titanium alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 354, p. 121-132, 2003.

KHAN, M. A.; WILLIAMS, R.L.; WILLIAMS, D.F. The Corrosion Behaviour of Ti-6Al-4V, Ti-6Al-7Nb and Ti-13Nb-13Zr in Protein Solutions. *Biomaterials*, v.20, p.631-637, 1999.

LONG, H. J. R. M. Review titanium alloys in total joint replacement – a Materials science perspective. *Biomaterials*, v. 19, p. 1621 – 1639, 1998.

MARGOLIN, H.; WILLIAMS, J. C.; CHESNUTT, J. C.; LUETJERING, G. A review of the fracture and fatigue behavior of Ti alloy. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON TITANIUM, 1, May 19-22, Warrendale: Titanium'80 Science and Technology, p.169-216, 1980.

MURAKAMI, Y. Critical review phase transformation and heart treatment. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON TITANIUM, 1, May 19-22, Warrendale: Titanium'80 Science and Technology, p. 153-167, 1980.

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

OKAZAKI, Y.; RAO, S.; TATEISHI, T.; ITO, Y. Cytocompatibility of various metal and development of new titanium alloys for medical implants. *Materials Science and Engineering A*, v. 243, p. 250-256, 1998.

RASMUSSEN, K.J.R. Full-range stress-strain curves for stainless steels alloys. *Journal of Constructional Steel Research*, v. 59, p.47-61, 2003.

RATNER, B. D.; HOFFMAN, A. S.; SCHOEN, F. J.; LEMONS, J.E., *Biomaterials Science – An Introduction to Materials in Medicine*, San Diego: Academic Press, 484 p., 1996.

ROBARE, E. W.; BUGLE, C. M.; DAVIDSON, J. A.; DAIGLE, K. P. Development of processing methods for Ti-13Nb-13Zr. In: WEISS, I; SRINIVASAN, R.; BANIA, P. J.; EYLON, D.; SEMIATIN, S. L. Eds. *Advances in the technology of titanium alloy processing*. The Minerals, Metals and Materials Society, p.283-291, 1997.

SCHNEIDER, S.G. *Obtenção e caracterização da liga Ti-13Nb-13Zr para aplicação como biomaterial*. São Paulo, 2001. Tese de doutorado – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN).

SOUZA, S.A. *Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos*. 5 ed. São Paulo: Edgar Blücher, 1990.

SYKARAS, N.; IACOPINO, A. M.; MARKER, V. A.; TRIPLETT, R. G.; WOODY, R. D. Implant materials, designs, and surface topographies: their effect on osseointegration. A literature review. *The International Journal of Oral and Maxillofacial Implants*, v.15, p.675-690, 2000.

WANG, K. The use of titanium for medical applications in the USA. *Materials Science and Engineering*, v. A213, p.134-137, 1996.

YANG, G.; ZHANG, T. Phase transformation and mechanical properties of the $Ti_{50}Zr_{30}Nb_{10}Ta_{10}$ alloy with low modulus and biocompatible. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 392, p. 291-294, 2005.

ZARDIACKAS, L. D.; MITCHELL, D. W.; DISEGI, J. A. Characterization of Ti-15Mo Beta Titanium Alloy for Orthopedic Implant Applications. In: BROWN, S.A.; LEMONS, J.E., Eds. *Medical Applications of Titanium and its Alloys*. American Society for Testing and Materials, p.60-75,1996.

ANEXO I

Curvas tensão *versus* deformação e propriedades mecânicas da ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas condições: forjada, recozida e envelhecida

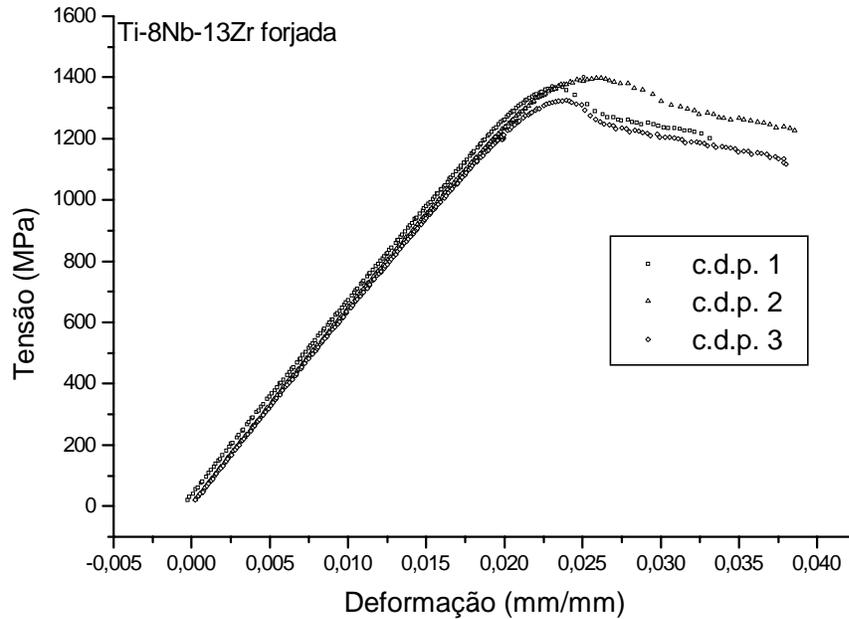


Figura 1 – Curvas tensão x deformação para a liga Ti-8Nb-13Zr na condição forjada a frio.

Tabela 1 – Propriedades mecânicas da liga Ti-8Nb-13Zr na condição forjada a frio.

Propriedades Mecânicas	c.d.p.1	c.d.p.2	c.d.p.3	Média
Limite de Resistência (MPa)	1368,99	1383,83	1322,94	1358,59 ± 23,76
Limite de Escoamento 0,2% (MPa)	1368,99	1383,83	1322,94	1358,59 ± 23,76
Módulo de Elasticidade (GPa)	62,95	63,24	62,06	62,75 ± 0,46
Redução em Área (%)	0	0	0	0
Alongamento (%)	1,40	1,50	1,60	1,50

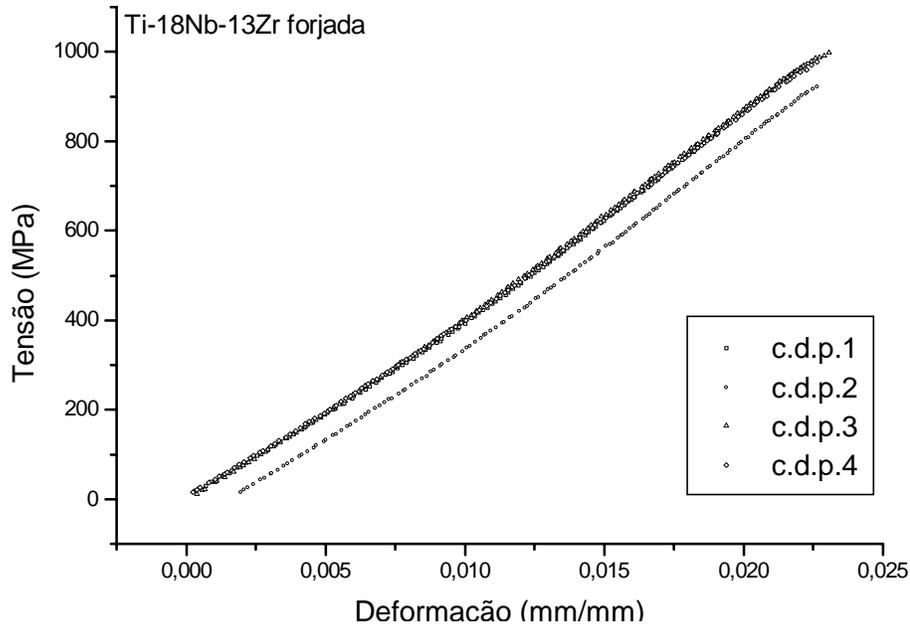


Figura 2 – Curvas tensão x deformação para a liga Ti-18Nb-13Zr na condição forjada a frio.

Tabela 2 – Propriedades mecânicas da liga Ti-18Nb-13Zr na condição forjada a frio.

Propriedades Mecânicas	c.d.p.1	c.d.p.2	c.d.p.3	c.d.p.4	Média
Limite de Resistência (MPa)	973,42	922,62	997,33	977,83	967,80 ± 22,59
Limite de Escoamento 0,2% (MPa)	973,42	922,62	997,33	977,83	967,80 ± 22,59
Módulo de Elasticidade (GPa)	40,66	41,98	42,91	40,72	41,57 ± 0,88
Redução em Área (%)	0	0	0	0	0
Alongamento (%)	2,20	2,30	2,30	2,30	2,30

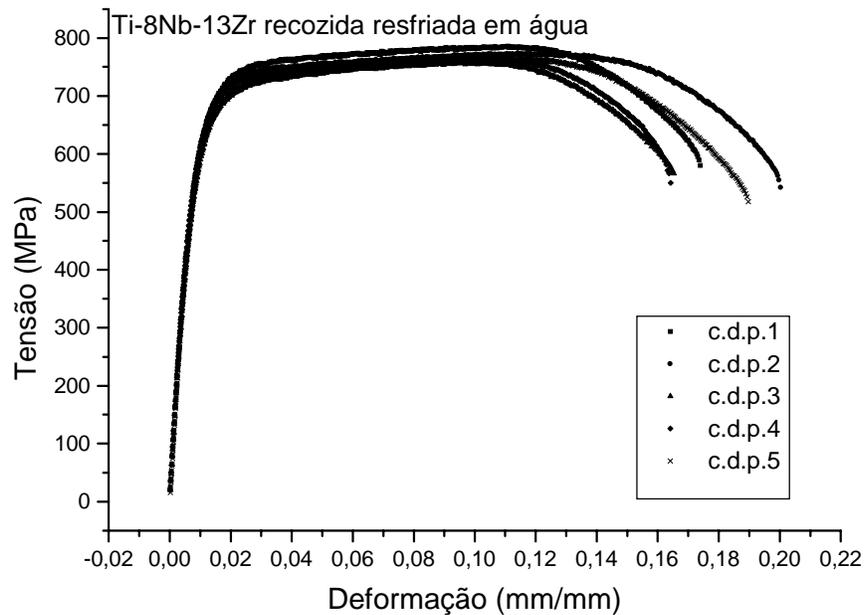


Figura 3 – Curvas tensão x deformação para a liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água.

Tabela 3 – Propriedades mecânicas da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água.

Propriedades Mecânicas	c.d.p.1	c.d.p.2	c.d.p.3	c.d.p.4	c.d.p.5	Média
Limite de Resistência (MPa)	786,96	772,84	757,82	760,78	765,66	772,31 ± 9,33
Limite de Escoamento 0,2% (MPa)	524,97	585,81	562,24	568,27	527,71	582,10 ± 41,50
Módulo de Elasticidade (GPa)	83,96	86,63	85,56	86,38	86,72	84,98 ± 1,54
Redução em Área (%)	44,30	48,77	52,00	48,12	57,51	52,49 ± 4,79
Alongamento (%)	17,10	18,02	16,91	16,81	17,32	17,19 ± 0,58

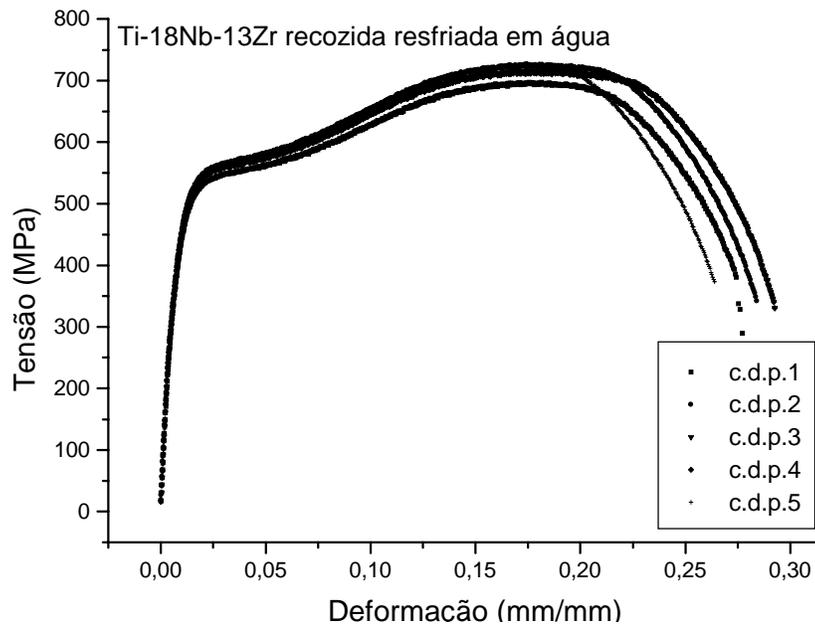


Figura 4 – Curvas tensão x deformação para a liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água.

Tabela 4 – Propriedades mecânicas da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada em água.

Propriedades Mecânicas	c.d.p.1	c.d.p.2	c.d.p.3	c.d.p.4	c.d.p.5	Média
Limite de Resistência (MPa)	697,69	727,69	715,81	710,86	725,72	713,67 ± 9,40
Limite de Escoamento 0,2% (MPa)	411,43	435,57	396,90	380,00	459,05	399,16 ± 36,19
Módulo de Elasticidade (GPa)	70,04	69,92	70,65	69,37	68,04	69,74 ± 0,69
Redução em Área (%)	51,91	70,96	65,97	51,24	51,97	57,08 ± 7,60
Alongamento (%)	16,84	20,13	20,44	19,84	19,55	19,24 ± 1,11

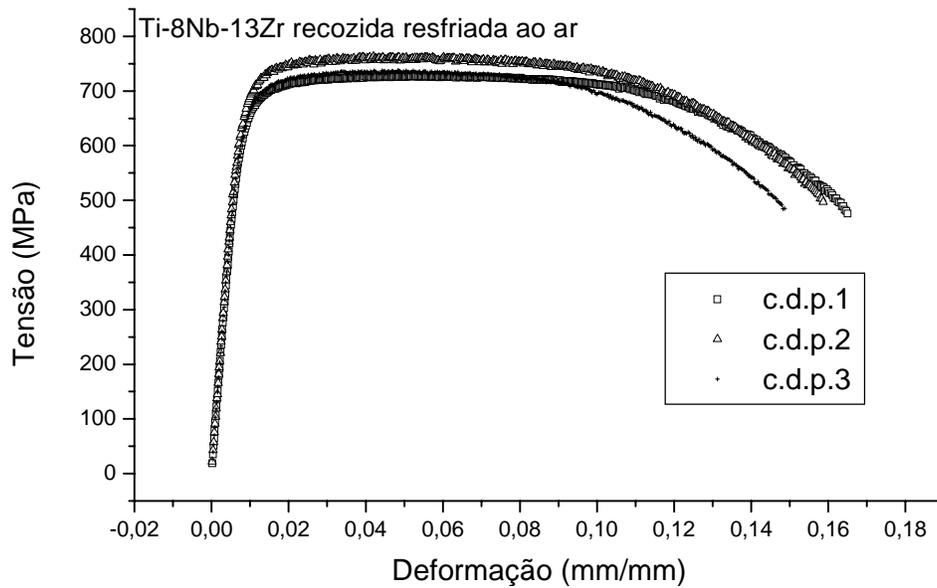


Figura 5 – Curvas tensão x deformação para a liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.

Tabela 5 – Propriedades mecânicas da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.

Propriedades Mecânicas	c.d.p.1	c.d.p.3	c.d.p.4	Média
Límite de Resistência (MPa)	727,89	763,20	736,23	742,44 ± 18,46
Límite de Escoamento 0,2% (MPa)	641,96	672,50	645,18	653,21 ± 16,78
Módulo de Elasticidade (GPa)	90,27	93,44	91,43	91,71 ± 1,60
Redução em Área (%)	60,00	62,00	62,00	61,33 ± 1,15
Alongamento (%)	16,60	15,20	14,30	15,37 ± 1,60

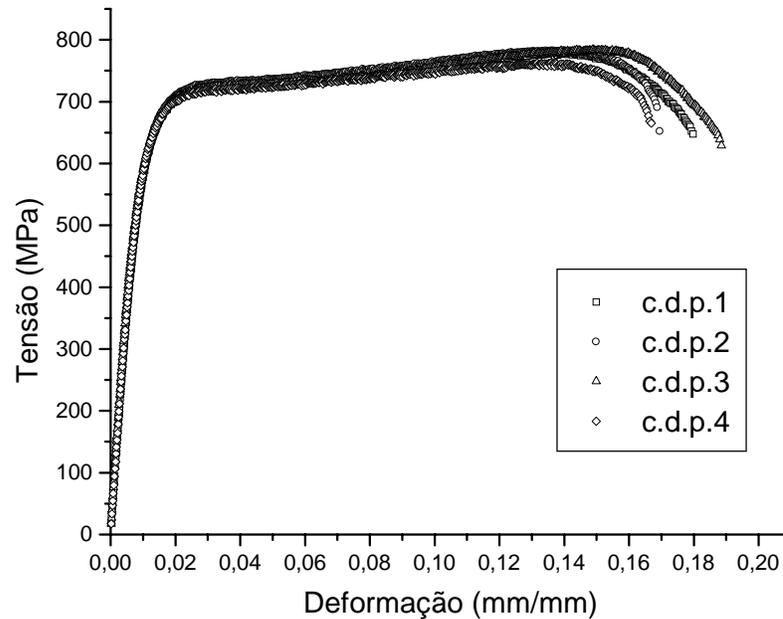


Figura 6 – Curvas tensão x deformação para a liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.

Tabela 6 – Propriedades mecânicas da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min resfriada ao ar.

Propriedades Mecânicas	c.d.p.1	c.d.p.2	c.d.p.3	c.d.p.4	Média
Limite de Resistência (MPa)	779,44	782,7	782,91	762,69	776,94 ± 9,63
Limite de Escoamento 0,2% (MPa)	544,37	573,24	567,77	589,52	568,73 ± 18,68
Módulo de Elasticidade (GPa)	77,19	73,31	78,00	72,56	75,27 ± 2,73
Redução em Área (%)	33,36	28,77	44,00	34,00	35,03 ± 6,42
Alongamento (%)	17,04	15,80	17,90	15,60	16,59 ± 1,08

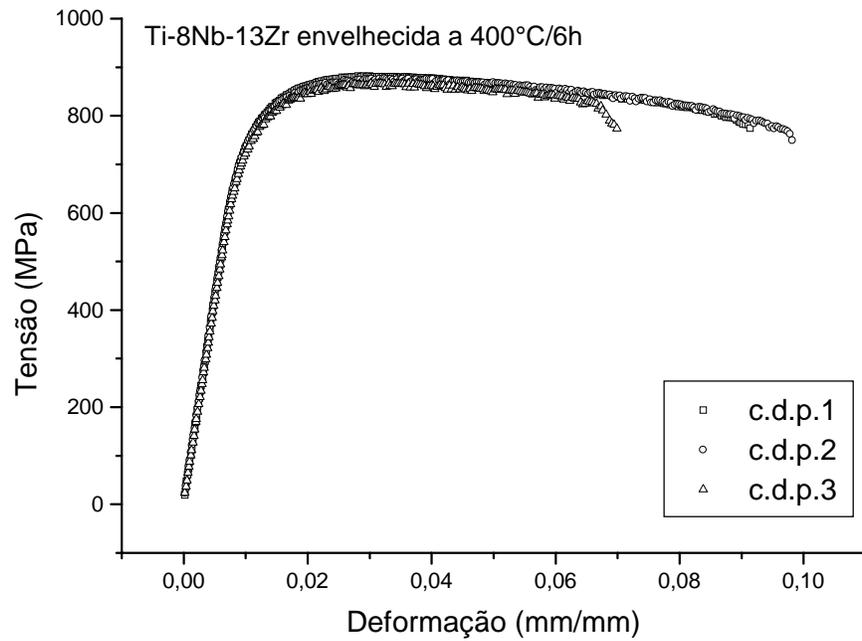


Figura 7 - Curvas tensão x deformação da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400° C/6h.

Tabela 7 - Propriedades da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400° C/6h.

Propriedades Mecânicas	c.d.p.1	c.d.p.2	c.d.p.3	Média
Limite de Resistência (MPa)	882,12	877,55	866,57	875,41 ± 7,99
Limite de Escoamento 0,2% (MPa)	772,04	759,34	762,02	764,45 ± 6,69
Módulo de Elasticidade (GPa)	83,41	83,71	81,66	82,93 ± 1,11
Redução em Área (%)	19,13	18,31	10,15	15,87 ± 4,97
Alongamento (%)	8,1	8,7	5,9	7,7 ± 1,5

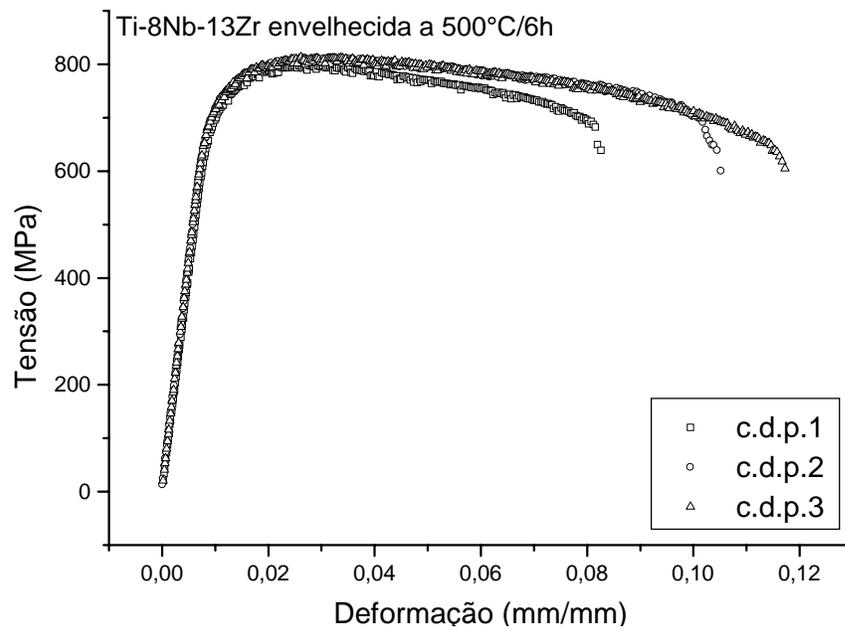


Figura 8 - Curvas tensão x deformação da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 500° C/6h.

Tabela 8 - Propriedades da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 500° C/6h.

Propriedades Mecânicas	c.d.p.1	c.d.p.2	c.d.p.3	Média
Limite de Resistência (MPa)	797,75	812,24	812,77	807,92 ± 8,81
Limite de Escoamento 0,2% (MPa)	718,29	729,84	738,95	729,03 ± 10,35
Módulo de Elasticidade (GPa)	80,53	84,17	85,63	83,44 ± 2,63
Redução em Área (%)	28,76	34,96	28,82	30,85 ± 3,67
Alongamento (%)	7,3	9,6	10,9	9,3 ± 1,8

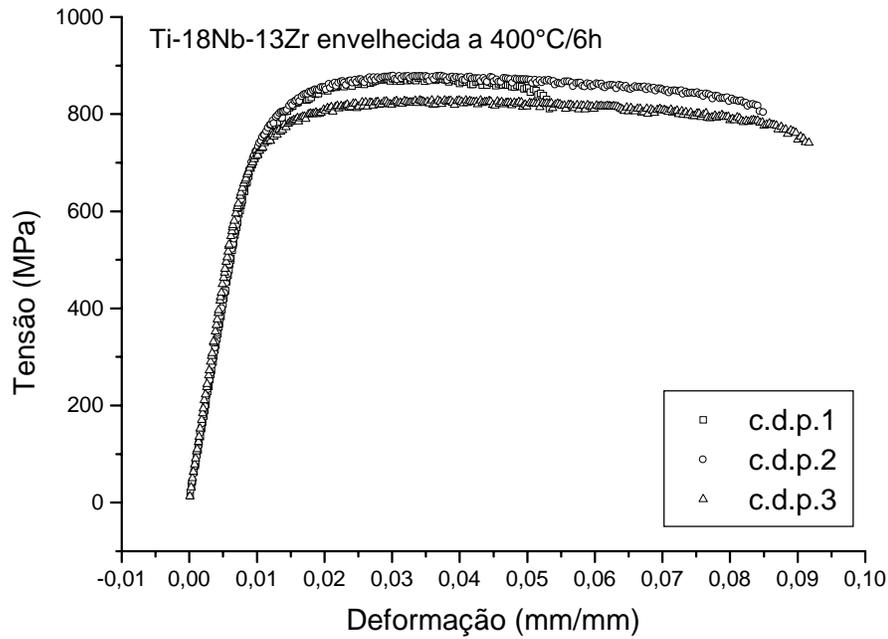


Figura 9- Curvas tensão x deformação da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400° C/6h.

Tabela 9 - Propriedades da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400° C/6h.

Propriedades Mecânicas	c.d.p.1	c.d.p.2	c.d.p.3	Média
Limite de Resistência (MPa)	874,72	878,98	827,69	860,46 ± 28,46
Limite de Escoamento 0,2% (MPa)	760,35	774,05	719,20	751,20 ± 28,55
Módulo de Elasticidade (GPa)	80,40	81,28	89,22	83,63 ± 4,86
Redução em Área (%)	8,24	9,18	18,46	11,96 ± 5,65
Alongamento (%)	4,2	7,3	8,2	6,6 ± 2,1

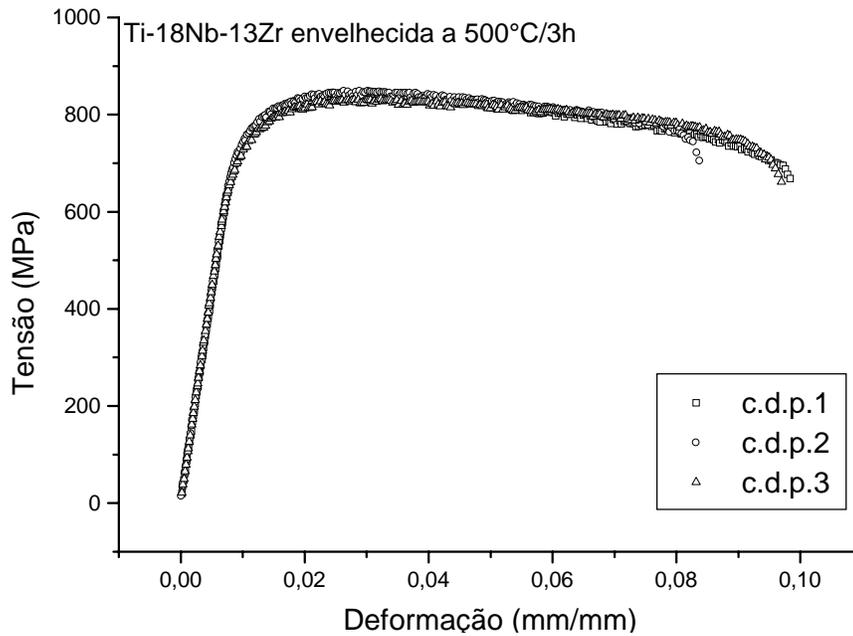


Figura 10 - Curvas tensão x deformação da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 500° C/3h.

Tabela 10 - Propriedades da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 500° C/3h.

Propriedades Mecânicas	c.d.p.1	c.d.p.2	c.d.p.3	Média
Limite de Resistência (MPa)	844,89	848,70	831,99	841,86 ± 8,76
Limite de Escoamento 0,2% (MPa)	760,35	761,35	735,61	752,44 ± 14,58
Módulo de Elasticidade (GPa)	85,17	85,51	87,05	85,91 ± 1,00
Redução em Área (%)	31,45	17,19	30,69	26,45 ± 8,02
Alongamento (%)	8,9	7,4	8,7	8,3 ± 0,8

ANEXO II

Curvas tensão *versus* deformação da região elástica modeladas segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr nas condições: recozida e envelhecida

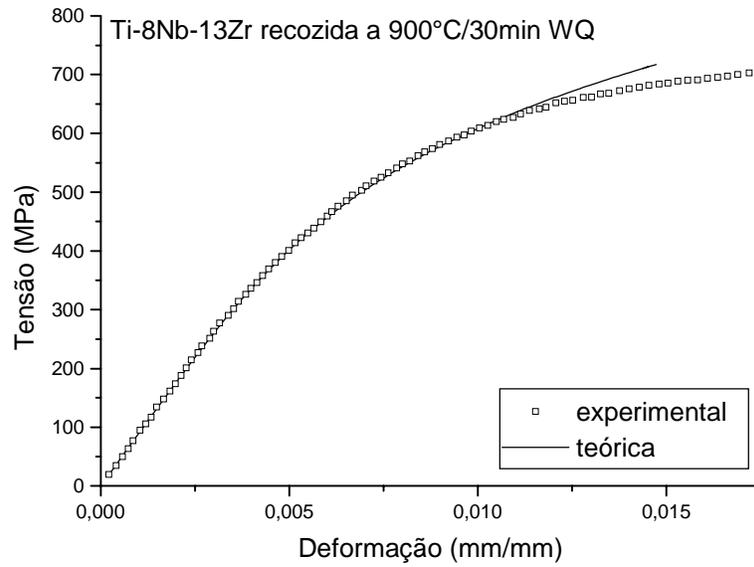


Figura 1 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min e resfriada em água (WQ).

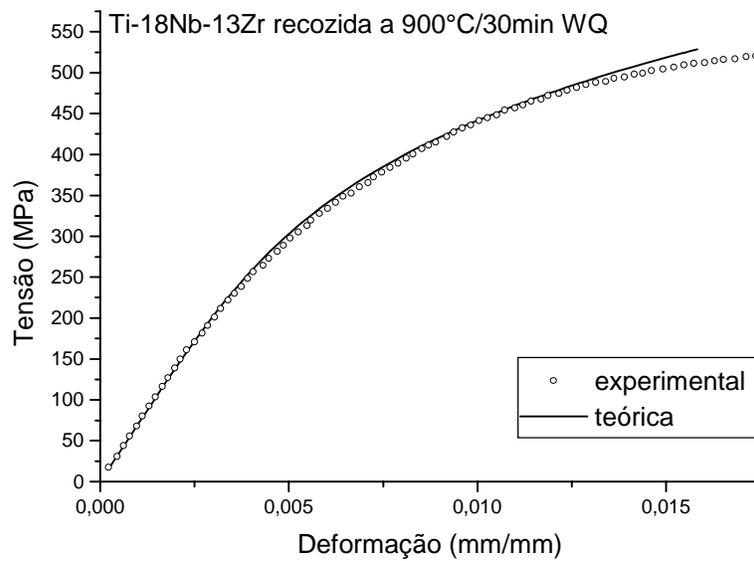


Figura 2 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min e resfriada em água (WQ).

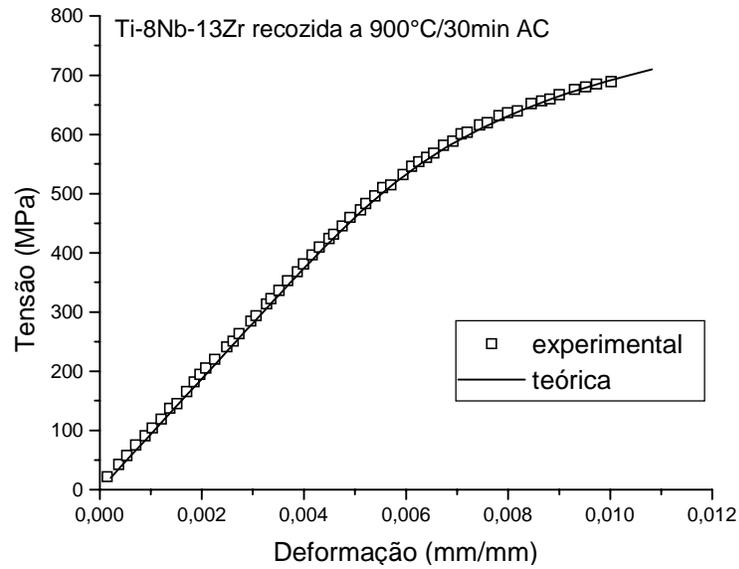


Figura 3 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-8Nb-13Zr recozida a 900°C/30min e resfriada ao ar (AC).

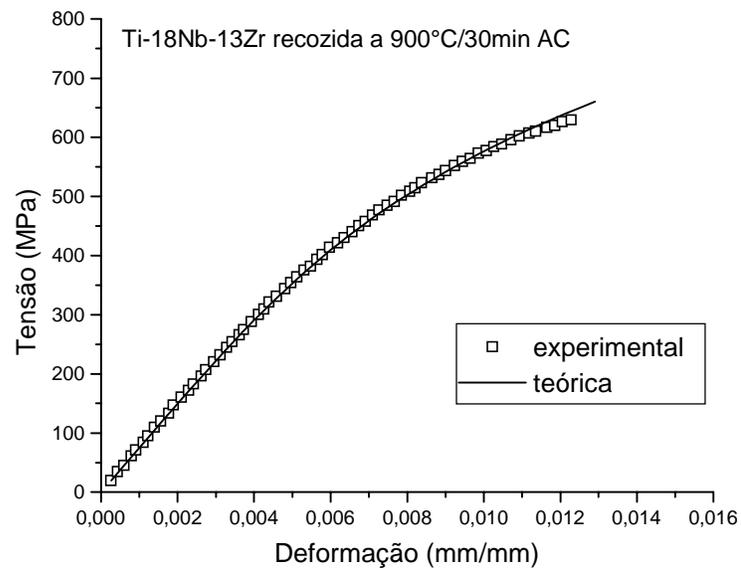


Figura 4 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-18Nb-13Zr recozida a 900°C/30min e resfriada ao ar (AC).

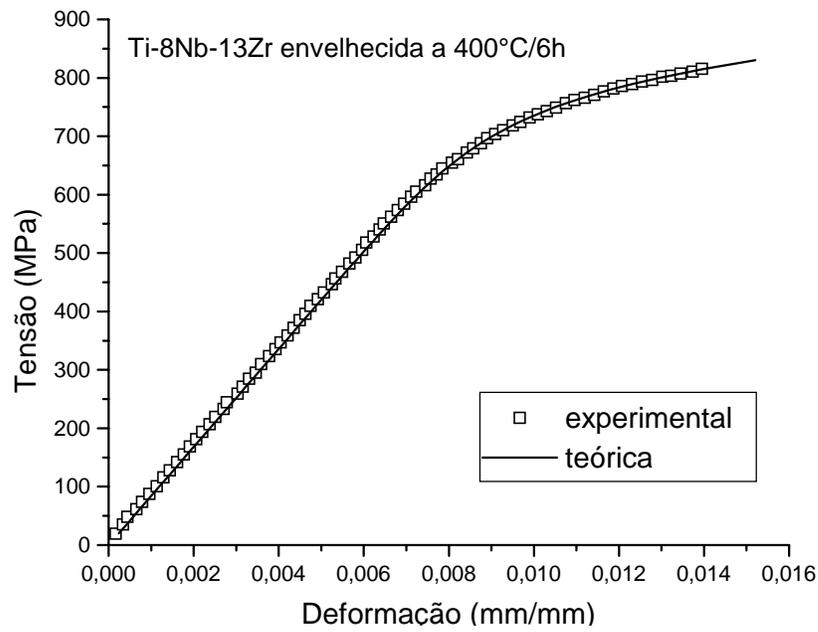


Figura 5 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h.

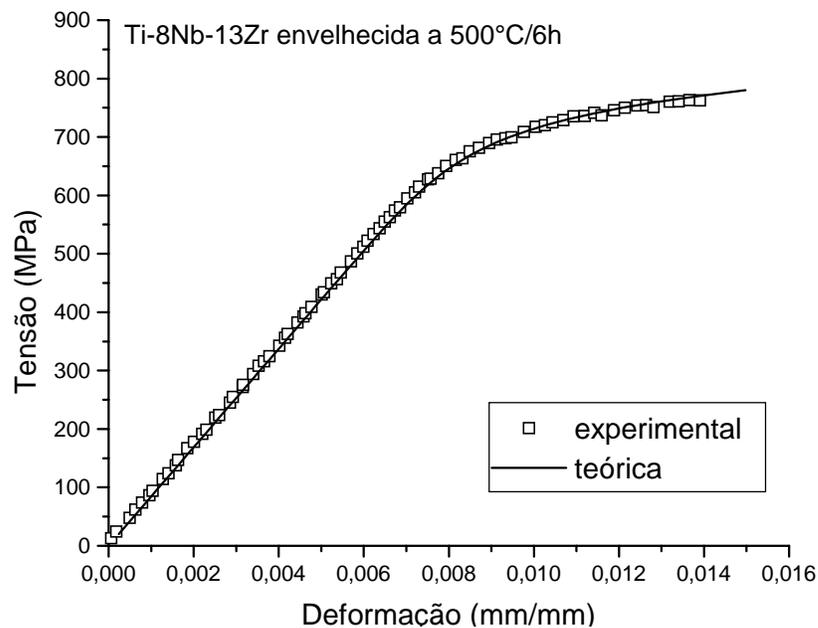


Figura 6 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-8Nb-13Zr envelhecida a 500°C/6h.

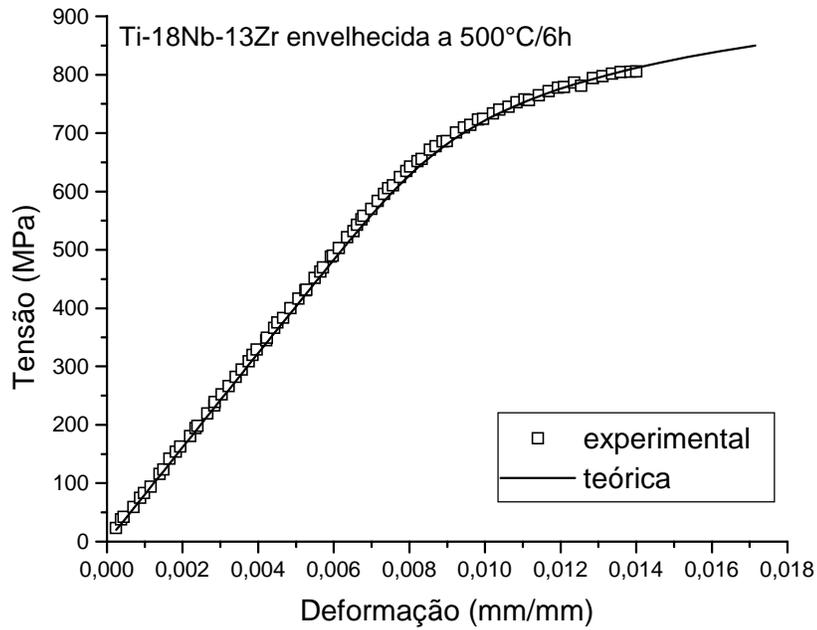


Figura 7 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 400°C/6h.

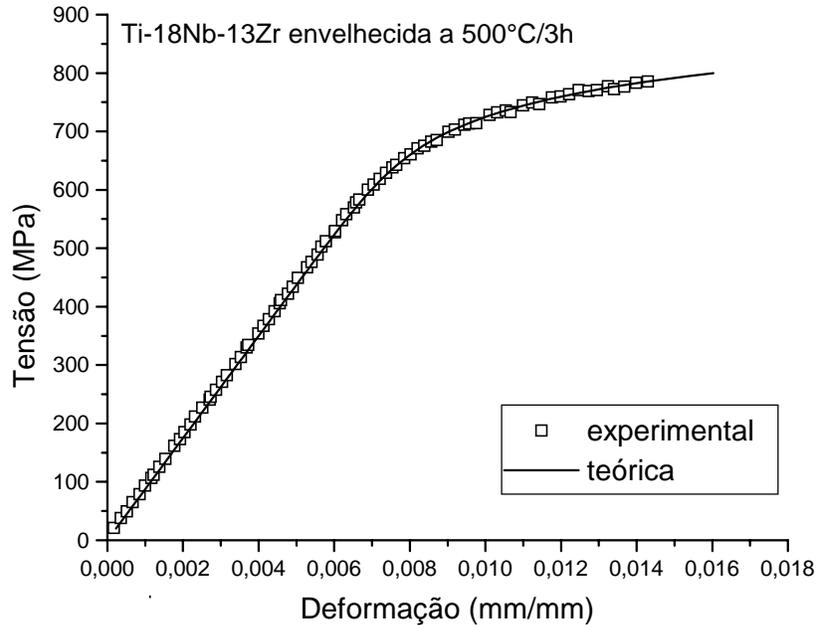


Figura 8 - Representação da região elástica modelada segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood da liga Ti-18Nb-13Zr envelhecida a 500°C/3h.

APÊNDICE

Demonstração matemática do cálculo do parâmetro de Ramberg-Osgood (n)

O valor de n pode ser obtido tanto pelo ajuste linear dos pontos experimentais através do método dos mínimos quadrados, quanto por outro procedimento relativamente simples, em que o comportamento não linear do material é ajustado por uma lei de potência para deformações, relativas aos componentes não lineares, correspondentes às tensões entre $\sigma_{0,01}$ e $\sigma_{0,2}$, conforme pode ser observado na Figura 1, sendo n o inverso da inclinação (equação 1).

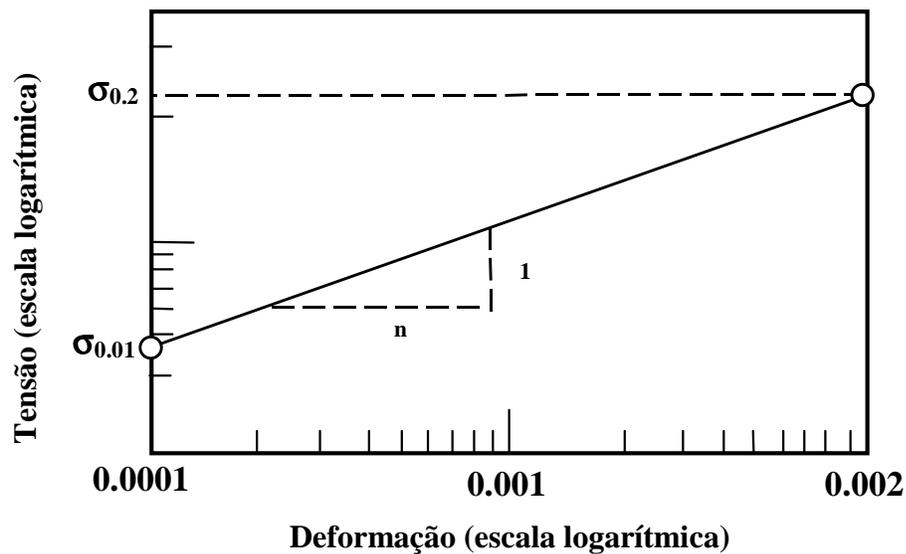


Figura 1 – Curva tensão versus deformação, em escala logarítmica.

Percebe-se que a deformação plástica em $\sigma_{0,2}$ ($\epsilon_p=0,002$) é 20 vezes superior à deformação plástica em $\sigma_{0,01}$ ($\epsilon_p=0,0001$).

$$n = \frac{1}{\text{inclinação}} = \frac{1}{\frac{\ln(\sigma_{0,2}/\sigma_{0,01})}{\ln(\epsilon_{p0,2}/\epsilon_{p0,01})}}$$

$$n = \frac{\ln(20)}{\ln(\sigma_{0,2}/\sigma_{0,01})} \quad (1)$$

FOLHA DE REGISTRO DO DOCUMENTO

1. CLASSIFICAÇÃO/TIPO TM	2. DATA 10 de agosto de 2005	3. DOCUMENTO N° CTA/ITA-IEM/TM-007/2005	4. N° DE PÁGINAS 132
5. TÍTULO E SUBTÍTULO: Estudo do comportamento mecânico das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr sob diferentes condições de tratamentos térmicos			
6. AUTOR(ES): Helena Marques da Silva			
7. INSTITUIÇÃO(ÕES)/ÓRGÃO(S) INTERNO(S)/DIVISÃO(ÕES): Instituto Tecnológico de Aeronáutica. Divisão de Engenharia Mecânica-Aeronáutica – ITA/IEM			
8. PALAVRAS-CHAVE SUGERIDAS PELO AUTOR: Ligas de titânio, propriedades mecânicas, tratamentos térmicos e biomateriais			
9. PALAVRAS-CHAVE RESULTANTES DE INDEXAÇÃO: Ligas de titânio; Propriedades mecânicas; Biomateriais; Tratamento térmico; Recozimento (metalurgia); Ensaio de materiais; Engenharia dos materiais; Metalurgia			
10. APRESENTAÇÃO: X Nacional Internacional ITA, São José dos Campos, 2005 132 páginas			
11. RESUMO: Os biomateriais devem apresentar requisitos essenciais, tais como biocompatibilidade, biofuncionalidade, bioadesão, propriedades mecânicas compatíveis àquelas do osso, processabilidade, resistência à corrosão e capacidade para interagir com o osso e com outros tecidos. As ligas de titânio têm se destacado para a produção de implantes, devido ao seu baixo módulo elástico, à sua superior biocompatibilidade e resistência à corrosão quando comparadas com outros materiais metálicos convencionais. Dentre as ligas de titânio a Ti-6Al-4V ($\alpha+\beta$) é a mais utilizada, no entanto novas composições estão em desenvolvimento, com destaque para as ligas do tipo β por apresentarem baixo módulo elástico. O presente trabalho descreve os comportamentos mecânico e microestrutural de duas ligas de Ti do tipo β , Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr, sob diferentes condições de tratamentos térmicos. As ligas foram obtidas por um processo de fusão em forno a arco com eletrodo não consumível em atmosfera de argônio. As ligas foram submetidas a um tratamento térmico de solubilização a 1000°C/1h e resfriadas em água, para posterior forjamento rotativo a frio até o diâmetro final de 6,0 mm (redução em área de 89%). As barras obtidas sofreram tratamento de recozimento a 900°C/30min seguido de duas diferentes condições de resfriamento, em água e ao ar. Após tratamento de recozimento seguido de resfriamento em água, as ligas foram submetidas a tratamentos térmicos de envelhecimento. A caracterização microestrutural foi feita empregando-se microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios-X. Ambas as ligas na condição recozida a 900°C/30min seguida de resfriamento em água apresentaram microestruturas martensíticas α' . Enquanto que para a condição de recozimento seguida de resfriamento ao ar as ligas apresentaram microestrutura constituídas das fase α e β . A caracterização mecânica das ligas nas condições forjada, recozida e envelhecida consistiu em ensaios de tração uniaxial a temperatura ambiente e microdureza. Para a liga Ti-8Nb-13Zr os valores obtidos de limite de resistência, módulo de elasticidade e de alongamento encontram-se entre 742 a 875 MPa, 82 a 92 GPa e 8 a 17%, respectivamente. Para a liga Ti-18Nb-13Zr os valores obtidos dessas propriedades estão entre 714 a 860 MPa, 70 a 86 GPa e 7 a 35%. As ligas apresentaram comportamento não linear na região elástica e as curvas tensão versus deformação foram modeladas segundo a equação modificada de Ramberg-Osgood. As superfícies de fratura, para ambas as ligas em todas as condições estudadas, apresentaram características de fraturas dúcteis, caracterizadas pela presença de dimples.			
12. GRAU DE SIGILO: (X) OSTENSIVO () RESERVADO () CONFIDENCIAL () SECRETO			