



Estudo das transformações de fases das ligas Ti-Nb-Sn

Patrícia Gomes de Andrade Borges¹, Carlos Eduardo celestino de Andrade², Helton José Rodrigues Cabral², Sandro Griza³, Wilton Walter Batista³

1IFS- Instituto Federal de Educação, Ciência e tecnologia de Sergipe. e-mail: borges.patricia@ifs.edu.br

2Mestrandos do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais. e-mail: eng2carlos.eduardo@gmail.com e helton_cabral@hotmail.com

3UFS- Universidade Federal de Sergipe. e-mail: griza@ufs.br e wiltonwlater@hotmail.com

Resumo: Atualmente as ligas de titânio do tipo β metaestável têm sido as eleitas para aplicações biomédicas por possuir elevada resistência à corrosão e valores de módulo de elasticidade próximos ao módulo do osso. Objetivo desse trabalho é a produção de novas ligas de titânio do tipo β para otimizar a microestrutura e as propriedades mecânicas em relação à aplicações com biomateriais. O material analisado trata-se de ligas compostas por Ti-35Nb, Ti-35Nb- 2,5 Sn (% em peso), obtidas a partir de lingotes com 40g, fundidos em forno a arco com eletrodo não consumível de tungstênio, homogeneizados a 1000°C em atmosfera controlada durante 12 horas e resfriados no forno, obtendo-se uma microestrutura formada pela fase β . Na sequência, foram realizados ensaios de microdureza Vickers em diferentes regiões e para a caracterização microestrutural foram feitas análises de difração de raios x, microscopia ótica (MO) das amostras em estado bruto.

Palavras-chave: biomateriais, ligas de titânio e transformações de fases

1. INTRODUÇÃO

A aplicação de um material como implante no corpo humano requer que o mesmo apresente um conjunto de propriedades e características tais como alta resistência à corrosão, biocompatibilidade e baixo módulo de elasticidade.

Atualmente as ligas usualmente empregadas nesse tipo de aplicação incluem o aço inoxidável ASTM F138, ligas Cr- Co, titânio comercialmente puro (c.p) e Ti-6Al-4V. Reservas devem ser feitas a respeito dessas ligas em implantes ortopédicos, por causa do elevado módulo de elasticidade quando comparadas ao do osso, tabela 1.

Tabela 1- Módulo de elasticidade para biomateriais metálicos (GEETHA, 2009).

Material	Módulo (GPa)
Cromo- Cobalto	240
ASTM F138	210
Ti-6Al-4V	112
Ti c.p	100
Ligas de titânio β	55-91
Ossos Cortical	10-30

Dentre as ligas citadas destaca-se a liga Ti-6Al-4V que se tornou a mais utilizada e gradualmente foi substituindo o Ti (c.p.), devido a alta resistência mecânica (MATUCHA, 1996). Entretanto, diversos estudos sugerem que o vanádio e o alumínio são prejudiciais ao corpo humano. Atribuindo a ocorrência do mal de Alzheimer ao alumínio e problemas no sistema respiratório em decorrência da formação de óxidos pouco estáveis ao vanádio (HON, 2003). Por causar esse efeito nocivo ao corpo humano o vanádio esta sendo substituído pelos β - estabilizadores, tais como o Fe e Nb, considerados mais seguros para o corpo vivo (NIINOMI, 1998).



Como vanádio e o alumínio não podem ser mais utilizados em próteses ortopédicas, a busca pelo desenvolvimento de novas ligas de titânio com elementos biocompatíveis e que apresentem baixo módulo de elasticidade se fez necessário. Assim, a utilização de ligas do sistema Ti-Nb-Sn tornou-se atrativa pelo fato do Nb ser um elemento biocompatível e sua adição na matriz de titânio leva a uma estabilização da fase β seguido por uma redução no módulo de elasticidade.

Estudos realizados por Jung et al. (JUNG, 2010) mostram que o módulo de Young de uma liga de Ti-35Nb-4Sn é de 40 GPa e que é considerado o mais baixo de todas as ligas de titânio do tipo β desenvolvidos para aplicações biomédicas. Este módulo de Young de 40 GPa é mais próximo do módulo do osso cortical humano (10-30 GPa) do que qualquer outro em ligas de titânio (NIINOMI, 1998). Os altos valores de módulo de elasticidade são indesejáveis em aplicações biomédicas devido à transferência inadequada de esforços entre a prótese e os ossos da região implantada, podendo levar à rejeição e cirurgias de revisão. E por apresentar várias vantagens para aplicações em biomateriais às ligas de Ti-Nb-Sn merecem um estudo sobre as propriedades anteriormente citadas.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Nesse trabalho foram utilizadas as ligas apresentadas na Tabela 2. Os materiais de partida usados nas ligas foram o Nióbio e o Titânio comercialmente puro (ASTM- Grau 1) disponíveis em forma de tarugo (Ti) e em placas (Nb), que posteriormente foram seccionados em tamanhos apropriados para serem decapados e pesados. E por último temos o Estanho (Sn) que não necessita de decapagem e corte, pois é disponível em forma de grânulos e pronto para o uso.

Tabela 2- Composições das ligas em porcentagem atômica (At) e em peso (Wt).

Composição % At	Composição % Wt
Ti- 21,74Nb	Ti-35Nb
Ti- 22Nb – 1,4Sn	Ti- 35Nb- 2,5Sn

2.1 Preparação dos materiais

Os metais foram cortados com o auxílio de uma serra de fita e uma Cut- Off. Após seccionamento, o material passou pelo processo de decapagem, que consiste na imersão do material por 10 segundos nas seguintes soluções:

- Solução de decapagem do Titânio, 30 ml de H₂O, 30 ml de HNO₃, 30 ml de HF na proporção 1:1:1.
- Solução de decapagem do Nióbio, 10 ml de H₂O, 50 ml de H₂SO₄, 20 ml de HNO₃, 20 ml de HF na proporção 1:1:1:1.

2.2 Produção das ligas de titânio em forno a arco- voltaico.

Depois da decapagem, os metais foram pesados em uma balança analítica visando obter lingotes de 40 g. As ligas foram preparadas através da fusão dos elementos utilizando forno a arco com eletrodo não consumível de tungstênio sob atmosfera de argônio e cadinho de cobre refrigerado a água (Figura 1). Com essa técnica foram produzidos inicialmente dois lingotes, semelhantes ao da Figura 2.



Figura 1- Forno a arco-voltaico.

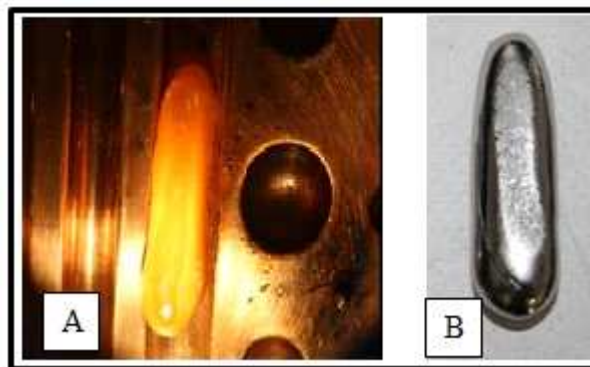


Figura 2- (a) Lingote no cadinho de cobre (b) Lingote produzido.

Após a fundição no forno a arco-voltaico, os lingotes foram submetidos a tratamento térmico de homogeneização à temperatura de 1000°C por 12h, com o objetivo de eliminar as heterogeneidades composicionais resultantes do processo de solidificação. Para o tratamento térmico foi utilizado um forno sob atmosfera controlada de argônio (grau 5.0 analítico) com o intuito de evitar a formação da camada de óxido nas amostras.

2.3 Técnicas de caracterização

2.3.1 Análise microestrutural.

A amostra foi preparada segundo o procedimento metalográfico padrão: lixamento com lixas de granulação de 80 a 1500, polimento com pastas de diamantes de granulometria $3\ \mu\text{m}$ e $1\ \mu\text{m}$. Para a revelação da microestrutura foi empregada a solução de ataque químico de Kroll, conforme recomendação ASM Handbook (2004), consistindo de 6 mL de HNO_3 , 3 mL de HF e 91 mL de H_2O , e em seguida, as amostras foram analisadas e fotografadas em um microscópio óptico modelo Carl ZEISS Axio SCOPE A.1.

2.3.2 Difração de raios X.

Os difratogramas de raios X foram obtidos a partir de amostras lixadas e expostas a radiação Cu-K α ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) em um equipamento XRD-6000 SHIMADZU de acordo com as seguintes especificações: tensão de 40 kV, corrente de 30 mA, varredura de 1,2 $^\circ$ /min, com variação 2 θ de 30 a 90 $^\circ$. Para a identificação das fases utilizou-se as fichas de padrões do JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standards).

2.3.3 Ensaio de microdureza

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado com as amostras lixadas e polidas. Para tal procedimento, utilizou-se um microdurômetro Vickers da Shimadzu modelo HMV-2T, com carga de 200gf e tempo de impressão de 15 s, onde cada valor médio foi obtido através de cinco medidas.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 3 mostra a micrografia da amostra Ti-35Nb-2,5Sn na condição homogeneizada a 1000 $^\circ$ C e resfriadas em forno. Pode-se observar que os grãos são grosseiros e que é possível verificar a presença da fase β , a presença dessa fase é confirmada pela análise dos difratogramas de raios X, figura 5.

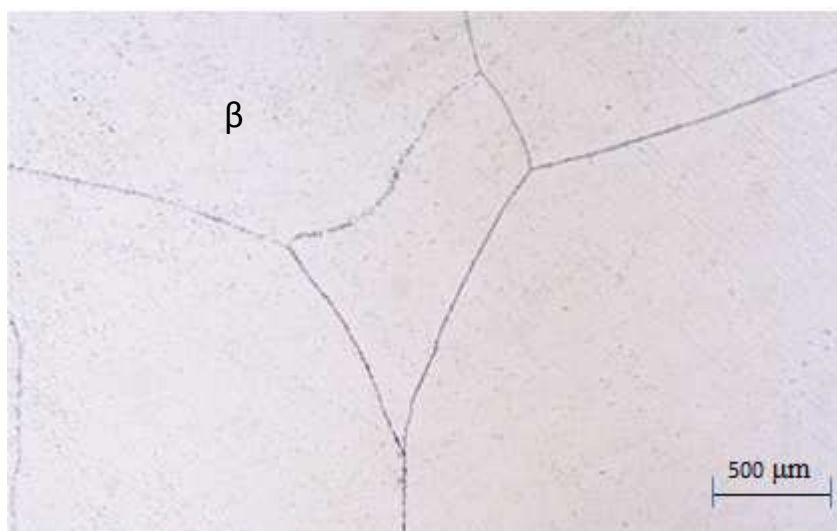


Figura 3- Microscopia ótica da liga Ti-35Nb-2,5Sn

Os difratogramas obtidos, figura 4 e figura 5, confirmam a presença da fase β , entretanto picos característicos da fase ω também estão presentes nas amostras de Ti-35Nb e Ti-35Nb-2,5Sn.

Pode-se observar que os picos referentes aos planos (001) e (002) nas amostras Ti-35Nb e Ti-35Nb-2,5Sn diminuíram ratificando os dados da literatura, os quais afirmam que a adição de Sn em ligas Ti-Nb ajuda a estabilizar a fase β e suprimir a ocorrência da fase ω (HANADA, 2005).

A fase ω normalmente é indesejável, pois o módulo é ligeiramente maior do que o da fase α e da fase β (NAG, 2008). Embora a fase ω leve a perda de ductilidade, estudos mostram que o controle da fração de volume dessa fase pode promover o aumento da resistência mecânica associada à ductilidade razoável (FROES, 1980).

A medida de microdureza Vickers (HV) é uma propriedade mecânica importante, pois é uma medida de resistência de um material a uma deformação plástica localizada e a medida de microdureza encontrada nesse trabalho para a liga Ti-35Nb-2,5Sn foi de $224 \pm 3,9\text{HV}$, valor inferior ao encontrado nas ligas de Ti-35Nb que foi de $278 \pm 14,07\text{HV}$.

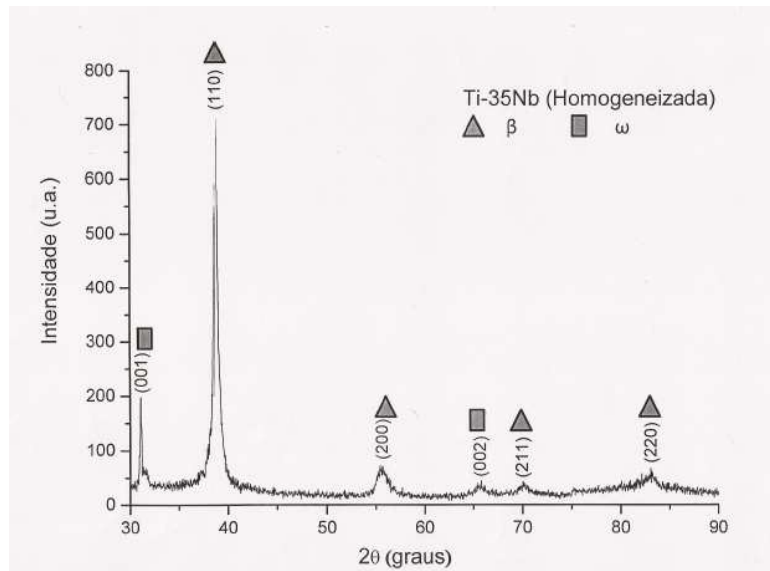


Figura 4- Difração de raios x Ti-35Nb na condição homogeneizada a 1000°C e resfriadas no forno.

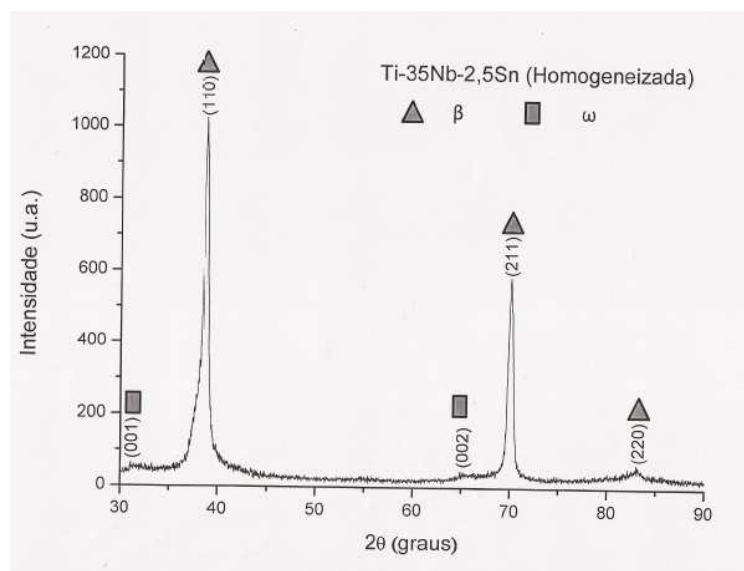


Figura 5- Difração de raios x Ti-35Nb-2,5Sn na condição homogeneizada a 1000°C e resfriadas no forno.

6. CONCLUSÕES

Comparando os resultados de difração de raios x observa-se que estão que houve uma diminuição da intensidade do pico (001) e o (002) associado à fase ω , na liga Ti-35Nb-2,5Sn em relação à liga Ti-35Nb, sugerindo que o elemento estanho (Sn) está agindo como supressor da fase ω e estabilizando a fase β . Os resultados obtidos nos ensaios de microdureza ratificam essa hipótese, já que foram encontrados, para as ligas Ti-35Nb e Ti-35Nb-2,5Sn, ambos na condição homogeneizada,



os valores de microdureza Vickers de $278 \pm 14,07$ e $224 \pm 3,89$, respectivamente. Como a fase ω proporciona um aumento da dureza, a diminuição da mesma permite deduzir que houve uma diminuição da fração volumétrica da fase ω , corroborando com a literatura e com os resultados obtidos por difração neste trabalho. Entretanto mais análises devem ser realizadas com o intuito de complementar as técnicas utilizadas nesse trabalho. Os autores sugerem que seja realizada a técnica de microscopia eletrônica de transmissão (TEM) para tal procedimento.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a CAPES e CNPq pelo suporte financeiro.

REFERÊNCIAS

ASM Handbook. V9. "Metallography and Microstructures". ASM International. Materials Park. OH.2004.

FROES, F. H. , YOLTON, C. F., CAPENOS, J. M., WELLS, M. G. H., WILLIAMS, J. C. "The relationship between microstructure and age hardening response in the metastable beta titanium alloy Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn (Beta III)", *Metallurgical Transactions*, v. 11A, p. 21-31, 1980.

GEETHA,M., SINGH,A.K., ASOKAMANI,R., GOGIA,A.K. ." Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review", *Progress in Materials Science*, v. 54, pp. 397-425, 2009.

HANADA, S., MATSUMOTO, H., WATANABE, S. "Mechanical compatibility of titanium implants in hard tissues", *International Congress Series*, v. 1284, p. 239-247, 2005.

HON,Y.H., WANG, J.Y., PAN,Y. N." Composition/phase structure and properties of titanium-niobium alloys", *Materials Transactions*, v.44, pp. 2384-2390, 2003.

JUNG,T.K., MATSUMOTO,H., ABUMIYA,T., MASAHASHI, N., KIM,M.S., HANADA,S. "Mechanical properties-graded Ti alloy implants for orthopedic applications", *Mater Sci Forum*, pp.631–632, 2010.

MATUCHA, K. H. *Materials science and technology – a comprehensive treatment*.

Weinheim: VCH Publishers Inc., 1996.

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

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



19 a 21 de outubro - Ciência, tecnologia e inovação: ações sustentáveis para o desenvolvimento regional