

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA  
TESE DEFENDIDA POR *Maria Leticia*  
*Calil Giudice* ..... E APROVADA  
PELA COMISSÃO JULGADORA EM *18* / *02* / *2011*  
*Sergio J. Brito*  
.....  
ORIENTADOR

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

Maria Leticia Calil Giudice

**Estudo da recristalização da liga Ti-35Nb-7,5Ta  
deformada por laminação a frio**

Campinas, 2011

Maria Letícia Calil Giudice

# **Estudo da recristalização da liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada por laminação a frio**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

**Área de Concentração: Engenharia de  
Materiais**

Orientador: Dr. Sérgio Tonini Button  
Co-Orientadora: Dra. Alexandra de Oliveira  
França Hayama

Campinas  
2011

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

G448e Giudice, Maria Letícia Calil  
Estudo da recristalização da liga Ti-35Nb-7,5Ta  
deformada por laminação a frio / Maria Letícia Calil  
Giudice. --Campinas, SP: [s.n.], 2011.

Orientadores: Sérgio Tonini Button, Alexandra de  
Oliveira França Hayama.  
Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de  
Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Ligas de titânio. 2. Deformação plástica. 3.  
Recristalização. I. Button, Sérgio Tonini . II. Hayama,  
Alexandra de Oliveira França. III. Universidade  
Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia  
Mecânica. IV. Título.

Título em Inglês: Cold rolling and recrystallization of the Ti-35Nb-7,5Ta alloy  
Palavras-chave em Inglês: Titanium alloys, Plastic deformation, Recrystallization  
Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação  
Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica  
Banca examinadora: Rubens Caram Júnior, Conrado Ramos Moreira Afonso  
Data da defesa: 18/02/2011  
Programa de Pós Graduação: Engenharia Mecânica

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA  
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**Estudo da recristalização da liga Ti-35Nb-7,5Ta  
deformada por laminação a frio**

Autora: Maria Letícia Calil Giudice

Orientador: Dr. Sérgio Tonini Button

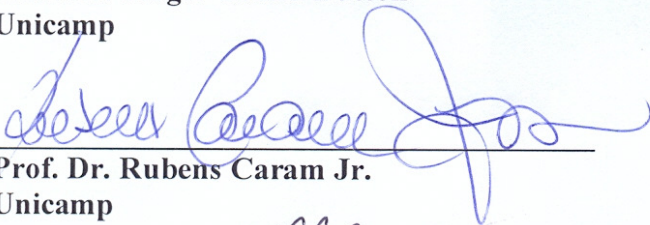
Co-Orientadora: Dra. Alexandra de Oliveira França Hayama

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:



---

Prof. Dr. Sérgio Tonini Button  
Unicamp



---

Prof. Dr. Rubens Caram Jr.  
Unicamp



---

Prof. Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso  
UFSCAR

Campinas, 18 de fevereiro de 2011

Dedico este trabalho ao meu marido Ivan e ao meu avô Simão Calil (in memoriam).

## **Agradecimentos**

Este trabalho não poderia ser terminado sem a ajuda de diversas pessoas às quais presto minha homenagem:

Ao Prof. Sérgio Tonini Button, meu orientador, pela oportunidade de trabalho, paciência, incentivo e amizade.

A Alexandra França de Oliveira Hayama, minha co-orientadora, pela sugestão do tema do trabalho e suporte necessário à sua realização, pela paciência e amizade.

Ao meu marido que sempre me encorajou, pelo amor, paciência e companheirismo.

A minha tia Regina e minha mãe que me ajudaram em muitos momentos com este trabalho.

A minha avó Vilma, tia Nane e minhas enteadas pelo apoio e compreensão.

A todos os meus familiares pela compreensão, apoio e incentivo.

Aos meus amigos que estavam sempre prontos a me ajudar: Gustavo, Mário e William.

Aos meus companheiros de grupo: Daniel, Renato, Marcos, Valter e Fernando.

Aos alunos de iniciação científica Ulisses, Rafael e Vinícius pela ajuda prestada.

Ao Prof. Rubens Caram Jr. que permitiu a utilização de seu laboratório para a realização da parte prática deste trabalho.

Ao Prof. Hugo Sandim pela doação do tântalo para a fabricação dos lingotes.

Aos alunos do laboratório do Prof. Dr. Rubens Caram Jr.: Sandra, Alessandra, Flávia, Juliana, Giorgia, Éder, Rodrigo, Paulo, Manolo, Victor.

Aos meus gestores e amigos da Schincariol pelo incentivo.

Aos técnicos e funcionários do DEMA: José Luis Lisboa, Claudinete Leal, Rita Jacon, João Polis, Emilcio Cardoso e Eduardo pela paciência e auxílio.

Aos professores da FEM pelo conhecimento transmitido.

A CAPES, FAPESP e CNPq pelo apoio financeiro.

## Resumo

Os implantes metálicos são importantes para restaurar estruturas ósseas danificadas. Para produzir tais implantes, diversos tipos de materiais podem ser empregados, sendo o aço inoxidável a primeira liga metálica utilizada, que mais tarde, perdeu espaço para a liga Co-Cr devido a sua resistência à corrosão e propriedades mecânicas. As características das ligas de titânio do tipo  $\beta$  fazem dessas ligas materiais promissores na confecção de implantes metálicos. Essas ligas são compostas por materiais biocompatíveis, como o nióbio, o tântalo e o zircônio, e apresentam módulo de elasticidade menor quando comparadas às ligas  $\alpha+\beta$ . Neste trabalho foi estudada a liga  $\beta$  Ti-35Nb-7,5Ta (% em peso). Trabalhos prévios mostraram que esta liga apresenta propriedades compatíveis com as ligas desenvolvidas e utilizadas para implantes ortopédicos. Amostras dessa liga foram obtidas a partir de lingotes com 80g e 100g, fundidos em forno de fusão a arco voltaico, homogeneizados a 1000°C durante 8 horas e resfriados rapidamente em água, para obter-se uma microestrutura formada pelas fases  $\beta$  e martensita ortorrômbica ( $\alpha''$ ). As amostras foram então deformadas por laminação a frio em múltiplos passes até 84% de redução em espessura. Na sequência, as amostras com 84% de deformação foram recozidas em vácuo em diferentes temperaturas e tempos de recozimento. A caracterização microestrutural foi realizada por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios-X. Também foram feitos ensaios de dureza Vickers, para a obtenção das curvas de encruamento e de amaciamento das amostras recozidas, e ultra-som para medidas do módulo de elasticidade. Os resultados mostram que na amostra solubilizada a microestrutura apresenta as fases  $\alpha''$  e  $\beta$ , com grãos grosseiros, da ordem de 3  $\mu\text{m}$ . As amostras com até 84% de deformação também apresentam somente as fases  $\alpha''$  e  $\beta$ . Nas amostras com até 52% de redução da espessura foi verificada uma tendência da fase  $\alpha''$  em se alinhar com a direção de laminação. A partir de 63% de redução em espessura há maior fragmentação dos grãos e a microestrutura torna-se majoritariamente lamelar. As amostras deformadas até 84% e recozidas a 600°C por 1, 5, 15, 30, 45 e 60 min e a 700°C por 1min encontram-se majoritariamente recuperadas. Já as amostras deformadas até 84% e em seguida recozidas a 700°C por 5, 15, 30, 45 e 60 min e a 800°C por 1, 5, 15, 30 e 45 min encontram-se parcialmente recristalizadas. Nas amostras recozidas a 800°C por 60 min também foi constatada a presença da fase  $\alpha''$  no interior dos grãos totalmente

recristalizados que apresentaram tamanho médio de 36  $\mu\text{m}$ , com redução significativa se comparado com o do material solubilizado que era de 3mm.

*Palavras-chave:* Liga de titânio, deformação plástica, recuperação, recristalização



## Abstract

Metallic implants are important to replace damaged bone structures. To manufacture such implants, many materials have been used, like stainless steels the first alloy ever applied and later substituted by Co-Cr alloys, which present better corrosion resistance and mechanical properties. Some characteristics of  $\beta$  type titanium alloys make them a promising material in the manufacturing of metallic implants. These alloys present biocompatible elements such as niobium, tantalum and zirconium, and a lower Young's modulus when compared to  $\alpha+\beta$  alloys. In this work it was studied the  $\beta$  alloy Ti-35Nb-7.5Ta (%-weight). Previous studies have shown that this alloy presents properties which are compatible to other alloys commonly used in orthopedic implants. Samples of this alloy weighting 80 and 100 g were obtained by electric arc melting, heat treated at 1000°C for 8 hours and water quenched, to produce a microstructure with the phases  $\beta$  and orthorhombic martensite ( $\alpha''$ ). Then these samples were cold rolled in multiple passes up to a thickness reduction of 84%. Finally these samples were heat treated in vacuum at different temperatures and soaking times. Microstructural characterization was carried out by light optical microscopy, scanning electron microscopy and X-ray diffraction. Hardening and softening curves were obtained by Vickers hardness tests, and an ultrasonic method was used to evaluate the Young's modulus. The solubilized sample presents a  $\alpha''$  and  $\beta$  microstructure with coarse grains, near to 3 mm. Cold rolled samples with 84% of thickness reduction also presented only the phases  $\alpha''$  and  $\beta$ . In samples with up to 52% of the thickness reduction it was observed the tendency of phase  $\alpha''$  to align with the rolling direction. Samples deformed above 63% of thickness reduction presented greater fragmentation of the grains and the microstructure became predominantly lamellar. Cold rolled samples with 84% thickness reduction and annealed at 600°C by 1, 5, 15, 30, 45 e 60 min and at 700°C by 1min are predominantly recovered, while samples annealed at 700°C by 5, 15, 30, 45 and 60 min and at 800°C by 1, 5, 15, 30 and 45 min are partially recrystallized. In samples annealed at 800°C by 60 min the  $\alpha''$  phase was found inside fully recrystallized grains, which presented an average size of 36  $\mu\text{m}$ , i.e., with a significant reduction if compared to the 3 mm solubilized mean grain size.

*Keywords:* Titanium alloys, plastic deformation, recovery, recrystallization

## Lista de Ilustrações

Figura 1.1. (a) Prótese de metal; (b) Próteses implantadas no paciente (Devito, 2006).....	2
Figura 1.2. (a) Diagrama esquemático mostrando um osso saudável e um osso com osteoporose (Balestro, 2009); (b) fratura de fêmur devido à osteoporose (Cury, 2004).....	3
Figura 2.1 – Diagrama esquemático mostrando o efeito dos elementos de liga nos diagramas de fase das ligas de titânio. Adaptado de (Lütjering, 2003).....	8
Figura 2.2. Diagrama esquemático dos principais estágios no recozimento: (a) estado encruado, (b) recuperado, (c) parcialmente recristalizado, (d) totalmente recristalizado, (e) crescimento de grão, (f) crescimento anormal de grão (Humphreys, 2004). ....	14
Figura 3.1. (a) forno de fusão a arco-voltaico (b) lingote durante o resfriamento. ....	17
Figura 3.2. Lingote de 100g da liga Ti-35Nb-7,5Ta após a fundição [cm]. ....	17
Figura 3.3. Forno de aquecimento resistivo que foi utilizado no tratamento térmico das amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta.....	18
Figura 3.4 - Desenho esquemático mostrando a retirada das amostras após laminação a frio. ....	21
Figura 4.1. Microestrutura da liga Ti-35Nb-7,5Ta na condição solubilizada: (a) MO, contraste Nomarski e (b) MEV, elétrons retroespalhados. ....	27
Figura 4.2. Difratoograma de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta na condição solubilizada. ....	28
Figura 4.3. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 14%. (MO, contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação e a linha tracejada indica o contorno de grão...30	30
Figura 4.4. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 31%. (MO, contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação e a linha tracejada indica o contorno de grão...31	31
Figura 4.5. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 52%. (MO, contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação e a linha tracejada indica o contorno de grão...32	32
Figura 4.6. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 63%. (MO, contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação.....	33
Figura 4.7. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 74%. (MO, contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação.....	34
Figura 4.8. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%. (MO, contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação.....	35

Figura 4.9. Curva de encruamento da liga Ti-35Nb-7,5Ta. ....	37
Figura 4.10. Difractogramas de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta de amostras laminadas a frio até: (a) 14% e (b) 31%.....	39
Figura 4.11. Difractogramas de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta de amostras laminadas a frio até: (a) 52% e (b) 63%.....	40
Figura 4.12. Difractogramas de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta de amostras laminadas a frio até: (a) 74% e (b) 84%.....	41
Figura 4.13. Curva de DSC da amostra laminada a frio até 84%.....	42
Figura 4.14. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 600°C durante 1 minuto (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.....	44
Figura 4.15. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 600°C durante 5 minutos (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.....	45
Figura 4.16. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 600°C durante 15 minutos (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.....	45
Figura 4.17. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 600°C durante 30 minutos (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.....	46
Figura 4.18. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 600°C durante 45 minutos (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.....	46
Figura 4.19. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 600°C durante 60 minutos (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.....	47
Figura 4.20. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 700°C durante 1 minuto (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.....	48
Figura 4.21. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 700°C durante 5 minutos: (a) MO, contraste Nomarski e (b) MEV, elétrons retroespalhados. ....	49
Figura 4.22. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 700°C durante 15 minutos: (a) MO, contraste Nomarski e (b) MEV, elétrons retroespalhados. ....	50
Figura 4.23. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 700°C durante 30 minutos. (a) MO, contraste Nomarski e (b) MEV, elétrons retroespalhados.....	51
Figura 4.24. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 700°C durante 45 minutos (MO, contraste Nomarski). ....	52

Figura 4.25. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 700°C durante 60 minutos (MO, contraste Nomarski). .....	52
Figura 4.26. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 800°C durante 1 minuto (MEV, elétrons retroespalhados). .....	53
Figura 4.27. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 800°C durante 5 minutos. (a) MO, contraste Nomarski e (b) MEV, elétrons retroespalhados. ....	54
Figura 4.28. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 800°C durante 15 minutos. (MO, contraste Nomarski). .....	56
Figura 4.29. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 800°C durante 30 minutos. (MO, contraste Nomarski). .....	56
Figura 4.30. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 800°C durante 45 minutos. (MO, contraste Nomarski). .....	57
Figura 4.31. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 800°C durante 60 minutos: (a) MO, contraste Nomarski; (b) MEV, elétrons retroespalhados. ....	58
Figura 4.32. Difrátogramas de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta da amostra laminada a frio até 84% e recozida a 600°C por 60 minutos. ....	60
Figura 4.33. Difrátogramas de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta da amostra laminada a frio até 84% e recozida a 700°C por 60 minutos. ....	60
Figura 4.34. Difrátogramas de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta da amostra laminada a frio até 84% e recozida a 800°C por 60 minutos. ....	61
Figura 4.35. Curva de amaciamento da liga Ti-35Nb-7,5Ta. ....	63

## Lista de Tabelas

Tabela 3.1 - Amostras relativas à laminação a frio dos lingotes da liga Ti-35Nb-7,5Ta .....	20
Tabela 4.1. Análise de oxigênio e nitrogênio das amostras Ti-35Nb-7,5Ta na condição solubilizada.....	28
Tabela 4.2. Variação da dureza Vickers das amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada por laminação a frio. ....	36
Tabela 4.3. Propriedades da liga Ti-35Nb-7,5Ta obtidas no ensaio de ultra-som nas amostras deformadas por laminação a frio. ....	38
Tabela 4.4. Tipos de microestruturas obtidas após deformação por laminação a frio e posterior recozimento. ....	43
Tabela 4.5. Propriedades da liga Ti-35Nb-7,5Ta obtidas no ensaio de ultra-som nas amostras deformadas por laminação a frio e recozidas. ....	59
Tabela 4.6. Variação da dureza Vickers (média (desvio padrão)) das amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada por laminação a frio e recozida. ....	62

## Lista de Abreviaturas e Siglas

### *Letras Gregas*

$\alpha$  – fase com estrutura hexagonal

$\alpha'$  – fase martensítica com estrutura hexagonal

$\alpha''$  – fase martensítica com estrutura ortorrômbica

$\beta$  – fase com estrutura cúbica de corpo centrado

$\alpha+\beta$  – fase com estrutura hexagonal + cúbica de corpo centrado

$\omega$  – fase metaestável com estrutura hexagonal compacta ou trigonal

$\nu$  – Coeficiente de Poisson

$\rho$  – densidade [g/cm<sup>3</sup>]

### *Abreviações*

**E** – módulo de elasticidade [GPa]

**EDE** – energia de defeito de empilhamento

**DL** – direção longitudinal

**DN** – direção normal

**DSC** – calorimetria diferencial de varredura (*differential scanning calorimetry*)

**DT** – direção transversal

**G** – módulo de elasticidade transversal [GPa]

**HV** – dureza Vickers (*Hardness Vickers*)

**MEV** – microscopia eletrônica de varredura

**MO** – microscopia óptica

**PR** – parcialmente recristalizada

**R** – recuperada

**RE** – redução de espessura

**TR** – totalmente recristalizada

**VL** – velocidade longitudinal [cm/s]

**VT** – velocidade transversal [cm/s]

*Siglas*

**ASTM** – *American Society for Materials and Testing*

**CBCiMat** – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais

**CONEM** – Congresso Nacional de Engenharia dos Materiais

**CTA** – Centro Técnico Aeroespacial

**CVRD** – Companhia Vale do Rio Doce

**Dema-UNICAMP** – Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Campinas

**EEL-USP** – Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo

**IME** – Instituto Militar de Engenharia

**JCPDS** – *Joint Committee on Powder Diffraction Standards*

**SBPMat** – Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais

# SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO .....	1
1.1 Introdução .....	1
1.2 Objetivos .....	4
1.3 Estrutura dos Capítulos .....	4
1.4 Trabalhos Apresentados .....	5
2 REVISÃO DA LITERATURA .....	6
2.1 História do Titânio .....	6
2.2 Características do titânio e ligas .....	7
2.2.1 Ligas $\alpha$ e Near- $\alpha$ .....	8
2.2.2 Ligas $\alpha + \beta$ .....	9
2.2.3 Ligas near- $\beta$ , $\beta$ -metaestável e $\beta$ .....	9
2.3 O estado encruado .....	11
2.4 Os processos de recuperação e recristalização .....	12
3 MATERIAIS E MÉTODOS .....	15
3.1 Materiais .....	15
3.2 Métodos .....	16
3.2.1 Preparação dos Materiais .....	16
3.2.2 Obtenção de ligas de titânio em forno a arco voltaico .....	16
3.2.3 Tratamento térmico de homogeneização em tubos de quartzo sob vácuo .....	17
3.2.4 Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) .....	18
3.2.5 Determinação dos teores de oxigênio e nitrogênio .....	19
3.2.6 Deformação por laminação a frio .....	20
3.2.6 Tratamentos térmicos de recozimento .....	21
3.2.7 Preparação metalográfica .....	22
3.2.8 Microscopia óptica .....	22
3.2.9 Microscopia eletrônica de varredura .....	23
3.2.10 Difração de raios-X .....	23
3.2.11 Ensaio de Ultra-som .....	23
3.2.12 Ensaio de dureza Vickers .....	25
3.2.13 Medidas de tamanho de grão .....	25
4 APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS .....	26
4.1 Amostras na condição solubilizada .....	26
4.2 Amostras na condição deformada .....	29
4.2.1 Microestrutura .....	29
4.2.2 Curva de encruamento .....	36
4.2.3 Difração de raios-X e módulo de elasticidade .....	37
4.3 Amostras na condição recozida .....	42
4.3.1 Caracterização microestrutural via MO e MEV .....	42
4.3.1.1 Tipos de microestruturas obtidas após recozimento .....	43



4.3.1.2 Microestrutura.....	44
4.3.2 Difração de raios-X e módulo de elasticidade .....	59
4.3.3 Curva de Amaciamento .....	61
5 CONCLUSÕES .....	64
6 SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS.....	67
REFERÊNCIAS .....	68

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 Introdução

Os implantes metálicos são importantes para restaurar estruturas ósseas danificadas. Para produzir tais implantes, diversos tipos de materiais podem ser empregados, sendo o aço inoxidável a primeira liga metálica a ser utilizada, que mais tarde, perdeu espaço para a liga Co-Cr devido a sua resistência à corrosão e propriedades mecânicas.

A partir da década de 1940, foi introduzido o titânio comercialmente puro como material para implante cirúrgico e a partir da década de 1960, a liga Ti-6Al-4V substituiu-o em várias aplicações biomédicas, por apresentar propriedades superiores, tais como elevada resistência mecânica e resistência à corrosão. Além disso, também apresenta menor módulo de elasticidade quando comparada com outras ligas utilizadas em implantes ortopédicos, como o aço inoxidável e a liga Co-Cr-Mo, que possuem módulo de elasticidade próximo a 200 GPa e valores superiores a 250 GPa, respectivamente.

A liga Ti-6Al-4V é uma liga do tipo  $\alpha+\beta$  e possui módulo de elasticidade próximo a 110 GPa, sendo superior ao do osso (10-30 GPa). As ligas  $\alpha+\beta$ , contendo vanádio, como a Ti-6Al-4V, estão sendo substituídas como material de implante, pois estudos mostram que o vanádio é tóxico e pode causar danos à saúde do implantado (Eisenbarth, 2004). O alumínio também pode ser prejudicial, perturbando o sistema biológico e causando inflamações locais (Zaffe, 2004), também pode estar relacionado a desordens no sistema neurológico do implantado (Silva, 2004). Esses são alguns aspectos adversos das ligas  $\alpha+\beta$  que têm levado a um aumento do uso das ligas  $\beta$  de titânio como material para a confecção de implantes ortopédicos.

No caso de materiais metálicos a serem empregados em implantes ortopédicos constata-se que algumas ligas de titânio podem atender satisfatoriamente aos requisitos, como ocorre na restauração das funções da articulação coxo-femoral pela cirurgia de reconstrução total de quadril. Neste caso, a prótese é constituída por três partes: uma peça que é presa ao quadril, confeccionada em material polimérico, uma haste metálica que é inserida no fêmur (Figura 1.1) e uma esfera fabricada em material metálico ou cerâmico, que atua fixada na haste metálica.

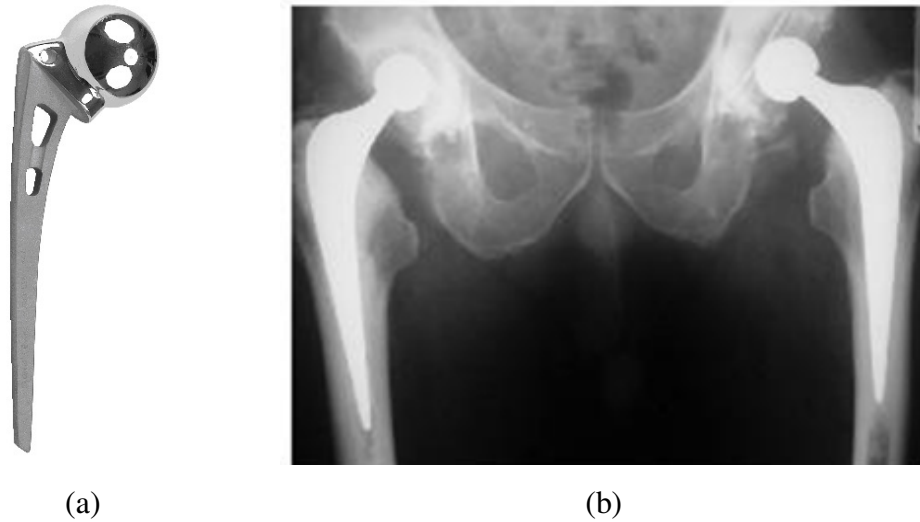
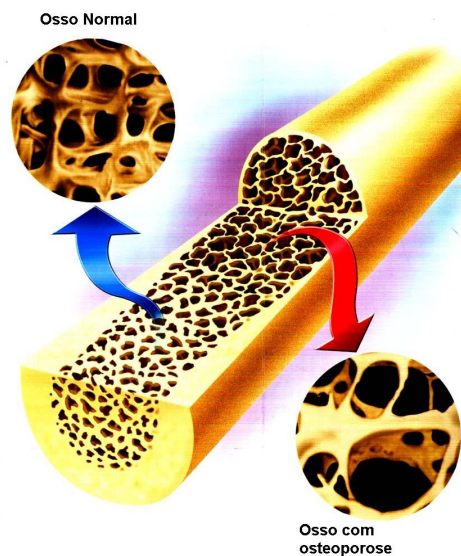


Figura 1.1. (a) Prótese de metal; (b) Próteses implantadas no paciente (Devito, 2006).

Quando são utilizados materiais com módulos de elasticidade superiores ao do osso para a confecção de implantes, ocorre transferência insuficiente da tensão para o osso, o que pode causar a degradação óssea e conseqüentemente, a osteoporose (Tarr, 1983), que em situações extremas, pode levar à fratura do fêmur, como indica a Figura 1.2.

As características das ligas de titânio do tipo  $\beta$  fazem dessas ligas materiais promissores na confecção de implantes metálicos. Essas ligas são compostas por materiais biocompatíveis, como o nióbio, o tântalo e o zircônio, e apresentam módulo de elasticidade menor quando comparadas com o das ligas  $\alpha+\beta$ , podendo variar de 55 a 85 MPa, para algumas ligas de titânio do tipo  $\beta$  (Niinomi, 1998). Uma desvantagem das ligas de titânio é que elas apresentam custo maior quando comparadas com as demais ligas utilizadas na confecção de implantes.



(a)



(b)

Figura 1.2. (a) Diagrama esquemático mostrando um osso saudável e um osso com osteoporose (Balestro, 2009); (b) fratura de fêmur devido à osteoporose (Cury, 2004).

Trabalhos prévios mostram que a liga Ti-35Nb-7,5Ta apresenta propriedades compatíveis com as ligas desenvolvidas e utilizadas para implantes ortopédicos. Um processamento comumente encontrado na literatura para as ligas de titânio é a conformação a quente seguida de solubilização, esse processamento faz com que ocorra crescimento dos grãos do material, sendo a dimensão destes da ordem de mm (Souza, 2008), diminuindo assim a resistência mecânica do mesmo, visto que contornos de grão também são obstáculos à movimentação das discordâncias, dessa forma o aumento da resistência mecânica do material é devido somente à precipitação de fases, como as fases  $\alpha$  e  $\omega$ , que ocorrem no posterior envelhecimento dessas ligas.

O processamento proposto neste trabalho consta de fusão da liga em forno a arco voltaico, seguido por solubilização, deformação plástica a frio e recozimento. A deformação plástica a frio e posterior recozimento proporcionam um material com granulação mais fina e conseqüentemente maior resistência mecânica do que um material com granulação grosseira.

## 1.2 Objetivos

As características físicas, químicas e mecânicas das ligas de titânio do tipo  $\beta$  mostram que elas apresentam potencial para substituir, em um futuro próximo, as ligas  $\alpha+\beta$  utilizadas na confecção de implantes metálicos. Dentro do escopo apresentado, o objetivo deste trabalho é avaliar os efeitos da conformação mecânica a frio da liga Ti-35Nb-7,5Ta (% em peso) seguida por recozimento isotérmico sobre o refinamento do tamanho de grão da amostra deformada a frio e recristalizada, quando comparado ao da amostra solubilizada, a fim de obter as melhores propriedades mecânicas de resistência e tenacidade.

## 1.3 Estrutura dos Capítulos

Os capítulos estão estruturados da seguinte forma:

- Capítulo 1 – Apresentação da introdução, do objetivo proposto e dos trabalhos apresentados com os resultados aqui obtidos;
- Capítulo 2 - Revisão bibliográfica com destaque para as ligas de titânio, encruamento, recuperação e recristalização;
- Capítulo 3 - Materiais e métodos, com a descrição de todos os procedimentos e processos feitos neste trabalho;
- Capítulo 4 - Apresentação e discussão dos resultados obtidos neste trabalho;
- Capítulo 5 - Conclusões, com um resumo dos resultados mais importantes obtidos neste trabalho;
- Capítulo 6 - Sugestões para trabalhos futuros, considerando os resultados obtidos e as dificuldades encontradas na realização deste trabalho.

## 1.4 Trabalhos Apresentados

Com os resultados aqui obtidos foram apresentados em Simpósios e Congressos os seguintes trabalhos, publicados nos respectivos anais:

- Caracterização microestrutural da liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada por laminação a frio - apresentado no VI Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CONEM), 2010;
- Microstructural evolution of Ti-35Nb-7,5Ta during cold rolling and heat treatment - apresentado no IX Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais (SBPMat), 2010;
- Avaliação microestrutural da liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada por laminação a frio e recozida - apresentado no 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (CBCiMat), 2010.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 História do Titânio

O mineral ilmenita ( $\text{FeTiO}_3$ ) foi descoberto na Inglaterra por William Justin Gregor em 1790. Gregor concluiu que esse mineral continha um novo elemento. Em 1795, o químico alemão Heinrich Klaproth, encontrou na Hungria uma forma mais concentrada de um mineral que ficou conhecido como rutilo ( $\text{TiO}_2$ ). Klaproth concluiu que era o óxido de um novo metal chamado titânio, nome herdado da mitologia grega (Titans, filhos de Urano e Gaia). Em 1797, Klaproth confirmou que o novo elemento descoberto por Gregor era titânio (Crossley, 1981). Entretanto, nem Gregor, nem Klaproth tiveram sucesso em isolar o elemento titânio, conseguindo isolar somente o óxido  $\text{TiO}_2$  (Ogden, 1971).

Em 1910, Matthew A. Hunter, obteve sucesso na obtenção do titânio metálico (com uma pureza de 99,9%) pela redução de tetracloreto de titânio ( $\text{TiCl}_4$ ) com sódio a  $700\text{-}800^\circ\text{C}$  num reator de aço.

Em 1946, William J. Kroll desenvolveu um método de extração do titânio adaptado para a produção comercial, conhecido como processo Kroll. Nesse processo o titânio metálico é produzido a partir da redução do tetracloreto de titânio ( $\text{TiCl}_4$ ) com magnésio a  $800^\circ\text{C}$  em atmosfera de argônio, os produtos da reação são titânio poroso, conhecido como esponja de titânio e  $\text{MgCl}_2$  (Crossley, 1981; Ogden, 1971). Este método continua sendo utilizado atualmente.

No campo médico, o titânio comercialmente puro e a liga Ti-6Al-4V são usados desde as décadas de 1940 e 1960, respectivamente, sendo que a liga Ti-6Al-4V foi substituindo gradualmente o titânio comercialmente puro, devido a melhor resistência mecânica dos componentes fabricados com essa liga, como chapas, parafusos e próteses. Reservas têm sido feitas a respeito da presença, em implantes de longo prazo, de elementos, como o vanádio, que são tóxicos. Na década de 1980 foram desenvolvidas ligas de titânio para implante, livres de vanádio (ligas  $\alpha+\beta$ ), com propriedades mecânicas e metalúrgicas similares às da liga Ti-6Al-4V.

Porém, alguns aspectos adversos das ligas  $\alpha+\beta$ , como o elevado módulo de elasticidade, têm levado ao aumento do uso das ligas  $\beta$  de titânio como materiais de implante, assim como observado nos anos recentes (Eisenbarth, 2004).

Os estudos de produção de titânio metálico no Brasil foram iniciados no Instituto Militar de Engenharia (IME), em 1965. No mesmo ano, o Centro Técnico Aeroespacial (CTA) também iniciou estudos para a produção do titânio metálico. Na década de 1970 a produção do titânio chegou a 200 kg de esponja/corrida. Em 1986, o CTA celebrou contrato para a produção de titânio com a Companhia Vale do Rio Doce (CVRD) e em 1987, ocorreu o término do programa de trabalho com a CVRD e encerramento do desenvolvimento de esponja de titânio no CTA (Rover, 2005).

## **2.2 Características do titânio e ligas**

As propriedades das ligas de titânio são essencialmente determinadas por dois fatores: composição química e microestrutura. A temperatura de transformação em ligas de titânio depende do teor dos elementos da liga e é fortemente influenciada pela presença de elementos intersticiais. A temperatura  $\beta$ -transus para o titânio puro corresponde a 882°C. Dependendo da influência sobre a temperatura  $\beta$ -transus o elemento de liga pode ser classificado como neutro,  $\alpha$ -estabilizador ou  $\beta$ -estabilizador.

Os elementos  $\alpha$ -estabilizadores elevam a temperatura de transformação  $\beta$ -transus, são compostos pelos metais dos grupos III A e IV A (por exemplo, Al e Ga) e os elementos de intersticiais (B, C, O e N). Os elementos  $\beta$ -estabilizadores reduzem essa temperatura, são metais como Nb, V, Ta e Fe. Os elementos neutros, metais como o Zr e o Sn, não alteram a temperatura  $\beta$ -transus.

A Figura 2.1 apresenta um diagrama esquemático mostrando o efeito dos elementos de liga nos diagramas de fase das ligas de titânio.



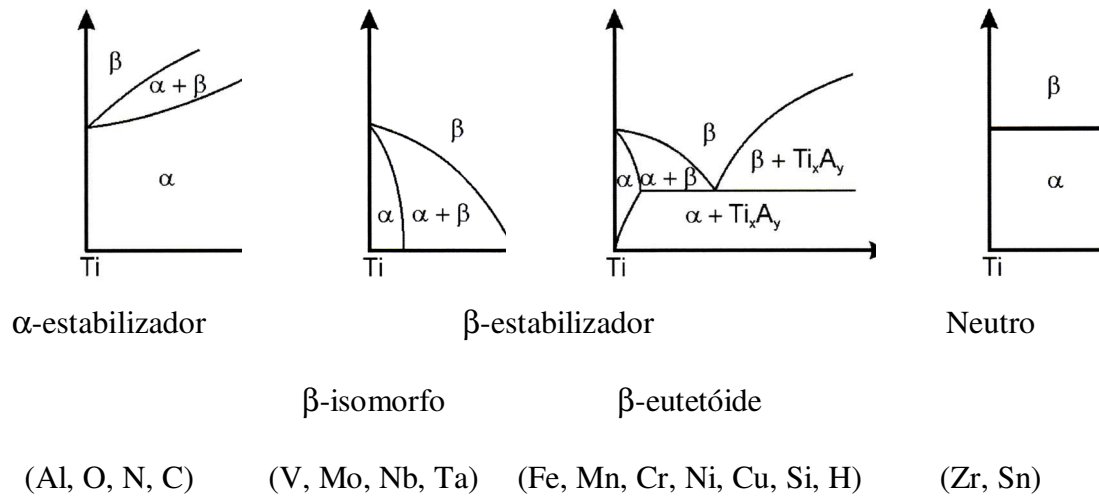


Figura 2.1 – Diagrama esquemático mostrando o efeito dos elementos de liga nos diagramas de fase das ligas de titânio. Adaptado de (Lütjering, 2003).

A composição química das ligas de titânio é a principal variável na determinação das propriedades dessas ligas e das frações volumétricas das fases  $\alpha$  e  $\beta$ . Dependendo de sua microestrutura, essas ligas podem ser classificadas em:  $\alpha$ , near- $\alpha$ ,  $\alpha + \beta$ , near- $\beta$ ,  $\beta$ -metaestável e  $\beta$  (Titanium, 1998).

### 2.2.1 Ligas $\alpha$ e Near- $\alpha$

As ligas do tipo  $\alpha$  incluem titânio em grau de pureza comercial e as ligas contendo somente elementos  $\alpha$ -estabilizadores. As ligas denominadas de near- $\alpha$  apresentam em sua microestrutura uma pequena fração volumétrica da fase  $\beta$  (menos de 10%) devido à adição de elementos  $\beta$ -estabilizadores (Lütjering, 2003). Estas ligas podem ser utilizadas para aplicações em altas temperaturas devido à combinação do ótimo comportamento em temperatura elevada e da alta resistência mecânica.

### 2.2.2 Ligas $\alpha + \beta$

As ligas do tipo  $\alpha + \beta$  contêm entre 10 a 50% em volume da fase  $\beta$ , apresentando uma variedade de microestruturas (Lütjering, 2003). Estas ligas possuem boa resistência mecânica e suas propriedades mecânicas podem ser facilmente controladas por tratamentos térmicos.

A liga mais conhecida deste tipo é a liga Ti-6Al-4V, a sua utilização representa mais de 50% do mercado de ligas de titânio (Lütjering, 2003), sendo também utilizada na confecção de implantes ortopédicos. Atualmente há estudos que visam a substituição desta liga como material de implante, pois o vanádio pode ser tóxico (Eisenbarth, 2004) e o alumínio também pode causar danos à saúde do implantado (Zaffe, 2004).

### 2.2.3 Ligas near- $\beta$ , $\beta$ -metaestável e $\beta$

As ligas do tipo near- $\beta$  possuem grandes quantidades de elementos  $\beta$ -estabilizadores, mas estes não são suficientes para reter toda a estrutura  $\beta$  após o resfriamento ao ar. Nas ligas  $\beta$ -metaestáveis, a quantidade de elementos  $\beta$ -estabilizadores é maior e estes retêm completamente a fase  $\beta$  após o resfriamento ao ar, mas a fase retida não é estável, se decompondo em  $\alpha + \beta$  sob envelhecimento, por isto estas ligas são chamadas de metaestáveis (Titanium, 1998). Este conteúdo suficiente de  $\beta$ -estabilizador que suprime a transformação martensítica durante o resfriamento depende do tipo de elemento de liga.

As ligas do tipo  $\beta$  têm ótima trabalhabilidade sob uma grande faixa de temperaturas e conseguem associar o baixo módulo de elasticidade com a alta resistência a corrosão. Em ligas de titânio do tipo  $\beta$  podem ser encontradas diferentes fases metaestáveis:  $\alpha'$ ,  $\alpha''$  e  $\omega$ . O aparecimento destas fases depende da concentração de elementos de liga e das condições em que são realizados os tratamentos térmicos.

A formação das fases martensíticas ( $\alpha'$  e  $\alpha''$ ) depende do teor dos elementos  $\beta$ -estabilizadores contidos nas ligas de titânio. Pequenas quantidades de elementos  $\beta$ -estabilizadores

não permitem a formação da fase  $\beta$  metaestável, mas promovem a formação da fase  $\alpha'$  com estrutura cristalina hexagonal compacta (Lee, Ju e Chern Lin, 2002) e teores mais elevados promovem a formação da fase  $\alpha''$  com estrutura ortorrômbica (Ho, Ju e Chern Lin, 1999). Ambas as fases ( $\alpha'$  e  $\alpha''$ ) podem ser formadas sob resfriamento rápido, quando a transformação  $\beta \rightarrow \alpha + \beta$  é inibida devido à insuficiência de tempo para ocorrência de difusão, e conseqüentemente a formação de núcleos de  $\alpha$  é impedida (Nag, 2008). A fase  $\alpha''$  é formada devido ao resfriamento rápido, e é chamada de martensita atérmica. A fase  $\alpha''$  também pode ser formada pela aplicação de forças externas (martensita induzida por deformação).

Ao se resfriar rapidamente as ligas de titânio ricas em elementos  $\beta$ -estabilizadores, a fase  $\beta$ , além de resultar em estruturas martensíticas ( $\alpha''$ ), também pode se transformar parcialmente na fase  $\omega$  atérmica. Em amostras envelhecidas pode haver a formação da fase  $\omega$  isotérmica em temperaturas variando de 100 a 500°C. A fase  $\omega$  pode apresentar estrutura cristalina hexagonal compacta ou trigonal, dependendo da condição de transformação do material, se está completa ou nos estágios iniciais. Embora a fase  $\omega$  conduza à perda de ductilidade, estudos mostram que o controle da fração do volume dessa fase pode promover o aumento da resistência mecânica associada à ductilidade razoável (Froes, 1980). A fase  $\omega$  serve de sítios de nucleação da fase  $\alpha$  durante o envelhecimento. A fase  $\alpha$  precipitada dessa maneira é homogênea e finamente dispersa (Anken, 1999).

As ligas de titânio do tipo  $\beta$ , devido ao baixo módulo de elasticidade, têm sido aplicadas na fabricação de implantes ortopédicos, e atualmente tem sido alvo de vários estudos. Novas ligas tiveram suas propriedades analisadas neste início de século, entre elas estão: Ti-7,5Mo (Lin, Ju e Chern Lin, 2005), Ti-30Ta (Zhou, 2004a), Ti-50Ta (Zhou, 2004b) e Ti-30Zr-10Nb-10Ta (Yang, 2005), sendo essa última a que apresentou o mais baixo módulo de elasticidade, 44 GPa.

Apesar de todos os esforços e do considerável número de ligas desenvolvidas, as propriedades ideais para as ligas metálicas serem aplicadas como materiais de implante ortopédico ainda não foram alcançadas em um único material, pois para serem aplicadas como material de implante, deseja-se uma liga que possua excelente biocompatibilidade e resistência à corrosão quando em contato com os fluidos corporais, alta resistência mecânica e resistência à fadiga, baixo módulo de elasticidade, baixa densidade e boa resistência ao desgaste (Banerjee, Nag e Fraser, 2005; Song, 1999; Zhou, 2004<sup>a</sup>).

### 2.3 O estado encruado

O encruamento pode ser definido como o endurecimento por deformação. Durante os processos de deformação plástica a frio, a maior parte da energia utilizada é perdida sob a forma de calor; apenas cerca de 2 a 10% dessa energia são armazenados no material sob a forma de defeitos cristalinos (Doherty<sup>1</sup> apud Padilha, 2005), como falhas de empilhamento e principalmente, discordâncias (Song, 2001). Esses defeitos aumentam a energia livre do material durante a deformação e fornecem o potencial termodinâmico para a recuperação e a recristalização do material durante o recozimento (Doherty, 1997).

A deformação plástica ou permanente de um cristal pode ocorrer de maneiras diferentes, como escorregamento de planos cristalinos causado por movimentação de discordâncias, maclação mecânica e transformação de fases acompanhadas de variação de volume (Padilha, 2005).

Durante a deformação plástica de um material policristalino ocorrem alguns eventos importantes (Padilha, 2005):

- Os grãos mudam de forma
- A orientação dos grãos muda e eles geralmente adquirem orientação preferencial (textura de deformação)
- A quantidade (área) dos contornos de grão por unidade de volume aumenta
- A quantidade de defeitos puntiformes e de discordâncias por unidade de volume aumenta várias ordens de grandeza.

A densidade e distribuição dos defeitos gerados na deformação plástica dependem de fatores como: estrutura cristalina do metal; temperatura, quantidade e velocidade de deformação; pureza do metal e sua energia de defeito de empilhamento (EDE) (Padilha, 2005).

As propriedades mecânicas de um material são dependentes de sua microestrutura, ou seja, dependem da densidade de discordâncias, de como elas se distribuem, do tamanho dos grãos e da orientação individual (no caso de monocristais) ou da textura dos mesmos (no caso de policristais) (Humphreys, 2004).

---

<sup>1</sup> Doherty, R.D., Metal Science Journal, vol. 8 (1974) 132-142.

O material contendo defeitos é termodinamicamente instável. A introdução desses defeitos promove mudanças microestruturais significativas (Humphreys, 2004). Como a deformação plástica raramente ocorre de modo homogêneo no material, há uma forte tendência destes defeitos concentrarem-se em locais específicos do material como junto aos contornos de grão e nas chamadas heterogeneidades de deformação (bandas de deformação e bandas de cisalhamento, por exemplo) e atuam como locais preferenciais para a nucleação de novos grãos, pois possuem alta energia armazenada (Padilha, 2005; Hansen, 2001).

Grosdidier e Philippe (2000) estudaram os mecanismos de encruamento e de superplasticidade de uma liga de titânio  $\beta$  metaestável. Partindo de quatro tratamentos distintos de solubilização, eles verificaram que os mecanismos de encruamento da liga estudada eram influenciados diretamente pela transformação da fase  $\beta$  em martensita  $\alpha''$ , de modo que o tratamento que apresentou uma microestrutura solubilizada composta apenas por  $\beta$ , foi a que apresentou a maior quantidade de  $\alpha''$  transformada por deformação, o menor limite de escoamento e a maior taxa de encruamento no ensaio de tração.

## **2.4 Os processos de recuperação e recristalização**

Se o material que foi deformado plasticamente for recozido em altas temperaturas, os defeitos introduzidos no material durante a deformação plástica podem ser aniquilados ou rearranjados em configurações de menor energia via difusão no estado sólido, dependendo da temperatura de recozimento (Humphreys, 2004).

No recozimento de um material deformado a frio, a microestrutura e as propriedades mecânicas podem ser parcialmente restauradas por meio de um processo chamado recuperação, em que há a ocorrência de aniquilação e rearranjo de discordâncias sem que haja a movimentação dos contornos de alto ângulo (Doherty, 1997). As mudanças microestruturais durante a recuperação são relativamente homogêneas e usualmente não afetam os contornos dos grãos deformados. A recuperação envolve somente uma restauração parcial das propriedades porque a estrutura de discordâncias não é completamente removida (Humphreys, 2004).

Durante o recozimento de um material deformado a frio um processo chamado recristalização também pode ocorrer. Nesse processo, novos grãos com baixa densidade de discordâncias são formados dentro da estrutura deformada ou recuperada. A recristalização visa eliminação dos efeitos da deformação plástica na estrutura e nas propriedades do material e a força motriz para a sua ocorrência é a diferença de energia armazenada entre a matriz deformada e os núcleos de recristalização (Sebald, 2002). No processo de recristalização há movimentação de contornos de alto ângulo que migram na matriz deformada ou recuperada aniquilando os defeitos cristalinos (Padilha, 2005).

O processo de nucleação da recristalização se inicia quando o material deformado plasticamente é recozido em altas temperaturas. A nucleação de novos grãos recristalizados ocorre em regiões que apresentam maior energia, como contornos de grão e heterogeneidades de deformação, como regiões bandeadas. Após a nucleação, o crescimento dos núcleos possibilita a formação dos grãos recristalizados que substituem gradativamente a estrutura deformada ou recuperada.

Um material metálico com menor tamanho de grão apresenta melhores propriedades mecânicas, por isso deve-se evitar a ocorrência de crescimento dos grãos. O processo de recristalização pode ser influenciado por fatores como temperatura, tamanho de grão inicial, grau de deformação plástica e pureza do material (Santos, 2006).

Quando o metal é recozido em altas temperaturas por tempos relativamente longos, são observadas alterações microestruturais, dentre elas, o crescimento dos grãos. Neste processo, os grãos pequenos são eliminados, os grãos maiores crescem e os contornos de grão assumem uma configuração de menor energia. Esse processo é chamado de crescimento normal de grão. O crescimento normal de grãos pode ser o caminho para o crescimento seletivo de uns poucos grãos, um processo conhecido como crescimento anormal de grão ou recristalização secundária (Humphreys, 2004). O processo de crescimento de grão envolve a migração de contornos de alto ângulo movidos apenas pela redução da energia dos contornos de grão.

A Figura 2.2 apresenta as modificações microestruturais observadas nos grãos de um material policristalino desde a deformação até o crescimento dos grãos.

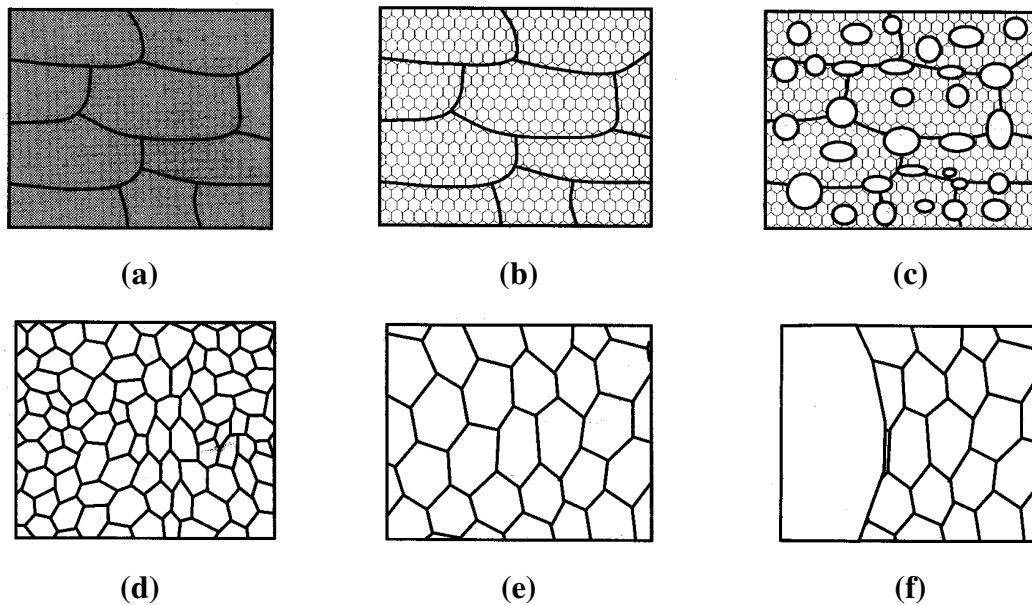


Figura 2.2. Diagrama esquemático dos principais estágios no recozimento: (a) estado encruado, (b) recuperado, (c) parcialmente recristalizado, (d) totalmente recristalizado, (e) crescimento de grão, (f) crescimento anormal de grão (Humphreys, 2004).

Rath et al. (1979) apresentam um estudo sobre os mecanismos de recristalização e crescimento de grão de uma liga de titânio tipo  $\beta$ -III. Para tanto, amostras da liga foram laminadas a frio entre 20 e 80% de redução total da espessura. Posteriormente, foram recozidas em temperaturas entre 990 e 1200 K, e resfriadas em água. As amostras que não se apresentaram totalmente recristalizadas foram novamente recozidas a 780 K por dois minutos para evidenciar as regiões não-recristalizadas. Os autores concluíram que para a liga estudada a recristalização é função da deformação a frio acumulada e do tempo e da temperatura de recozimento e estabeleceram equações para relacionar essas variáveis ao tamanho de grão recristalizado e à cinética de recristalização.

### **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

Neste trabalho foi estudada a liga Ti-35Nb-7,5Ta (% em peso). Esta liga foi escolhida com base em trabalhos prévios que mostram que ela apresenta propriedades compatíveis com as ligas desenvolvidas e utilizadas para implantes ortopédicos (Souza, 2008). O Nb e Ta em ligas de titânio têm sido utilizados devido à alta biocompatibilidade e capacidade de promover a redução do módulo de elasticidade, o que é desejável para a fabricação desses implantes como discutido por Niinomi (1998).

#### **3.1 Materiais**

Para a preparação da liga Ti-35Nb-7,5Ta (% em peso) foram utilizados: titânio comercialmente puro procedente da Titânio Brasil Ltda., nióbio comercialmente puro e tântalo comercialmente puro procedentes da Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo (EEL-USP).

O titânio e o nióbio inicialmente se encontravam na forma de chapas e foram cortados em tamanhos adequados para a sua utilização. O tântalo se encontrava na forma de chapas espessas e precisou ser laminado e cortado para a utilização.



## 3.2 Métodos

### 3.2.1 Preparação dos Materiais

Os materiais de partida passaram pelo processo de decapagem (limpeza), que consiste na imersão do metal em uma solução por aproximadamente dez segundos, seguido por lavagem em água. Para isso foram utilizadas as soluções de decapagem mais adequadas para cada material:

- Titânio:  $\text{HNO}_3$ , HF, na proporção 4:1
- Nióbio:  $\text{HNO}_3$ , HF,  $\text{H}_2\text{O}$ , na proporção: 2:2:1
- Tântalo:  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$ , HF, na proporção: 5:2:2

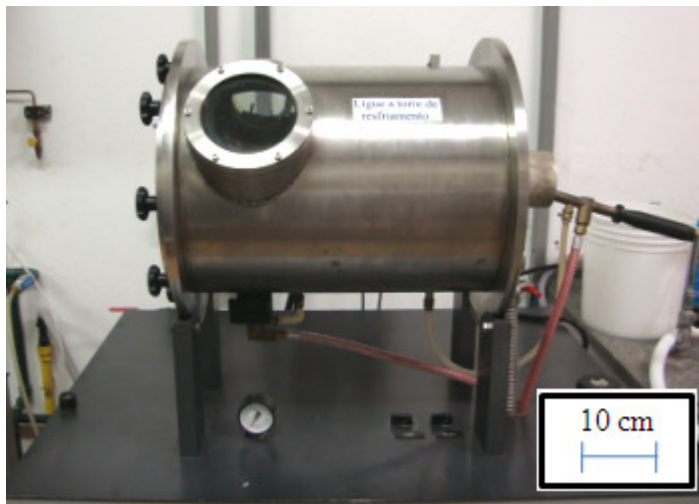
Após este procedimento, os materiais foram pesados em uma balança analítica de alta precisão, na proporção adequada para garantir a composição química desejada.

### 3.2.2 Obtenção de ligas de titânio em forno a arco voltaico

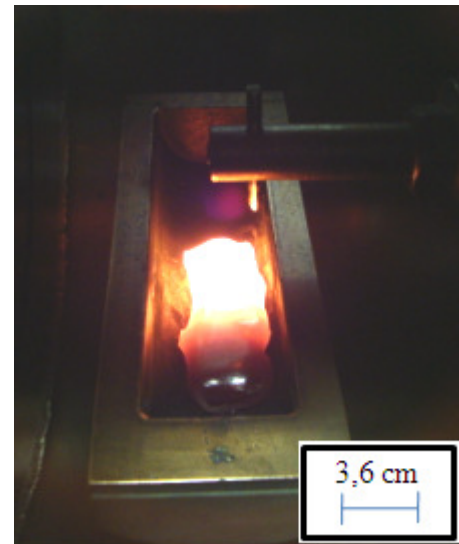
A preparação dos lingotes foi executada em um conjunto especialmente desenvolvido para este fim e que tem como principal parte, um forno de fusão a arco voltaico com atmosfera controlada. Tal equipamento consiste de uma câmara de fusão de aço inoxidável, onde a atmosfera é controlada por uma bomba de vácuo e fluxo de argônio. A fusão da liga é obtida por arco elétrico gerado por uma fonte de corrente contínua.

Foram preparados sete lingotes de 80g e 100g da liga Ti-35Nb-7,5Ta (% em peso). Para garantir a homogeneidade da liga, os lingotes foram refundidos por diversas vezes.

As Figuras 3.1a e 3.1b mostram imagens do forno a arco que foi utilizado e de uma amostra da liga durante o resfriamento, respectivamente. A Figura 3.2 mostra um lingote de 100g da liga Ti-35Nb-7,5Ta após a fundição



(a)



(b)

Figura 3.1. (a) forno de fusão a arco-voltaico (b) lingote durante o resfriamento.



Figura 3.2. Lingote de 100g da liga Ti-35Nb-7,5Ta após a fundição [cm].

### 3.2.3 Tratamento térmico de homogeneização em tubos de quartzo sob vácuo

As amostras preparadas em forno a arco foram encapsuladas em tubos de quartzo, com atmosfera controlada por sistema de vácuo e injeção de argônio, e homogeneizadas, em um forno marca EDG, modelo EDG CON 3P, à temperatura de 1000°C por 8 horas, sendo em seguida resfriadas rapidamente em água. Trabalhos prévios realizados no Departamento de Engenharia de

Materiais da Universidade Estadual de Campinas (DEMa-Unicamp) mostram que o processo de homogeneização a 1000°C por 8 horas e resfriamento rápido em água permite a eliminação de parte das heterogeneidades composicionais e a formação da fase  $\beta$  combinada com martensita ortorrômbica ( $\alpha''$ ) (Lopes,2009).

Após este processo, parte das amostras foi caracterizada e parte passou por conformação mecânica a frio. A Figura 3.3 apresenta uma imagem do forno de aquecimento resistivo que foi utilizado no tratamento térmico das amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta.



Figura 3.3. Forno de aquecimento resistivo que foi utilizado no tratamento térmico das amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta.

### 3.2.4 Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)

Utilizando a técnica de Calorimetria Diferencial de Varredura (Differential Scanning Calorimetry – DSC) foi possível determinar as temperaturas do tratamento térmico que seria

realizado posteriormente em parte das amostras. Com esta técnica foi possível estimar as temperaturas em que se inicia e termina a recristalização do material.

O equipamento de DSC utilizado é da marca Netzsch, modelo STA 409C. A taxa de aquecimento utilizada foi de 50K/min, e o tamanho da amostra foi de 4 x 4 mm<sup>2</sup>. Foram analisadas cinco amostras.

### **3.2.5 Determinação dos teores de oxigênio e nitrogênio**

As amostras para análise de oxigênio e nitrogênio possuem massa próxima a 0,1g e foram cortadas e decapadas utilizando a seguinte solução de decapagem: HNO<sub>3</sub>, HF, na proporção 4:1. Foram realizadas três análises e o equipamento utilizado foi um analisador de gases da marca Leco Corporation, modelo TC400.

Depois de preparada, a amostra é levada ao equipamento dentro de um fundente de níquel, que por sua vez é colocado dentro de um cadinho de grafite sob fluxo de hélio. É realizado um ciclo de retirada de gases para eliminar as impurezas do cadinho. Com o aumento da temperatura, o material é fundido e são liberados os gases contidos em seu interior.

No equipamento há duas células de leitura de gases: a célula de infravermelho e a célula de condutividade térmica. A célula de infravermelho detecta o oxigênio (O<sub>2</sub>) na forma de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>). O oxigênio liberado da amostra se liga ao carbono e forma monóxido de carbono (CO). O monóxido de carbono e o gás de arraste (hélio) passam pelo filtro de óxido de cobre, que converte CO em CO<sub>2</sub> e o hidrogênio (H<sub>2</sub>) em água (H<sub>2</sub>O). A célula de condutividade térmica é sensível e detecta qualquer gás diferente do gás de arraste (hélio). Por este motivo, o equipamento possui um filtro de hidróxido de sódio, que retém o CO<sub>2</sub> e o filtro de perclorato de magnésio, que retém a umidade. Assim, apenas o nitrogênio (N<sub>2</sub>) é detectado pela célula.

Os sinais detectados são comparados ao material de referência e o resultado é apresentado em porcentagem de oxigênio e hidrogênio. Os teores de oxigênio e hidrogênio dos materiais de referência são baseados na norma ASTM F67 – 06 (2006).

### 3.2.6 Deformação por laminação a frio

Após a homogeneização dos lingotes, eles foram laminados a frio em múltiplos passes até a máxima redução possível que foi igual a 84%. A Tabela 3.1 mostra a sequência de passes utilizados durante a laminação a frio das amostras, e para cada um deles, as espessuras inicial e final e a redução da espessura (RE). O laminador utilizado é da marca FENN modelo 5 Mill. Após cada passe, uma amostra foi retirada para que fosse possível construir a curva de encruamento, a partir de ensaios de dureza Vickers.

Após a deformação, parte das amostras foi caracterizada e parte passou por tratamento térmico de recozimento. Para isso, as amostras foram cortadas na direção transversal e longitudinal das chapas laminadas, conforme mostra a Figura 3.4. As superfícies analisadas são referentes aos planos longitudinais da chapa laminada.

Tabela 3.1 - Amostras relativas à laminação a frio dos lingotes da liga Ti-35Nb-7,5Ta

<b>Amostras</b>	<b>Espessura inicial (mm)</b>	<b>Espessura final (mm)</b>	<b>Redução em espessura (%)</b>
<b>1<sup>o</sup> amostra</b>	94	81	14
<b>2<sup>o</sup> amostra</b>	94	64,5	31
<b>3<sup>o</sup> amostra</b>	94	45,5	52
<b>4<sup>o</sup> amostra</b>	94	33,5	63
<b>5<sup>o</sup> amostra</b>	94	23	74
<b>6<sup>o</sup> amostra</b>	94	15	84

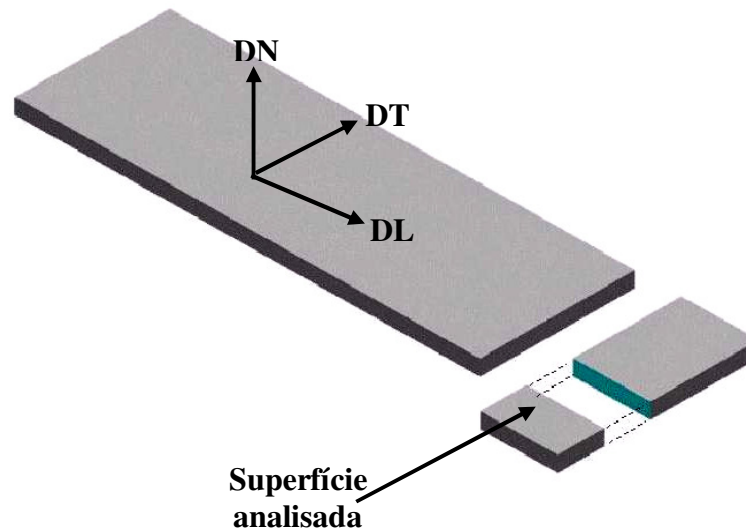


Figura 3.4 - Desenho esquemático mostrando a retirada das amostras após laminação a frio.

### 3.2.6 Tratamentos térmicos de recozimento

As amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta, laminadas a frio até 84% de redução, foram encapsuladas em tubos de quartzo com atmosfera controlada por sistema de vácuo e injeção de argônio, recozidas nas temperaturas de 600°C, 700°C e 800°C, e resfriadas rapidamente em água.

As temperaturas de recozimento foram definidas utilizando DSC que proporcionou uma estimativa das temperaturas em que o processo de recristalização se inicia e termina.

Os tempos de recozimento foram iguais a 1, 5, 15, 30, 45 e 60 min, o que proporcionou amostras com diferentes frações recristalizadas, permitindo uma melhor compreensão do processo de recristalização desta liga.

O objetivo da realização da deformação plástica seguida por recozimento é obter grãos recristalizados menores, quando comparados aos grãos do material na condição solubilizada (homogeneizado a 1000°C por 8 horas e resfriado rapidamente em água).

### **3.2.7 Preparação metalográfica**

As amostras foram embutidas a quente em resina fenólica na direção longitudinal em relação à direção de laminação. Após o embutimento, foram lixadas utilizando lixas de carvão de silício com as seguintes granulometrias: 220, 360, 600, 800 e 1200.

O polimento foi realizado em uma politriz automática Bühler modelo Phoenix Beta, utilizando os seguintes parâmetros: força igual a 25N e velocidade de 300 rpm. O processo de polimento foi realizado em três etapas. O primeiro polimento foi realizado utilizando pano de polimento DP-MOL com suspensão de diamante 9 $\mu$ m, o segundo polimento foi realizado utilizando pano de polimento DP-MOL com suspensão de diamante 6 $\mu$ m. O terceiro polimento foi realizado com o pano de polimento DP-Plus e sílica coloidal. A microestrutura foi revelada pelo ataque químico com uma solução formada por 85% de H<sub>2</sub>O, 10% de HF e 5% de HNO<sub>3</sub>. O tempo de ataque variou de 15 a 30 segundos.

### **3.2.8 Microscopia óptica**

A microscopia óptica foi utilizada para verificação das fases presentes, morfologia e o tamanho de grão. Foi utilizado o microscópio óptico Olympus BX60M com câmera digital de aquisição de imagens (Evolution LC Color) acoplado a um programa de análise de imagens (Materials-Pro). O contraste Nomarski foi utilizado para acentuar o relevo da microestrutura, permitindo sua melhor visualização.

### **3.2.9 Microscopia eletrônica de varredura**

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada na verificação das microestruturas das amostras recozidas com microscópio Hitachi modelo TC 1000, pelo método de elétrons retroespalhados.

### **3.2.10 Difração de raios-X**

A difração de raios-X foi utilizada para analisar as fases presentes nas amostras. Por meio dessa técnica é ainda possível identificar a presença de fases metaestáveis. O difratômetro utilizado foi PANalytical modelo X'PERT PRO, com radiação Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ). As fases presentes nas amostras foram identificadas utilizando as fichas JCPDS (Joint Committee of Powder Diffraction Standards).

Os parâmetros utilizados foram:

- varredura entre 30° e 90°
- tempo igual a 1 segundo
- passo igual a 0,02
- tensão de 40 kV
- corrente igual a 30 mA

### **3.2.11 Ensaio de Ultra-som**

Este ensaio foi utilizado para a determinação do módulo de elasticidade da liga estudada, em um equipamento Panametrics-NDT, modelo 5072 PR, com transdutores de 5 MHz.

Para a realização deste ensaio foi utilizada uma amostra para cada deformação e três medidas em cada amostra.



Neste ensaio é utilizado um gerador de ultra-som e transdutores piezoelétricos específicos para cada tipo de onda, longitudinal (VL) e transversal (VT), acoplados a um osciloscópio. Os transdutores foram empregados para determinar as velocidades de propagação no sólido, determinadas para cada tipo de onda. A velocidade longitudinal e a velocidade transversal, dadas pelas equações 1 e 2, respectivamente, foram determinadas pela análise das ondas emitidas e recebidas pelos transdutores, e registradas pelo osciloscópio.

O módulo de elasticidade longitudinal (E) e a razão de Poisson ( $\nu$ ) são dados pelas equações 3 e 4, respectivamente. A densidade ( $\rho$ ) foi determinada pelo princípio de Arquimedes.

$$V_L = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{\rho(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad \text{Equação (3.1)}$$

$$V_T = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\nu)}} = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad \text{Equação (3.2)}$$

$$E = 2\rho V_T^2 (1+\nu) \quad \text{Equação (3.3)}$$

$$\nu = \frac{1 - 2\left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2}{2 - 2\left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2} \quad \text{Equação (3.4)}$$

### **3.2.12 Ensaio de dureza Vickers**

Utilizando esta técnica foi possível levantar as curvas de encruamento (dureza x deformação) e as curvas de amaciamento isotérmico (dureza x tempo de recozimento) da liga estudada. Foi utilizado um microdurômetro Bühler modelo 2100. A carga aplicada foi de 100 gf [1N] durante 20 segundos. Foram realizadas dez medidas por amostra.

### **3.2.13 Medidas de tamanho de grão**

Para a realização das medidas de tamanho de grão nas amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta foram utilizadas três micrografias obtidas por MO. Cada medida do tamanho de grão foi feita utilizando o método do intercepto linear de Heyn, de acordo com a norma ASTM E112-96 (1996).

## 4 APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

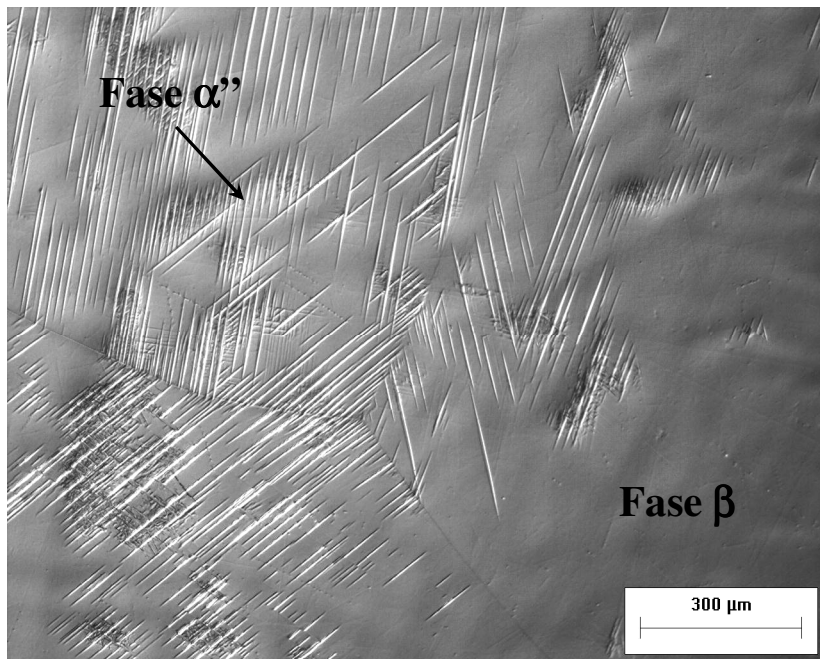
### 4.1 Amostras na condição solubilizada

A condição solubilizada corresponde às amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta que foram homogeneizadas a 1000°C por 8 horas e resfriadas rapidamente em água.

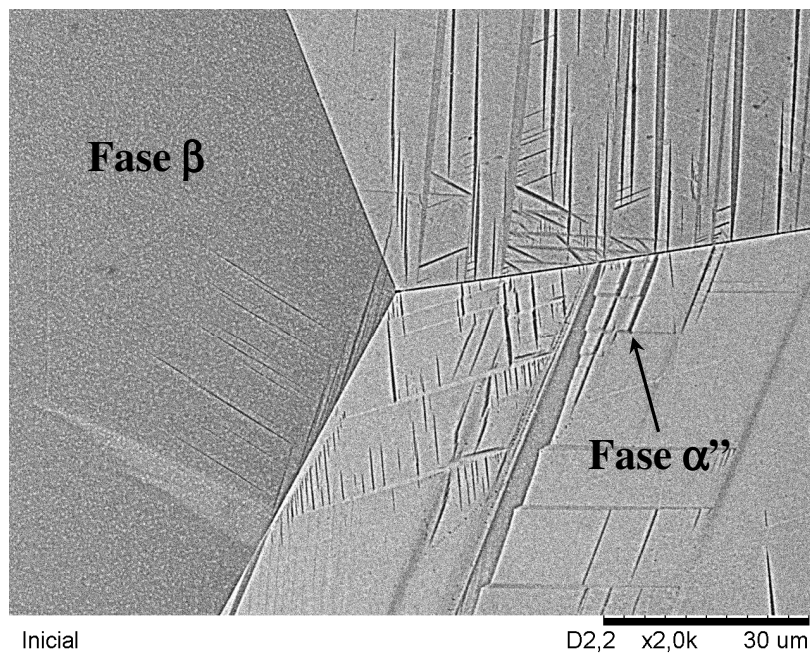
Os grãos da amostra na condição solubilizada são grosseiros, da ordem de 3  $\mu\text{m}$ . A microestrutura das amostras nessa condição apresenta regiões somente com a fase  $\beta$  e regiões vizinhas somente com a fase martensita ortorrômbica ( $\alpha'$ ) em seu interior, conforme mostram as Figuras 4.1a e 4.1b. A dureza Vickers nessa condição apresentou média de 168 e desvio padrão de 5.

O difratograma de raios-X mostrado na Figura 4.2 apresenta as fases presentes nas amostras solubilizadas, em que foi constatada a presença das fases  $\beta$  e  $\alpha'$ . Não foi verificada a presença de nenhuma outra fase adicional, o que era esperado visto que após a homogeneização, as amostras foram resfriadas rapidamente em água.

O módulo de elasticidade da liga Ti-35Nb-7,5Ta nesta condição foi obtido por meio do ensaio de ultra-som e apresentou média de 63 GPa e desvio padrão de 3 GPa. De acordo com Ozaki et al. (2004), o módulo de elasticidade nas ligas do sistema Ti-Nb varia de acordo com a concentração do elemento  $\beta$ -estabilizador. Os resultados obtidos neste trabalho estão de acordo com o verificado por Souza (2008) que obteve um módulo médio de 64 GPa com desvio padrão de 2 GPa.



(a)



(b)

Figura 4.1. Microestrutura da liga Ti-35Nb-7,5Ta na condição solubilizada: (a) MO, contraste Nomarski e (b) MEV, elétrons retroespalhados.

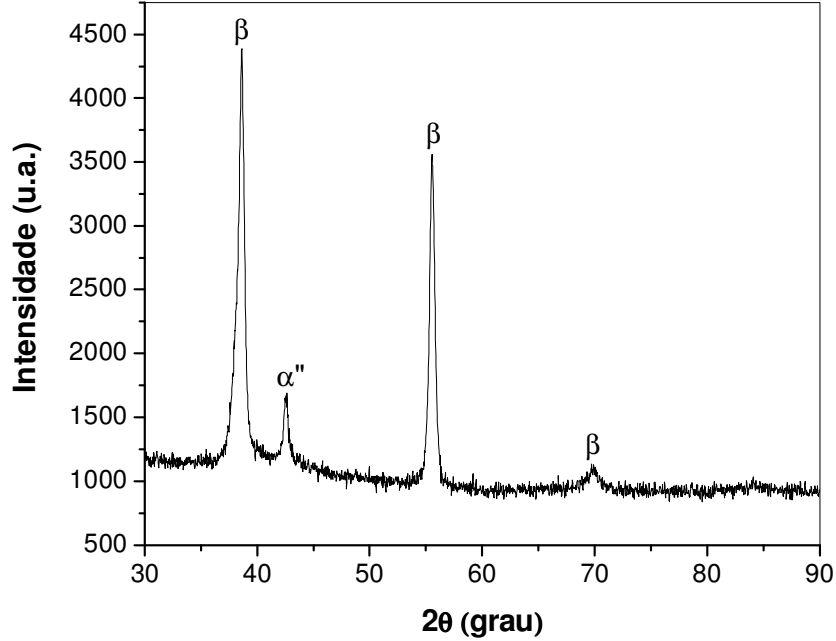


Figura 4.2. Difratoograma de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta na condição solubilizada.

Os teores de oxigênio e nitrogênio das amostras solubilizadas foram comparados com os valores máximos permitidos pela norma ASTM F67 – 06 (2006) para o titânio utilizado em implantes ortopédicos. Como não há uma norma específica para ligas de titânio contendo nióbio e tântalo, os resultados foram comparados com os teores apresentados para o titânio grau 2, metal base da liga estudada neste trabalho. Segundo a norma, o teor máximo de nitrogênio permitido é de 0,015% e o de oxigênio é 0,25% para o titânio grau 2. Os resultados obtidos na análise de oxigênio e hidrogênio nas amostras iniciais da liga Ti-35Nb-7,5Ta são apresentadas na Tabela 4.1 e estão abaixo dos valores máximos permitidos pela norma.

Tabela 4.1. Análise de oxigênio e nitrogênio das amostras Ti-35Nb-7,5Ta na condição solubilizada.

Amostra	Massa (g)	Oxigênio (%)	Nitrogênio (%)
1	0,073	0,103	0,0075
2	0,080	0,098	0,0070
3	0,098	0,095	0,0070

## 4.2 Amostras na condição deformada

### 4.2.1 Microestrutura

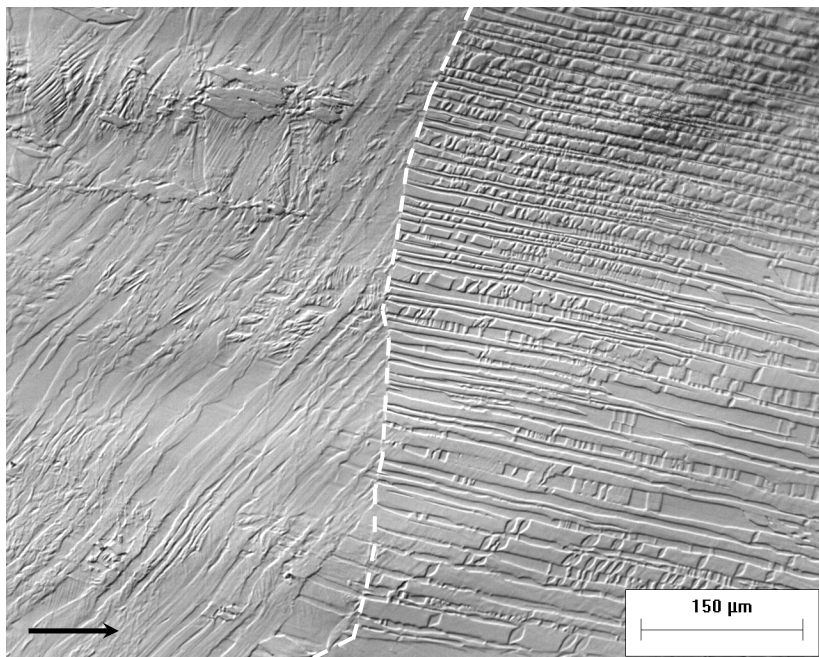
Para a obtenção das micrografias das amostras na condição deformada foi utilizada a microscopia óptica (MO), empregando o contraste por interferência, ou Nomarski, que permite a obtenção de imagens com relevo acentuado.

Após o tratamento térmico de solubilização, as amostras foram laminadas a frio em múltiplos passes, obtendo-se redução de espessura (RE) variando entre 14 e 84%. Os elevados teores dos elementos  $\beta$ -estabilizadores, Nb e Ta nesta liga contribuíram para a estabilização da fase  $\beta$ , o que resultou em maior ductilidade, sendo possível a deformação plástica a frio até 84% sem a necessidade de recozimentos intermediários.

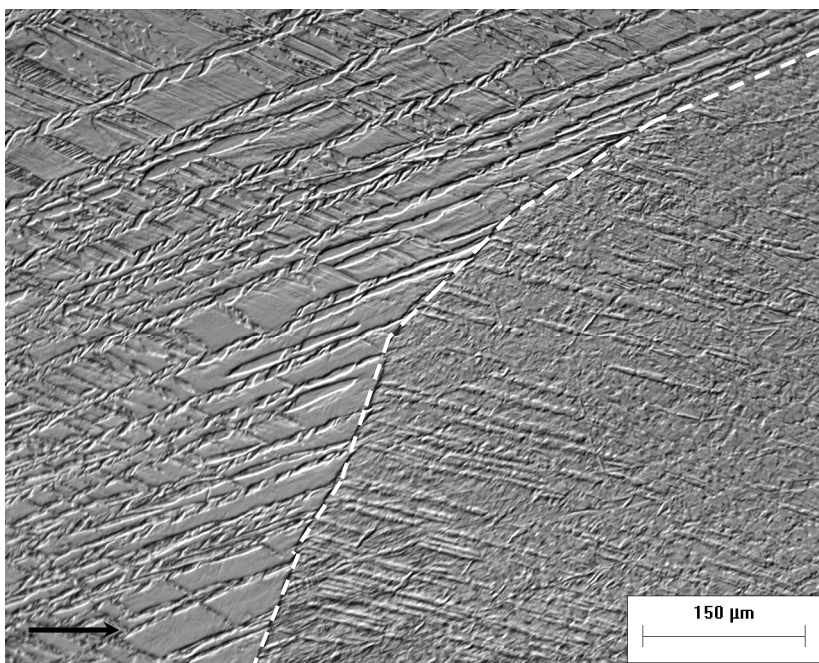
A observação da microestrutura das amostras que foram laminadas a frio até 14% e até 31% mostra que a fase  $\alpha''$  tende a se alinhar com a direção de laminação, conforme pode ser verificado nas Figuras 4.3a e 4.4a. Nas Figuras 4.3b e 4.4b também é possível verificar que grãos vizinhos apresentam diferentes frações da fase  $\alpha''$  em seu interior. Esse fato pode estar relacionado com a transformação sofrida pelo material durante a deformação.

A amostra que foi deformada até 52% também apresentou grãos vizinhos com diferentes frações da fase  $\alpha''$  (Figura 4.5a) e a tendência do alinhamento desta fase com a direção de laminação ainda pode ser verificada (Figura 4.5b).

A partir da deformação de 63% há uma maior compactação dos grãos que passam a ser majoritariamente lamelares, não sendo possível a identificação de contornos individuais de grão, conforme pode ser verificado nas Figuras 4.6 a 4.8.

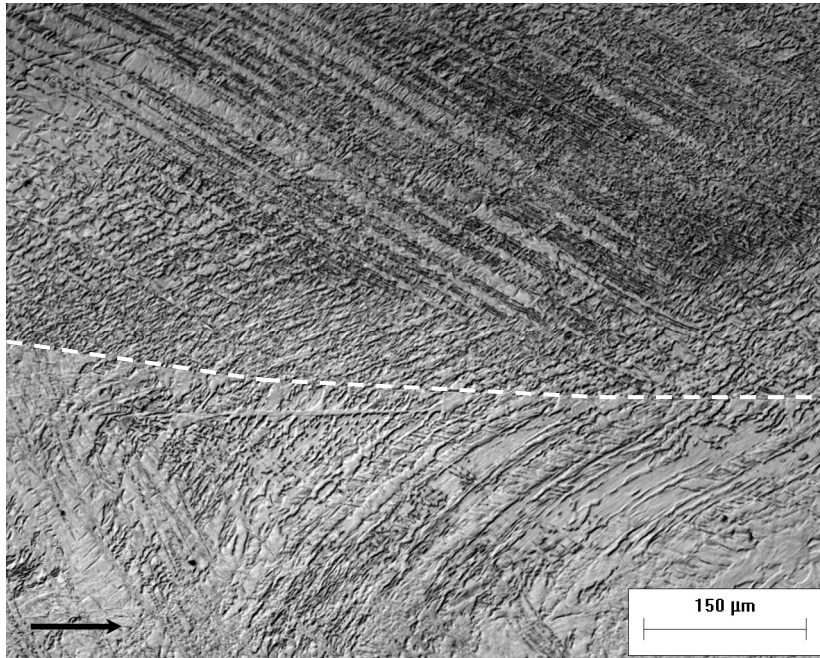


(a)

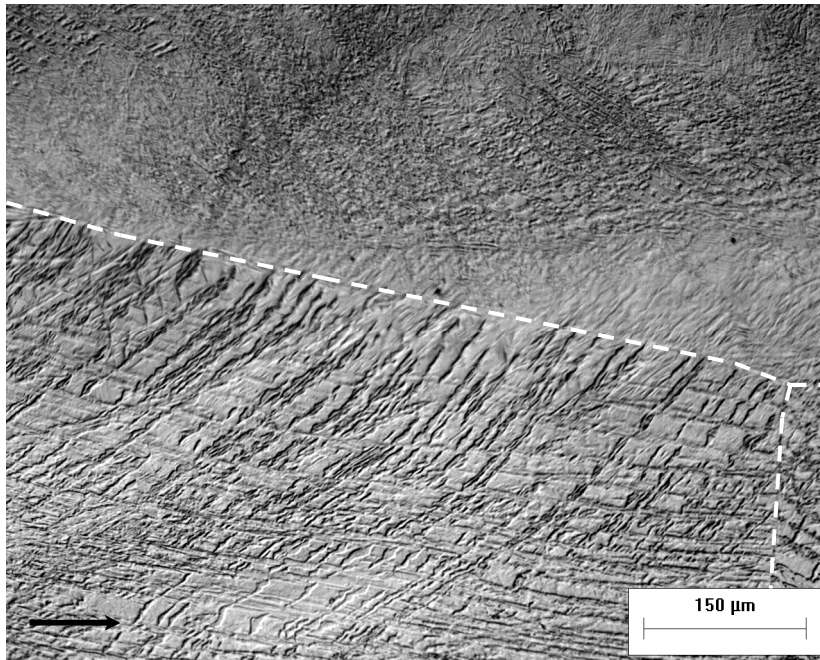


(b)

Figura 4.3. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 14%. (MO, contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação e a linha tracejada indica o contorno de grão.



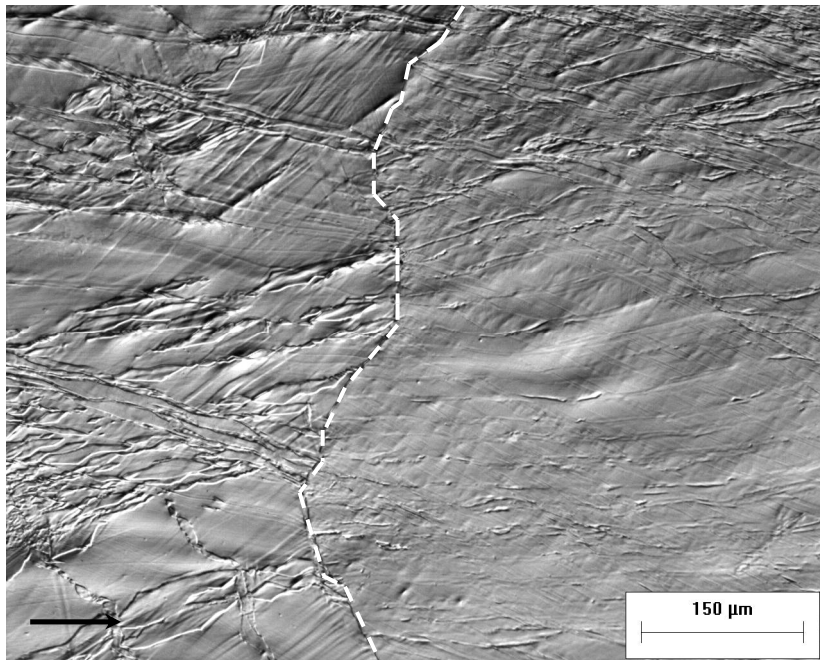
(a)



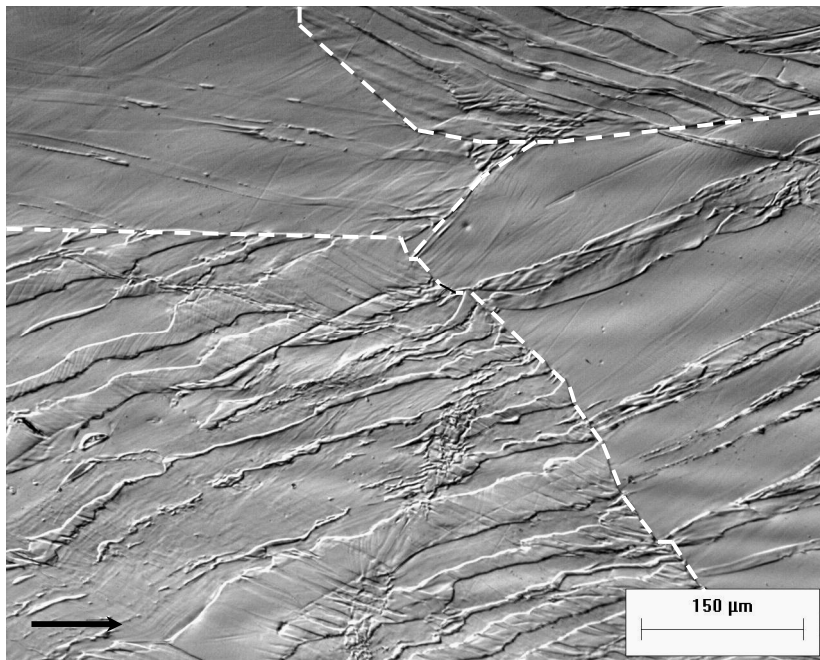
(b)

Figura 4.4. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 31%. (MO, contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação e a linha tracejada indica o contorno de grão.



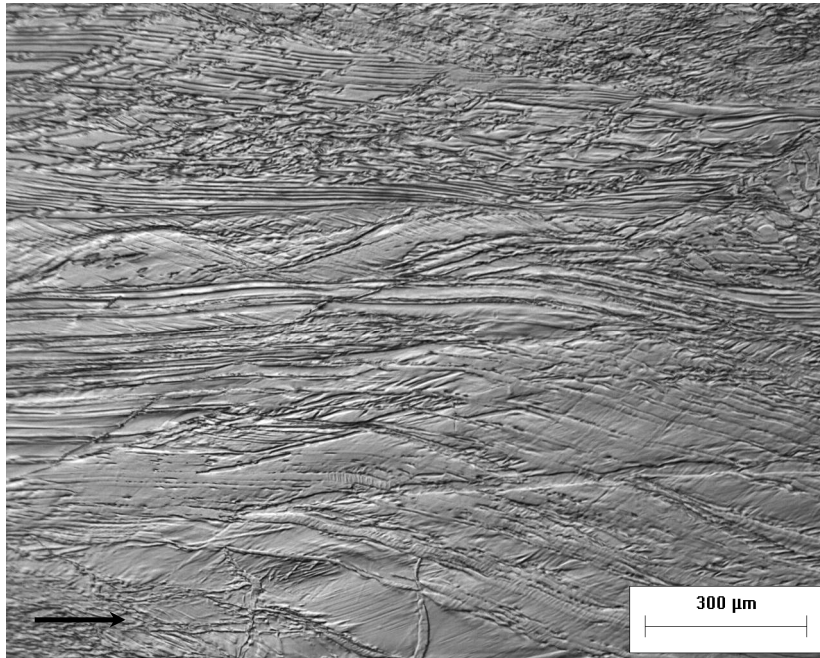


(a)

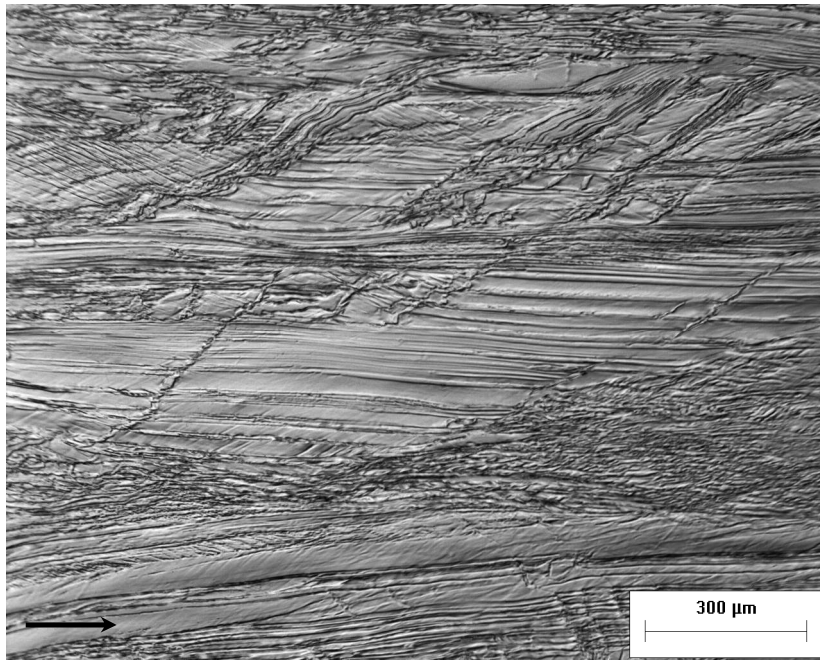


(b)

Figura 4.5. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 52%. (MO, contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação e a linha tracejada indica o contorno de grão.

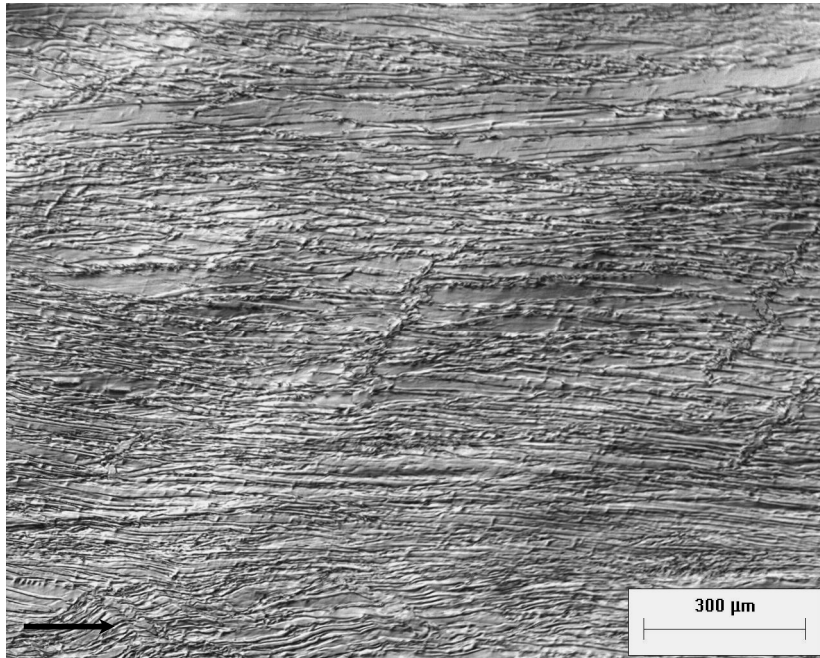


(a)

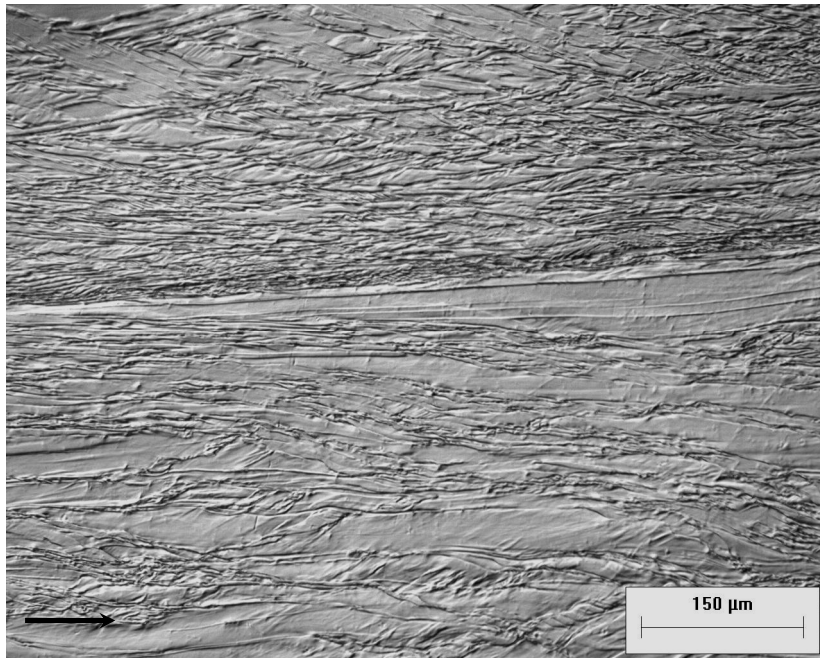


(b)

Figura 4.6. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 63%. (MO, contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação.

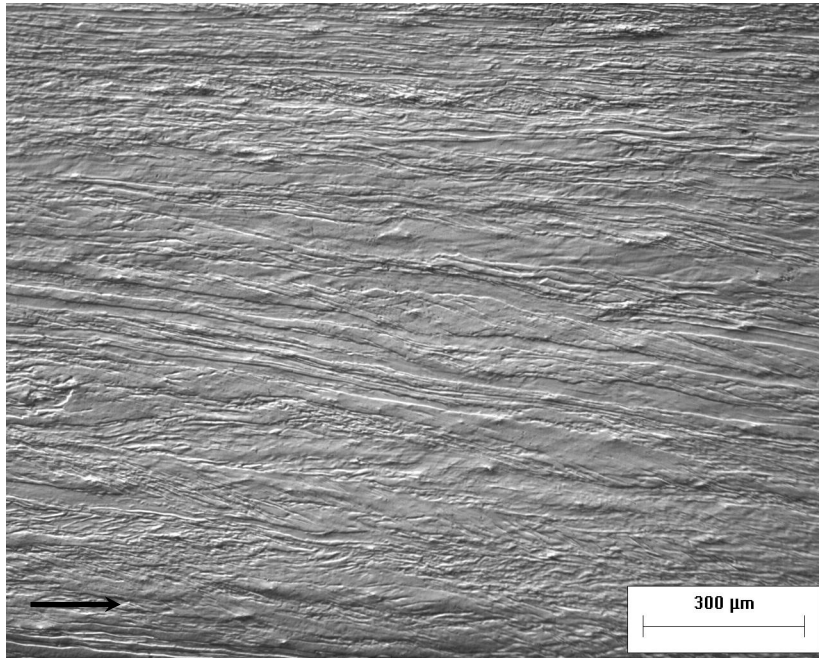


(a)

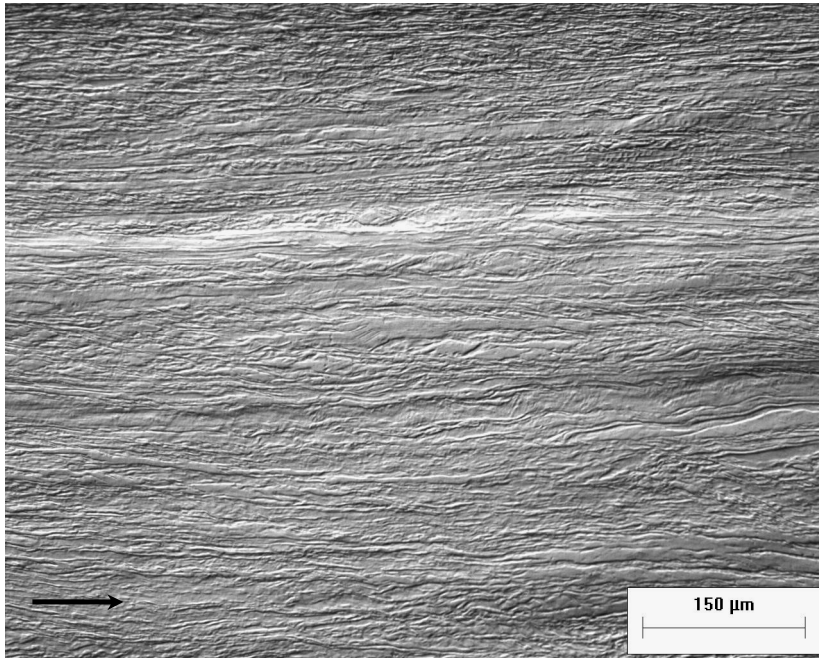


(b)

Figura 4.7. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 74%. (MO, contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação.



(a)



(b)

Figura 4.8. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%. (MO, contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação.

#### 4.2.2 Curva de encruamento

As medidas de dureza Vickers das amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta após a laminação a frio são mostradas na Tabela 4.2. A redução de espessura (RE) igual a 0 (zero) indicada na tabela é referente à amostra na condição solubilizada. Para a obtenção da curva de encruamento, amostras com reduções iguais a 14, 31, 52, 63, 74 e 84% foram retiradas após a laminação e medidas. A partir dos resultados das medidas de dureza foi possível construir a curva de encruamento (dureza x deformação) mostrada na Figura 4.9, que apresenta os valores médios e os limites com os respectivos desvios padrões.

Uma análise da curva permite verificar que o material apresenta encruamento elevado até 31% de redução em espessura, devido ao acentuado crescimento da dureza do metal. Isso ocorre porque conforme o material é deformado há um aumento da densidade de discordâncias e com isso, o conseqüente aumento da dureza. Para deformações superiores a 52% de redução em espessura, a curva praticamente não sofre alterações, tendendo à saturação. Ao mesmo tempo em que as discordâncias estão sendo criadas, elas interagem aniquilando-se (Santos, 2006).

Tabela 4.2. Variação da dureza Vickers das amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada por laminação a frio.

<b>RE (%)</b>	<b>HV – 100 gf [1N] média (desvio padrão)</b>
<b>0</b>	168 (5)
<b>14</b>	199 (11)
<b>31</b>	208 (9)
<b>52</b>	209 (5)
<b>63</b>	220 (5)
<b>74</b>	212 (9)
<b>84</b>	210 (12)

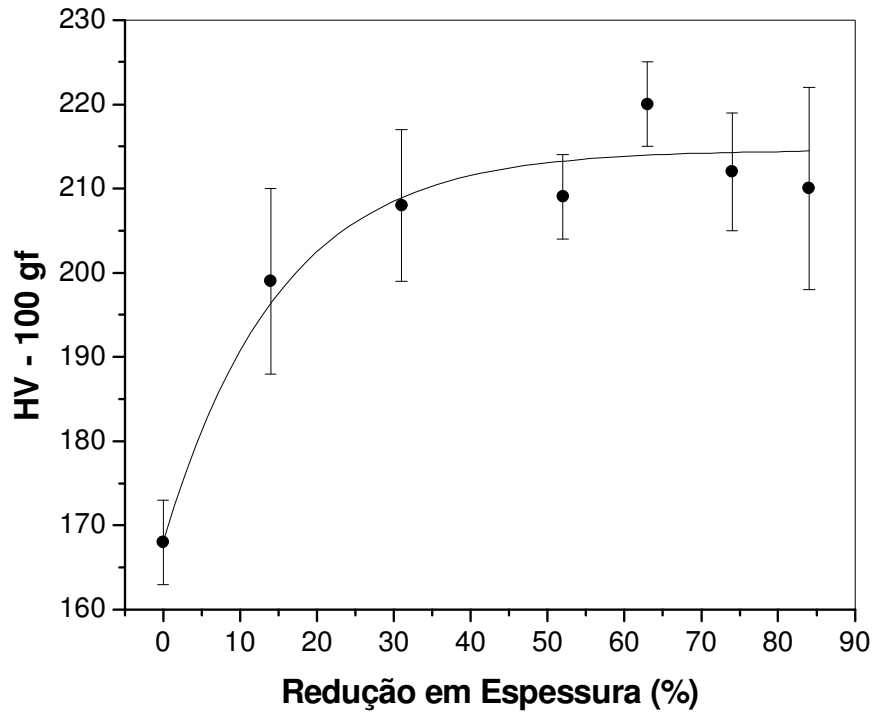


Figura 4.9. Curva de encruamento da liga Ti-35Nb-7,5Ta.

#### 4.2.3 Difração de raios-X e módulo de elasticidade

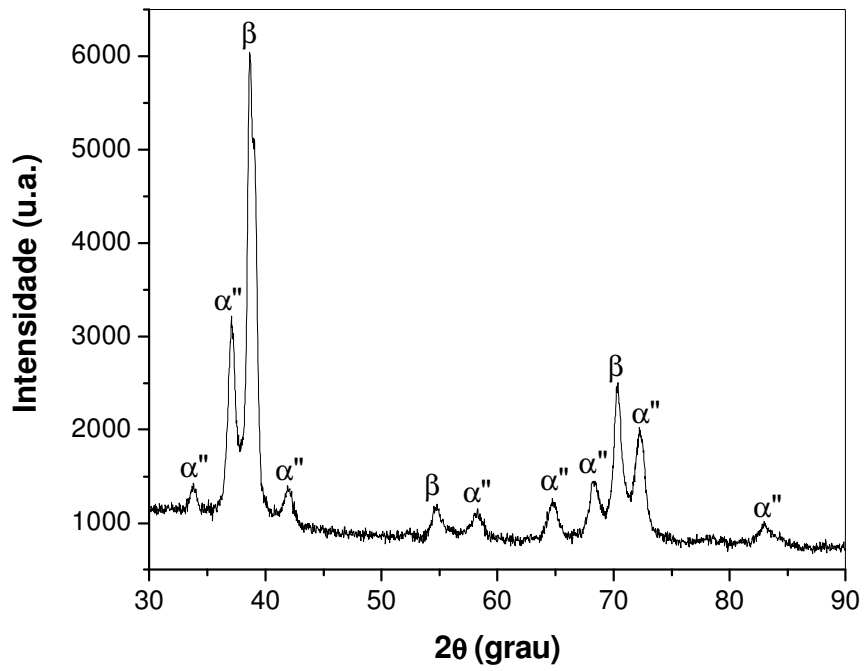
Utilizando a técnica de difração de raios-X foram identificadas as fases presentes na liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada por laminação a frio. Nos difratogramas de raios-X apresentados nas Figuras 4.10 a 4.12, pode-se verificar novamente que somente as fases  $\alpha''$  e  $\beta$  estão presentes.

Os valores do módulo de elasticidade obtidos no ensaio de ultra-som das amostras deformadas por laminação a frio são mostrados na Tabela 4.3. Para fins de comparação foi inserido na tabela o módulo de elasticidade referente à amostra na condição solubilizada. De acordo com os valores obtidos, há uma variação significativa do módulo de elasticidade até a deformação plástica de 31% quando comparado com o módulo de elasticidade da amostra na condição solubilizada. Com o aumento da deformação há um decréscimo do módulo de elasticidade que volta a crescer até a redução máxima de 84%.

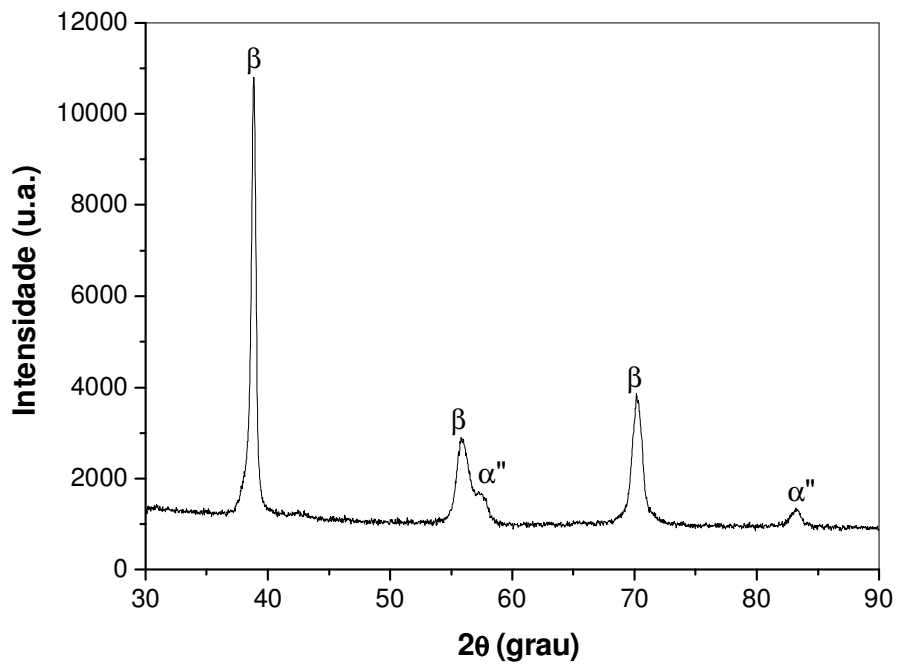
Matsumoto e colaboradores (Matsumoto, 2007) estudaram a liga Ti-35Nb-4Sn e também verificaram uma oscilação do módulo de elasticidade com a deformação plástica. Eles constataram que o módulo aumenta ligeiramente com redução por laminação de 30%, e decresce com o aumento da redução entre 50 e 89%, concluindo que essa variação é causada pelo desenvolvimento da textura da fase  $\alpha'$  pela sua orientação na direção de laminação com o acúmulo de deformação plástica, como mostrado nas Figuras 4.6 a 4.8.

Tabela 4.3. Propriedades da liga Ti-35Nb-7,5Ta obtidas no ensaio de ultra-som nas amostras deformadas por laminação a frio.

<b>RE (%)</b>	<b>Velocidade Longitudinal (cm/s)</b>	<b>Velocidade Transversal (cm/s)</b>	<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Coefficiente de Poisson</b>	<b>E (GPa) média (desvio padrão)</b>
<b>0</b>	5,218	1,942	5,860	0,419	63 (3)
<b>14</b>	5,359	2,085	5,578	0,410	68 (3)
<b>31</b>	5,726	2,296	5,692	0,404	84 (1)
<b>52</b>	5,218	2,048	6,315	0,409	75 (1)
<b>63</b>	4,992	1,981	5,847	0,407	65 (1)
<b>74</b>	5,150	2,078	5,776	0,403	70 (2)
<b>84</b>	5,353	2,208	5,557	0,396	76 (1)



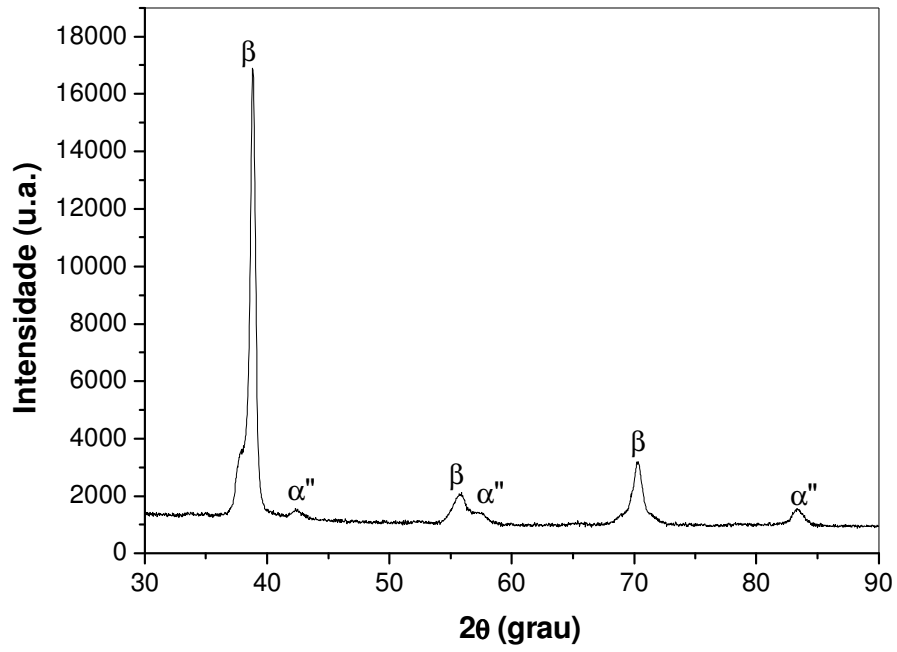
(a)



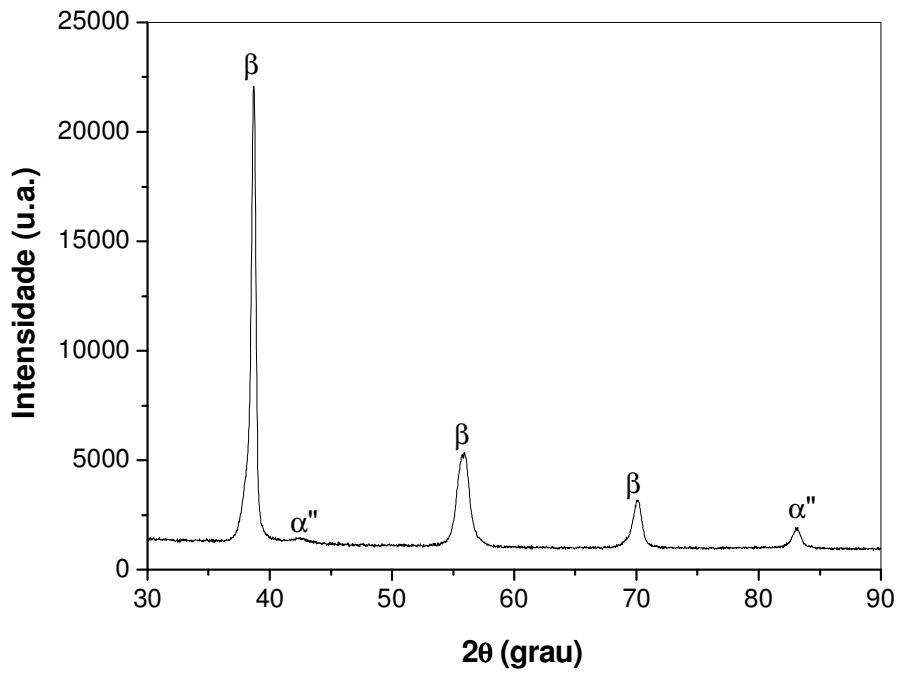
(b)

Figura 4.10. Difratomogramas de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta de amostras laminadas a frio até: (a) 14% e (b) 31%.



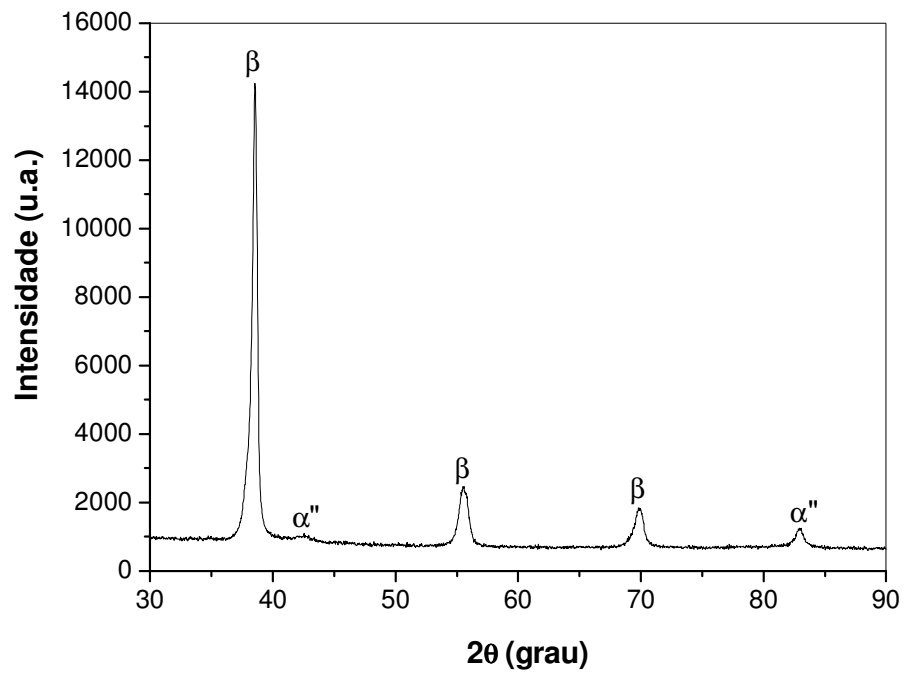


(a)

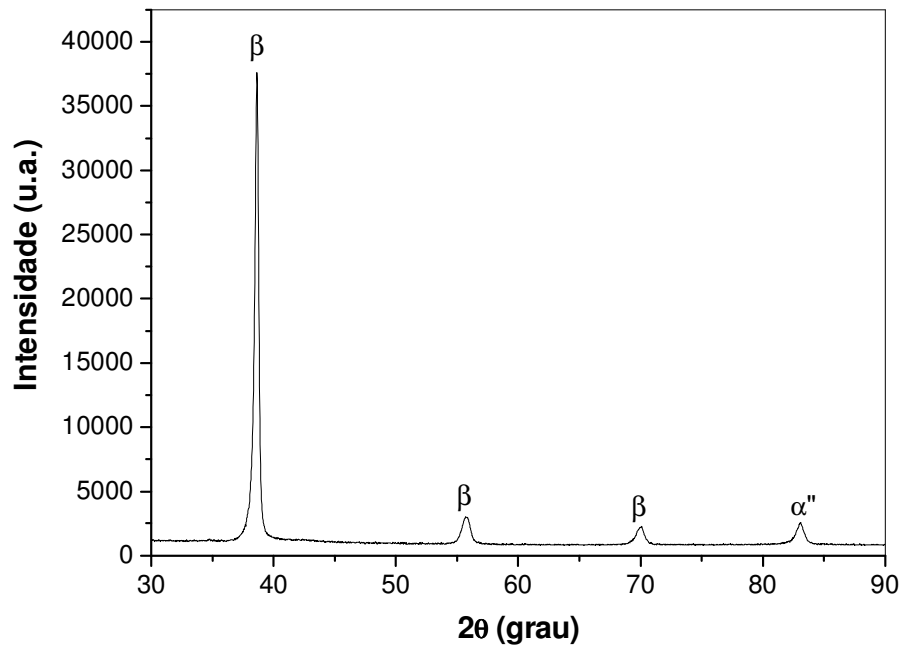


(b)

Figura 4.11. Difratoogramas de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta de amostras laminadas a frio até: (a) 52% e (b) 63%.



(a)



(b)

Figura 4.12. Difratoigramas de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta de amostras laminadas a frio até: (a) 74% e (b) 84%.

### 4.3 Amostras na condição recozida

#### 4.3.1 Caracterização microestrutural via MO e MEV

Para a obtenção de diferentes frações recristalizadas, as amostras deformadas até 84% foram recozidas a 600, 700 e 800°C em tempos iguais a 1, 5, 15, 30, 45 e 60 min, o que permitiu o estudo da cinética de recristalização desta liga. Como foi mencionado no item 3.2.6, essas temperaturas foram definidas a partir dos resultados de DSC mostrados na Figura 4.13.

Analisando os resultados do DSC foi encontrada a temperatura  $\beta$  transus (aproximadamente 580°C), indicada no primeiro pico da curva de 1º aquecimento, que é a temperatura onde há a formação de novas fases. Também foi encontrada a temperatura de recristalização que é aproximadamente 710°C, indicada no segundo pico da curva de 1º aquecimento. Baseado nestas informações e no intuito de observar as microestruturas recuperadas (600°C), parcialmente recristalizadas (700°C) e totalmente recristalizadas (800°C), foram escolhidas as temperaturas para fazer o recozimento no material.

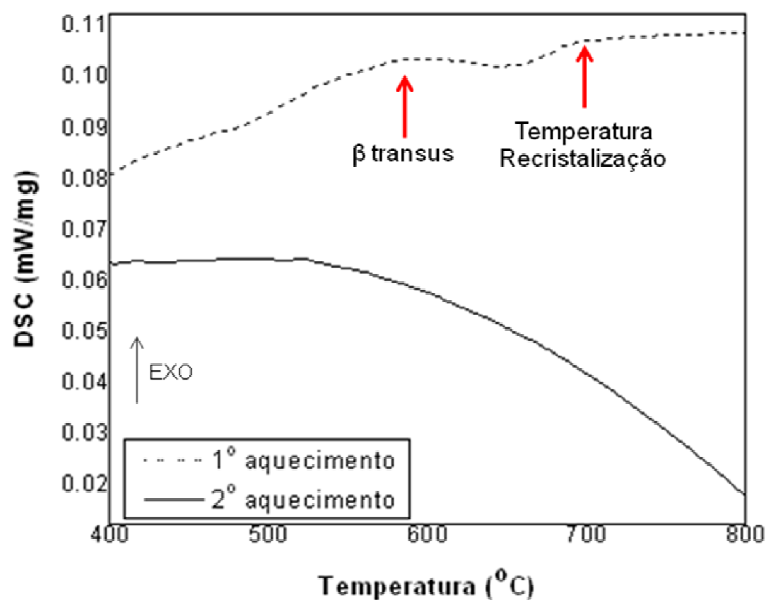


Figura 4.13. Curva de DSC da amostra laminada a frio até 84%.

#### 4.3.1.1 Tipos de microestruturas obtidas após recozimento

Após a observação das microestruturas recozidas, elas foram classificadas em termos da fração recristalizada. A Tabela 4.4 apresenta as microestruturas obtidas após deformação por laminação a frio e posterior recozimento. Para a classificação das microestruturas, foram utilizadas as técnicas de MO e MEV e a seguinte nomenclatura: recuperada (R), parcialmente recristalizada (PR) e totalmente recristalizada (TR). Para uma classificação mais minuciosa seria necessária a utilização de técnicas mais apuradas como, por exemplo, microscopia eletrônica de transmissão, o que permitiria uma maior precisão com relação aos resultados das amostras classificadas como recuperadas, pois essa técnica permite observar detalhes microestruturais não observáveis utilizando-se MO e MEV.

Tabela 4.4. Tipos de microestruturas obtidas após deformação por laminação a frio e posterior recozimento.

Tempo (min)	Temperatura (°C)		
	600	700	800
1	R	R	PR
5	R	PR	PR
15	R	PR	PR
30	R	PR	PR
45	R	PR	PR
60	R	PR	TR

R: Recuperada; PR: Parcialmente recristalizada; TR: Totalmente recristalizada

#### 4.3.1.2 Microestrutura

Por meio das micrografias das amostras laminadas a frio e posteriormente recozidas foi possível acompanhar o processo de recuperação e de recristalização da liga Ti-35Nb-7,5Ta.

As microestruturas de 600°C por 1, 5, 15, 30, 45 e 60 min (Figuras 4.14 a 4.19) foram obtidas junto ao MEV no modo de elétrons retroespalhados. De acordo com a observação das microestruturas, foi constatado que as amostras recozidas nessa temperatura encontram-se majoritariamente recuperadas.

Nota-se ainda que os grãos são alongados em relação à direção de laminação. O material recuperado ainda apresenta grande parte da energia interna oriunda da deformação plástica a frio, e que pode ser verificada pela presença de pontos escuros ou pites causados pela reação da amostra com o ataque químico utilizado, que ocorreu preferencialmente nos contornos de grão, que são as regiões de maior energia.



Figura 4.14. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 600°C durante 1 minuto (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.



Figura 4.15. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 600°C durante 5 minutos (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.

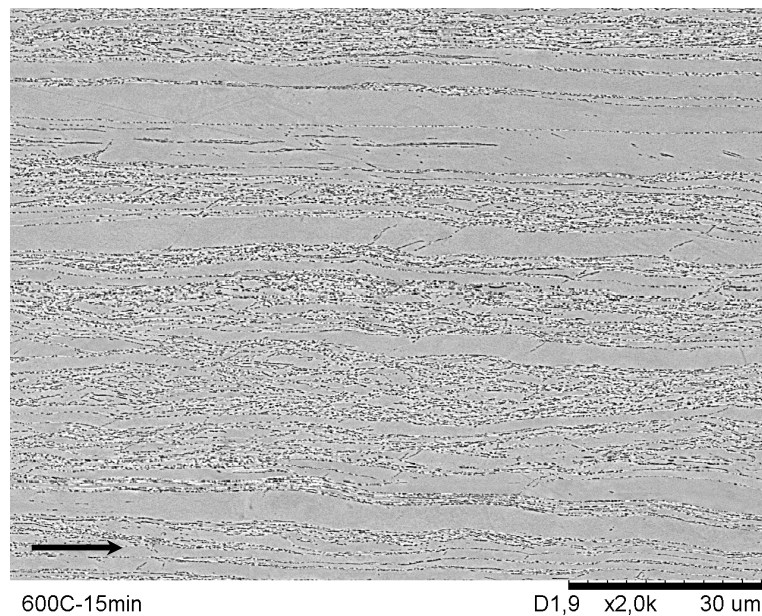


Figura 4.16. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 600°C durante 15 minutos (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.

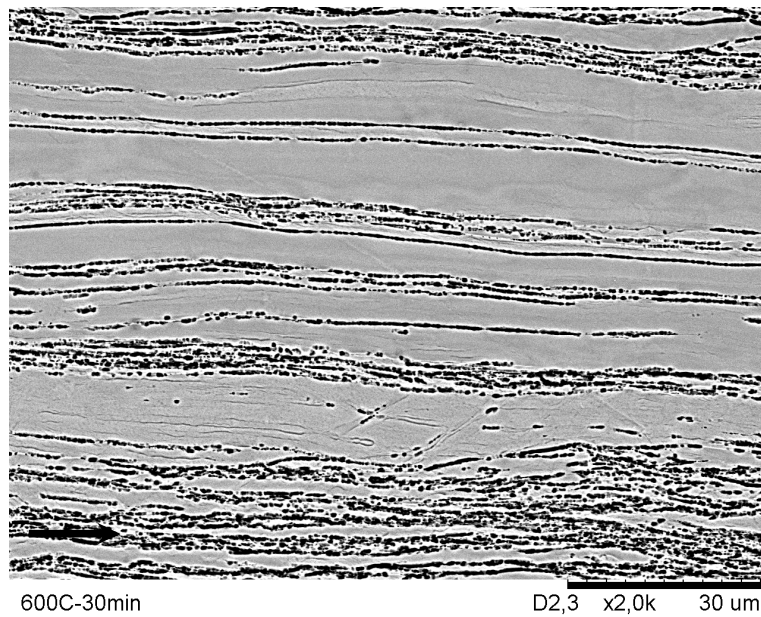


Figura 4.17. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 600°C durante 30 minutos (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.

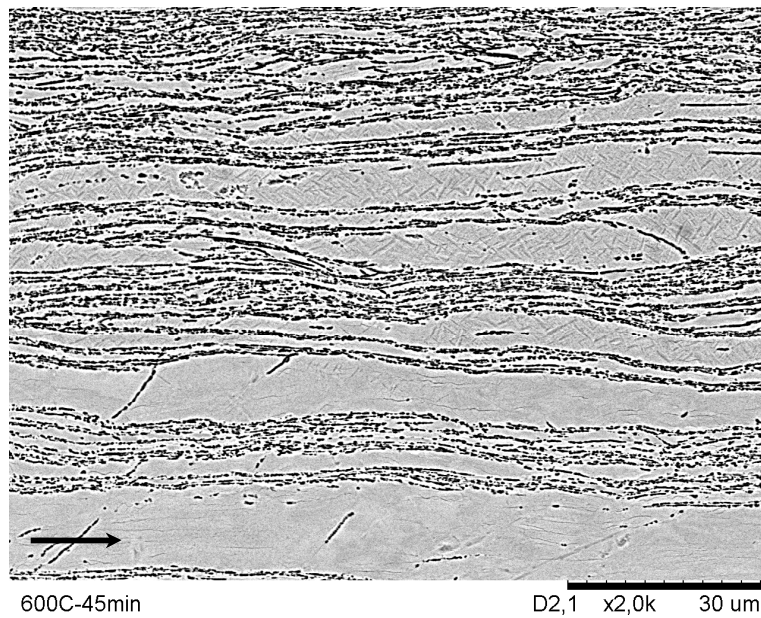


Figura 4.18. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 600°C durante 45 minutos (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.

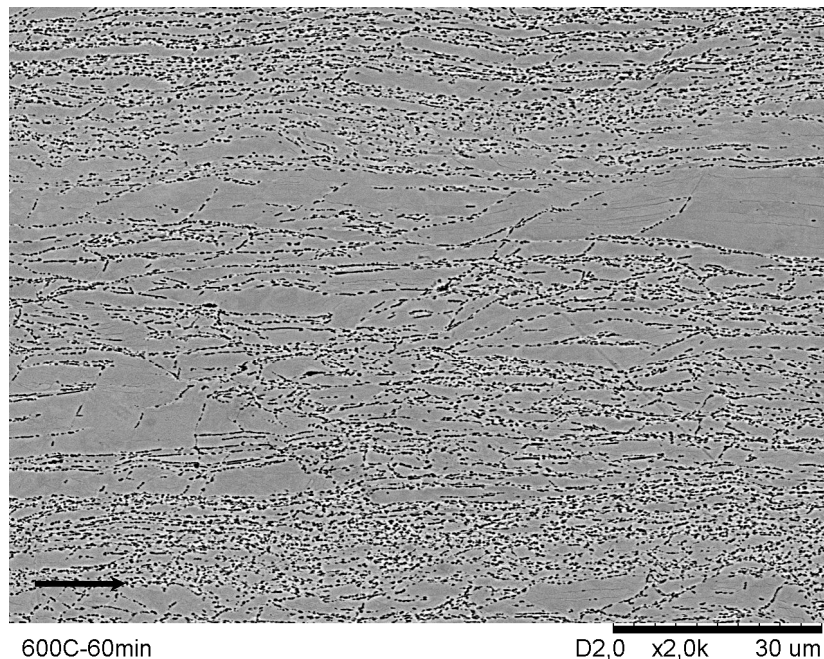


Figura 4.19. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 600°C durante 60 minutos (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.

A Figura 4.20 mostra a microestrutura de uma amostra da liga Ti-35Nb-7,5Ta que foi deformada até 84% e em seguida recozida a 700°C por 1 min. A amostra nessa condição encontra-se majoritariamente recuperada, pois nota-se que os grãos ainda encontram-se alinhados na direção de laminação

As microestruturas das amostras deformadas até 84% e em seguida recozidas a 700°C por 5, 15, 30, 45 e 60 min são mostradas nas Figuras 4.21 a 4.25. Nessa temperatura e nesses tempos de recozimento, o material encontra-se parcialmente recristalizado, ou seja, já é possível verificar a presença de grãos recristalizados e também de regiões recuperadas, destacadas nas micrografias por linhas tracejadas.

Observa-se também que a quantidade dos grãos recristalizados aumentou e as regiões recuperadas diminuíram com o aumento do tempo de recozimento.



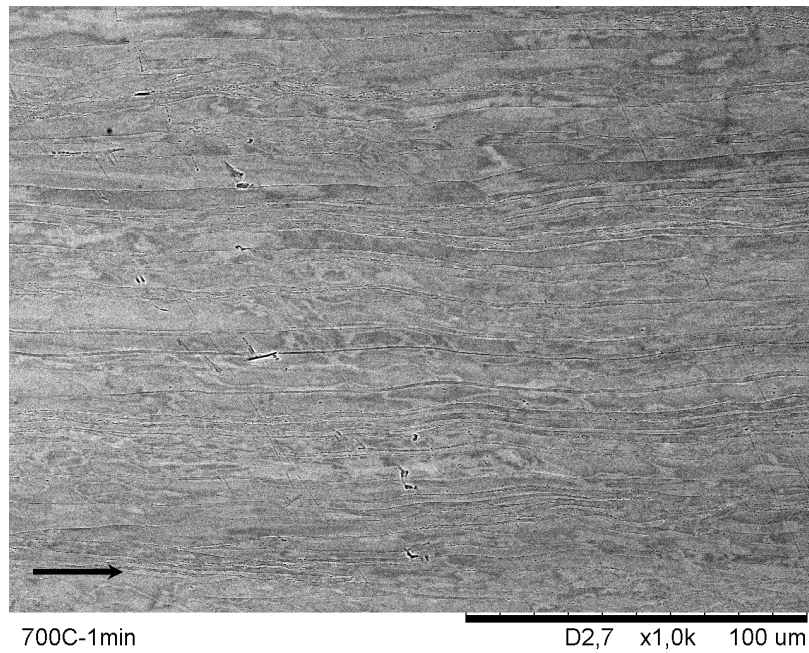
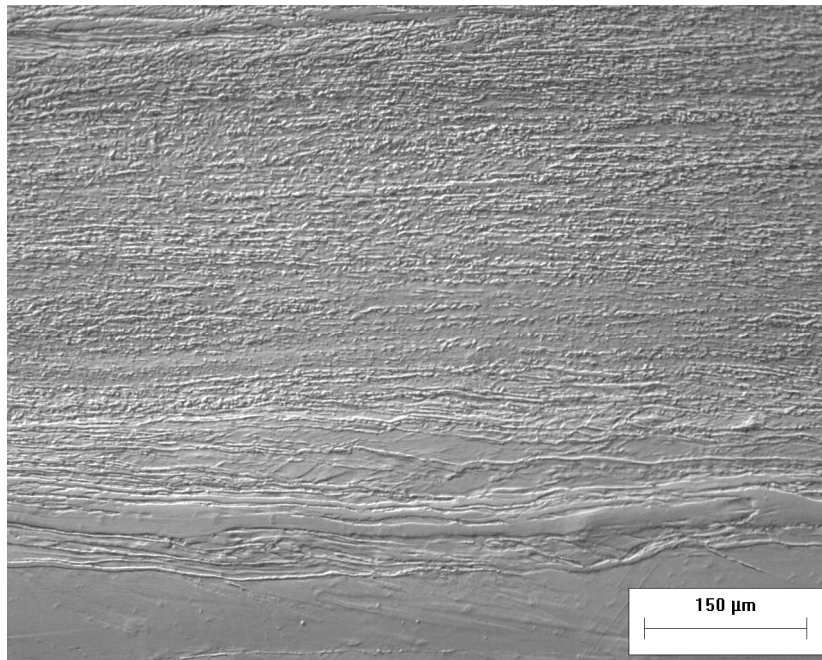
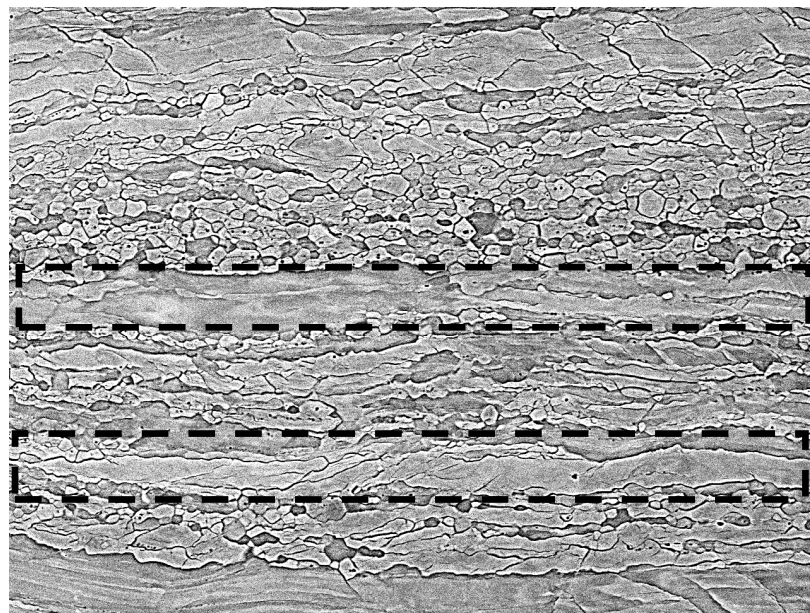


Figura 4.20. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 700°C durante 1 minuto (MEV, elétrons retroespalhados). A seta indica a direção de laminação.

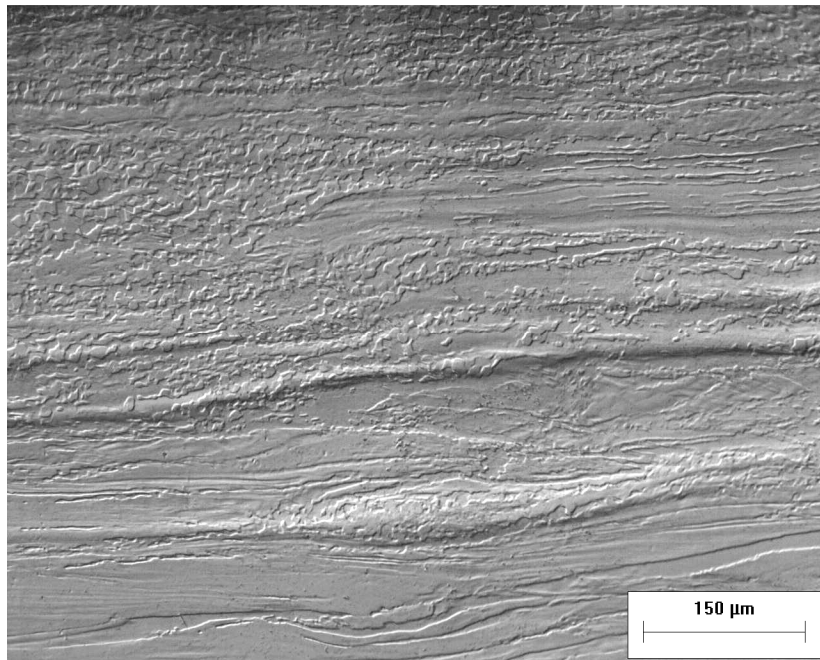


(a)

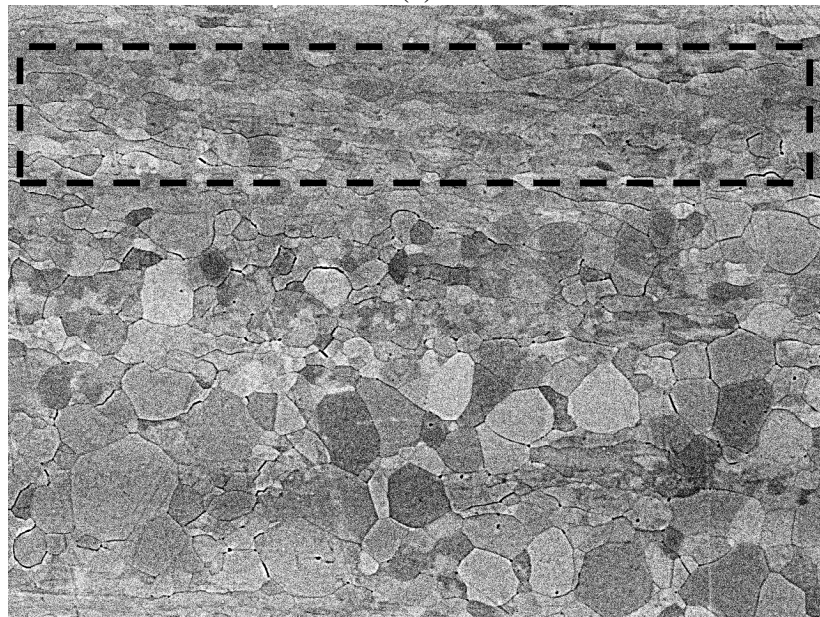


(b)

Figura 4.21. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 700°C durante 5 minutos: (a) MO, contraste Nomarski e (b) MEV, elétrons retroespalhados.

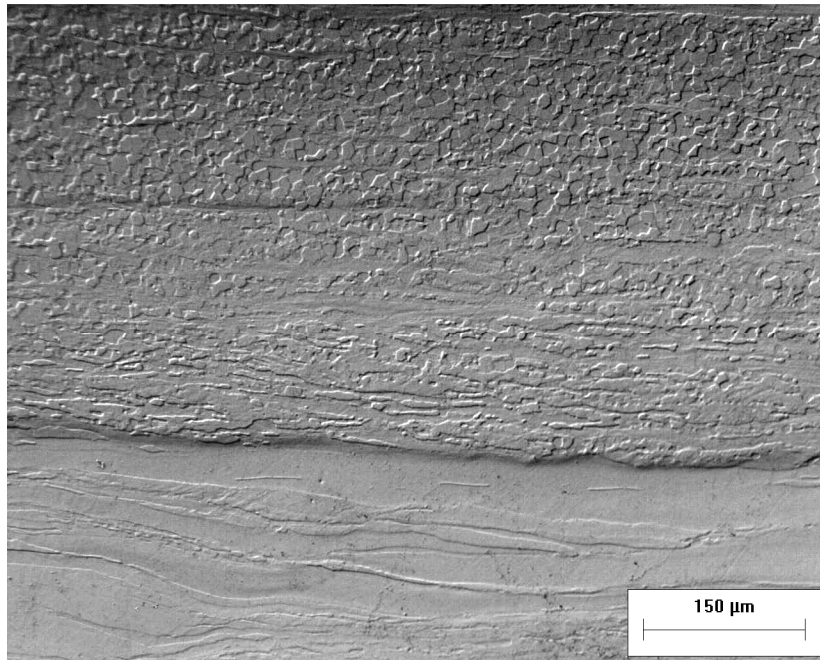


(a)

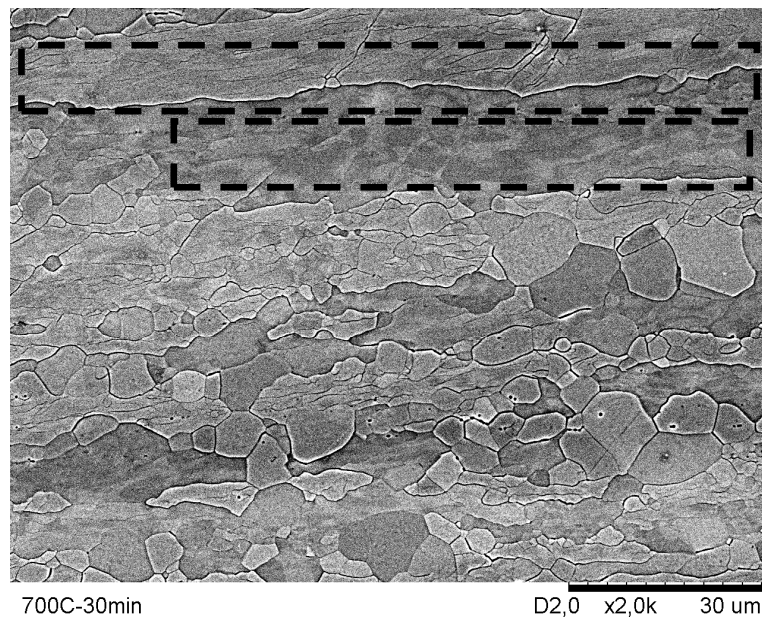


(b)

Figura 4.22. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 700°C durante 15 minutos: (a) MO, contraste Nomarski e (b) MEV, elétrons retroespalhados.



(a)



(b)

Figura 4.23. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 700°C durante 30 minutos. (a) MO, contraste Nomarski e (b) MEV, elétrons retroespalhados.

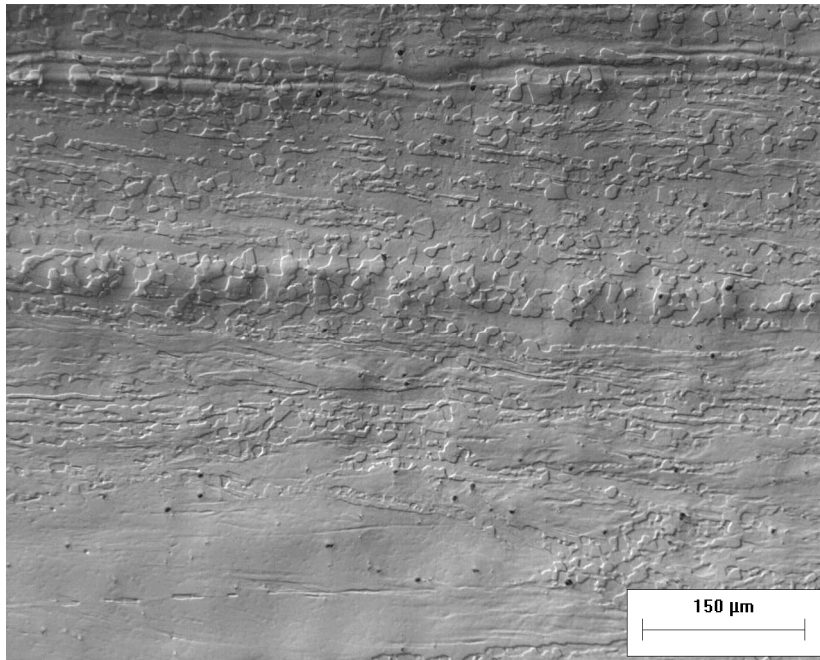


Figura 4.24. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 700°C durante 45 minutos (MO, contraste Nomarski).

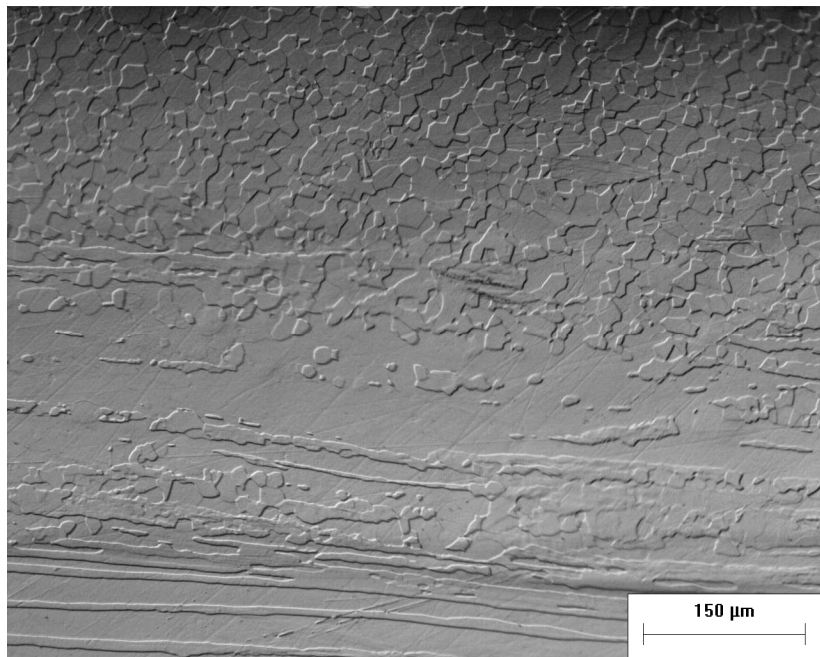


Figura 4.25. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 700°C durante 60 minutos (MO, contraste Nomarski).

As amostras recozidas a 800°C apresentaram grãos recristalizados maiores que os das amostras recozidas a 700°C, o que pode ser explicado pela maior energia térmica fornecida ao material na maior temperatura, favorecendo o crescimento dos grãos.

A Figura 4.26 apresenta a microestrutura de uma amostra da liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada até 84% e recozida a 800°C por 1 min. Nessa condição a amostra encontra-se parcialmente recristalizada. Em destaque na micrografia encontra-se uma região recuperada.

A microestrutura da amostra recozida a 800°C por 5 min (Figura 4.27) também encontra-se parcialmente recristalizada. É possível observar regiões vizinhas da mesma amostra que apresentam grãos recristalizados que possuem a fase  $\alpha''$  em seu interior, como na região em destaque na Figura 4.27. A presença desta fase pode ser explicada pelo fato das amostras terem sido resfriadas rapidamente em água após o recozimento. Esse procedimento foi adotado para evitar a formação das fases  $\alpha$  e  $\omega$  que poderiam precipitar na microestrutura caso as amostras fossem resfriadas ao ar ou no interior do forno.

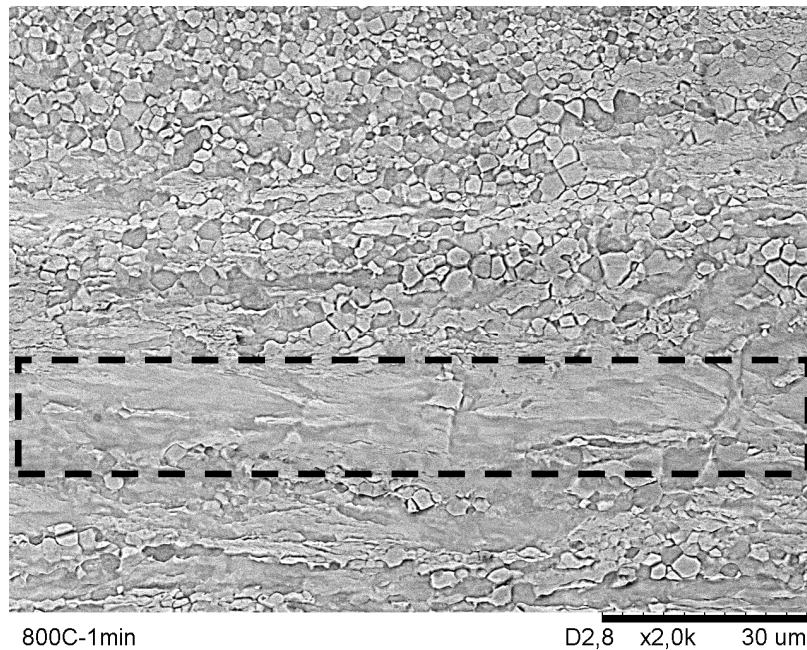
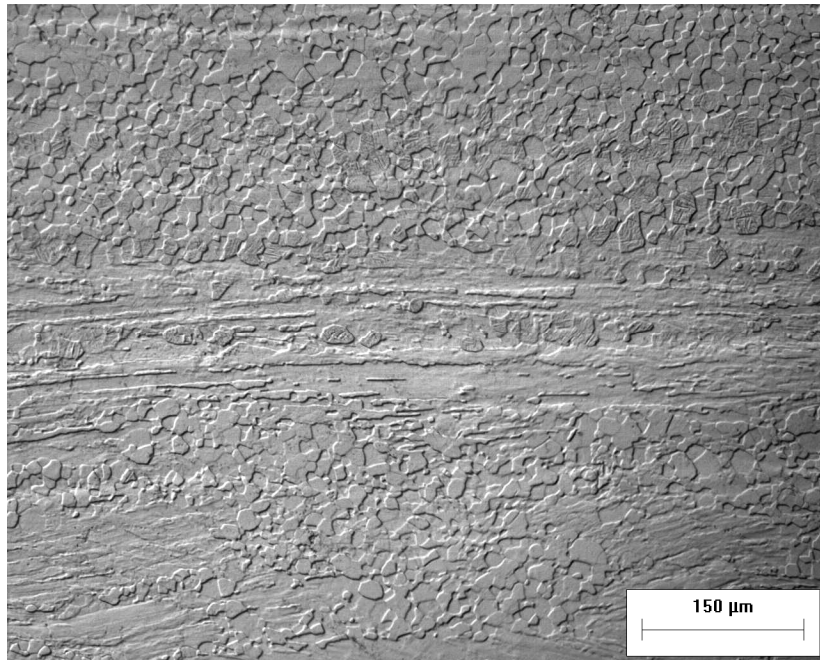
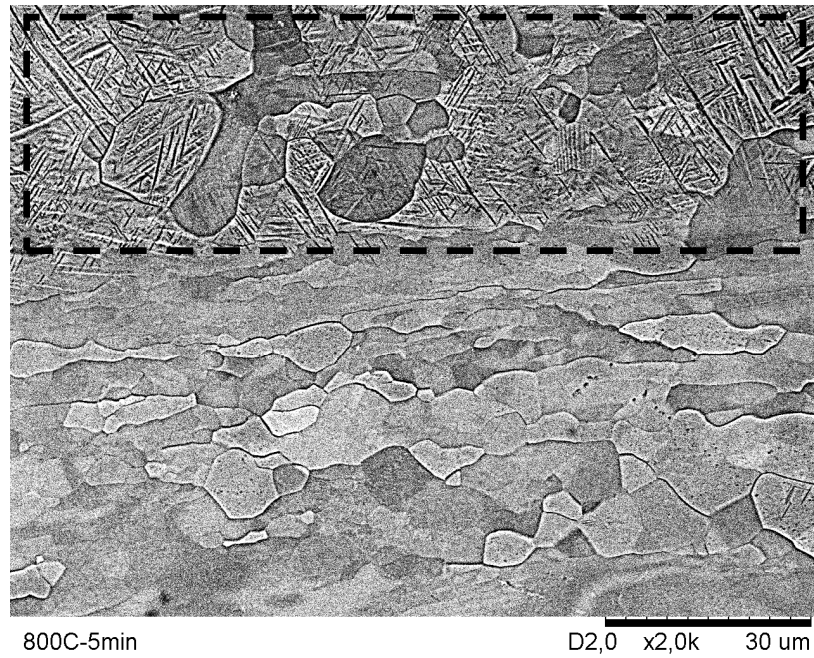


Figura 4.26. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 800°C durante 1 minuto (MEV, elétrons retroespalhados).



(a)



(b)

Figura 4.27. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 800°C durante 5 minutos. (a) MO, contraste Nomarski e (b) MEV, elétrons retroespalhados.

Na amostra deformada até 84% e recozida a 800°C por 15 min verifica-se a presença de regiões recuperadas, em destaque na Figura 4.28.

A amostra recozida a 800°C por 30 min (Figura 4.29) também apresenta regiões recuperadas. Os grãos recristalizados são maiores do que nas amostras recozidas em tempos inferiores. Estão destacadas nas micrografias regiões recuperadas (linha pontilhada) e regiões que apresentaram grãos recristalizados contendo a fase  $\alpha''$  em seu interior (linha tracejada).

Foi verificado que à medida que o tempo de recozimento aumentou, as regiões recuperadas foram diminuindo e os grãos recristalizados tornaram-se maiores. Na Figura 4.30a é possível verificar a presença algumas regiões recuperadas, indicadas pela linha pontilhada. Na Figura 4.30b, há a presença de regiões contendo a fase  $\alpha''$  no interior dos grãos recristalizados, indicadas pela linha tracejada.

Nas amostras recozidas a 800°C por 60 min também foi constatada a presença da fase  $\alpha''$  no interior dos grãos recristalizados, em destaque na Figura 4.31a. Nessa condição o material encontra-se totalmente recristalizado. Nota-se também que os grãos recristalizados não apresentam tamanho uniforme (Figura 4.31b).

A amostra da liga Ti-35Nb-7,5Ta que foi deformada até 84% e recozida a 800°C por 60 min foi escolhida para as medidas de tamanho de grão, pois foi a única que se apresentou totalmente recristalizada. Foram analisadas três regiões diferentes dessa amostra, obtendo-se o tamanho médio de grão (36  $\mu\text{m}$  com desvio padrão de 7  $\mu\text{m}$ ) referente a três campos de medida relativos a cerca de 1500 grãos. Pode-se observar que houve uma redução significativa do tamanho de grão se comparado com o do material homogeneizado que era de 3mm.



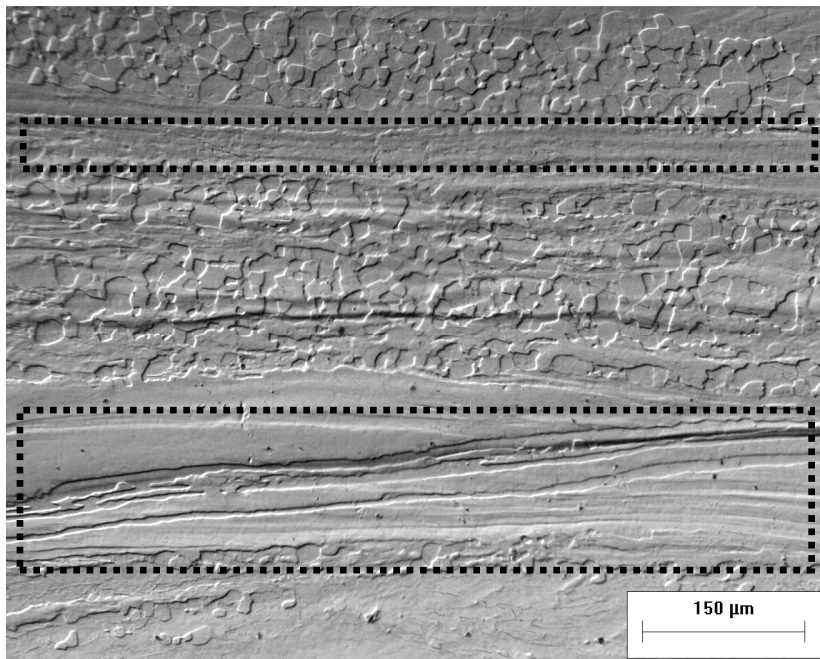


Figura 4.28. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 800°C durante 15 minutos. (MO, contraste Nomarski).

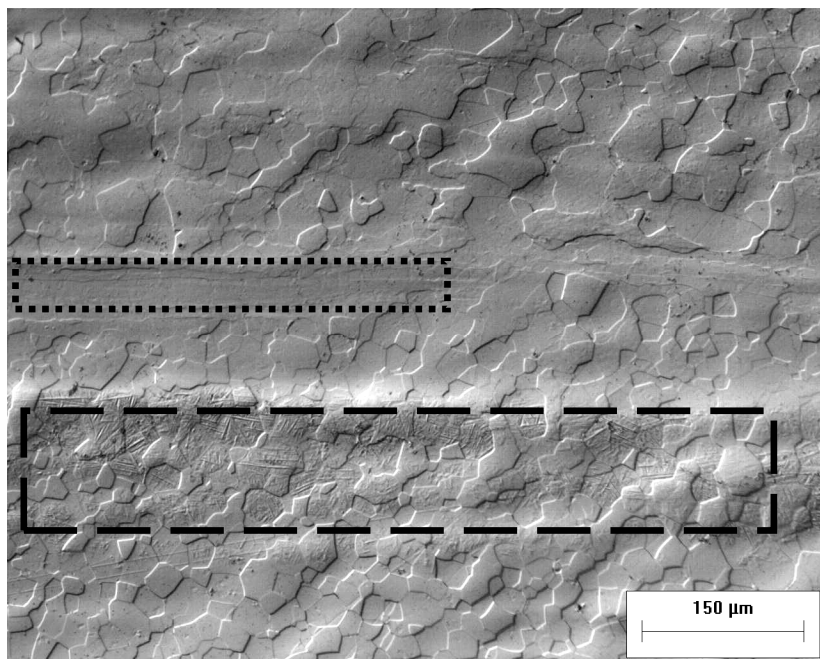
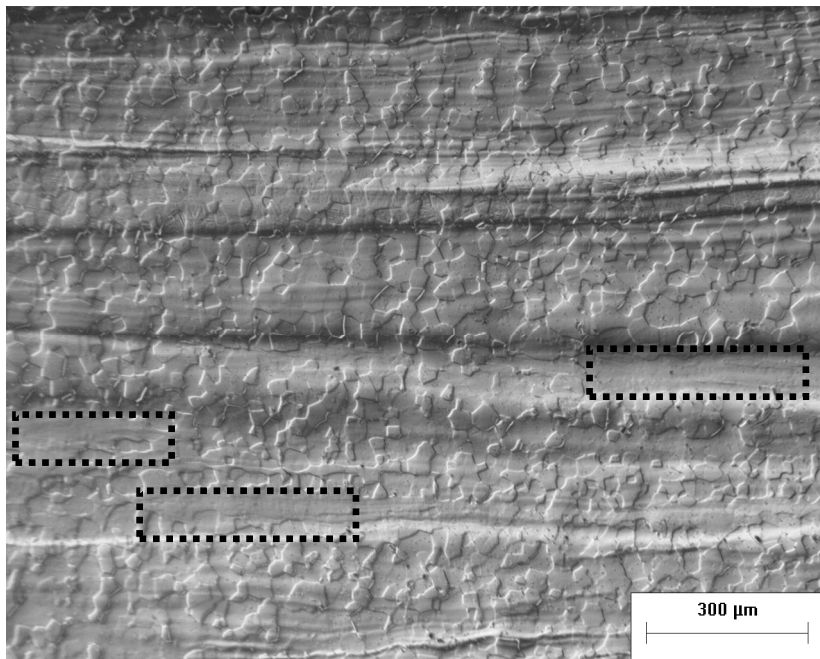
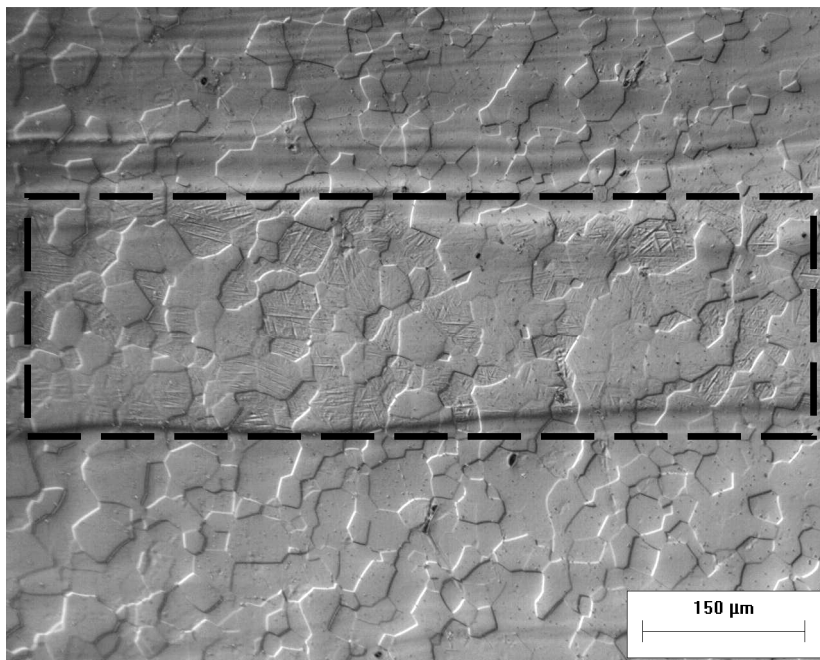


Figura 4.29. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 800°C durante 30 minutos. (MO, contraste Nomarski).

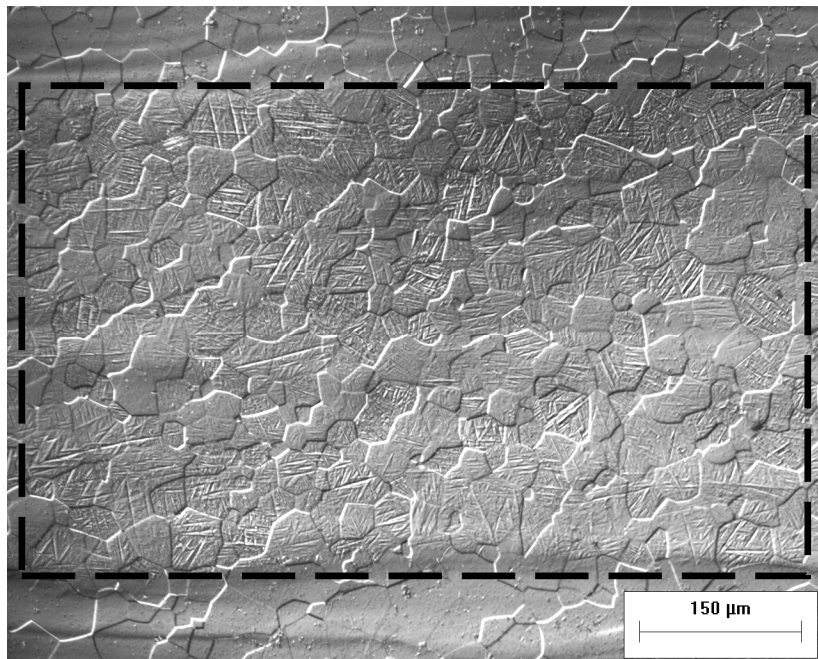


(a)

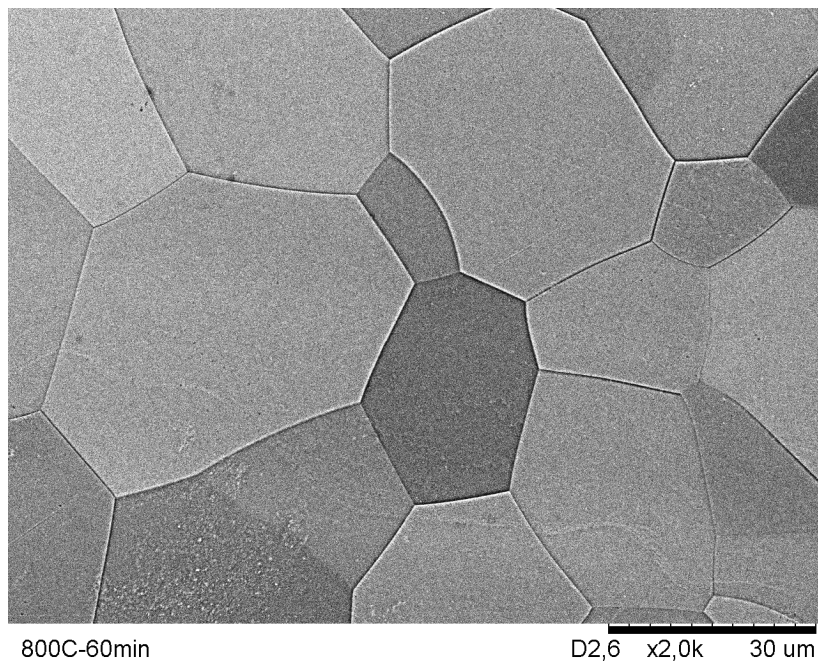


(b)

Figura 4.30. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 800°C durante 45 minutos. (MO, contraste Nomarski).



(a)



(b)

Figura 4.31. Micrografias da amostra Ti-35Nb-7,5Ta laminada a frio até 84%, recozida a 800°C durante 60 minutos: (a) MO, contraste Nomarski; (b) MEV, elétrons retroespalhados.

### 4.3.2 Difração de raios-X e módulo de elasticidade

Na análise das microestruturas recozidas foi possível constatar a presença de grãos recristalizados contendo a fase  $\alpha''$  em seu interior, que juntamente com a fase  $\beta$ , foi confirmada nos difratogramas de raios-X das amostras recozidas a 600, 700 e 800°C por 60 minutos (Figuras 4.32 a 4.34). Como observado anteriormente, a presença da fase  $\alpha''$  deve-se às amostras terem sido resfriadas rapidamente após o recozimento.

Os valores do módulo de elasticidade obtidos no ensaio de ultra-som das amostras recozidas a 600, 700 e 800°C por 60 minutos são mostrados na tabela 4.5.

O módulo de elasticidade da amostra recozida a 600°C por 60 min não se alterou quando comparado com o da amostra solubilizada, já para as amostras recozidas a 700 e 800°C por 60 min sofreu um aumento quando comparado ao encontrado para a amostra solubilizada (média de 63 GPa com desvio padrão de 3 GPa), sendo igual a média de 67 GPa com desvio padrão de 3 GPa e média de 76GPa com desvio padrão de 4 GPa, respectivamente.

O módulo de elasticidade é uma propriedade intrínseca do material e é determinado pelas forças de ligação entre os átomos (Callister, 2007). Em ligas de titânio tipo  $\beta$ , ele depende principalmente da fração volumétrica e dos módulos das fases constituintes e não é sensível ao tamanho dos grãos e sua morfologia.

Tabela 4.5. Propriedades da liga Ti-35Nb-7,5Ta obtidas no ensaio de ultra-som nas amostras deformadas por laminação a frio e recozidas.

Amostras	Velocidade	Velocidade	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Coeficiente de Poisson	E (GPa) média (desvio padrão)
	Longitudinal (cm/s)	Transversal (cm/s)			
<b>600°C/60min</b>	5,200	1,951	5,797	0,418	63 (3)
<b>700°C/60min</b>	5,156	2,048	5,646	0,406	67 (3)
<b>800°C/60min</b>	5,000	2,144	5,996	0,387	76 (4)

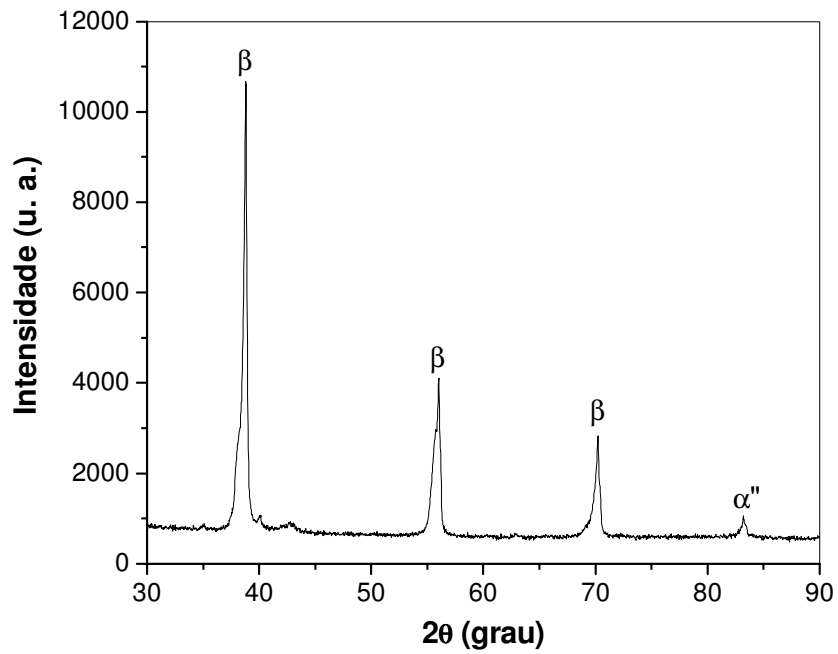


Figura 4.32. Difratomogramas de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta da amostra laminada a frio até 84% e recozida a 600°C por 60 minutos.

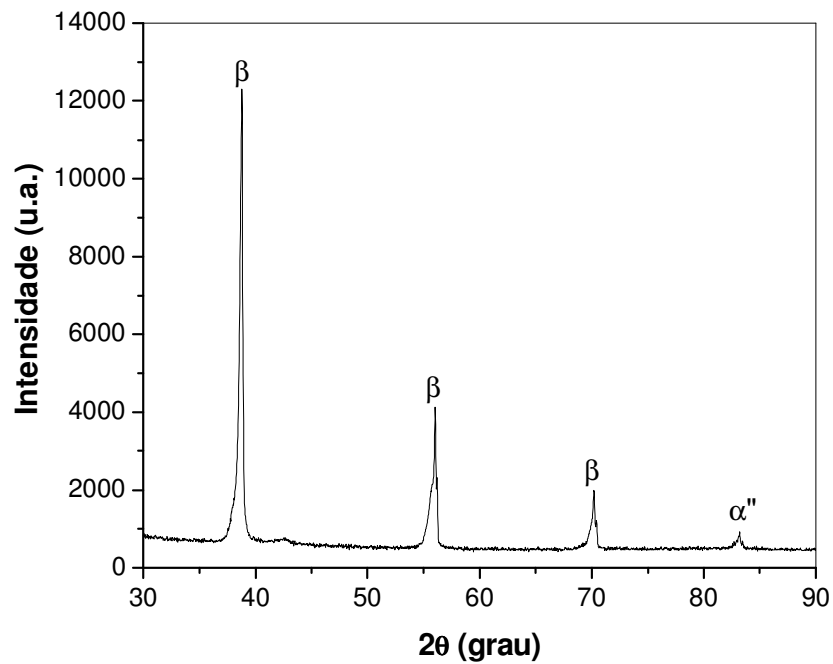


Figura 4.33. Difratomogramas de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta da amostra laminada a frio até 84% e recozida a 700°C por 60 minutos.

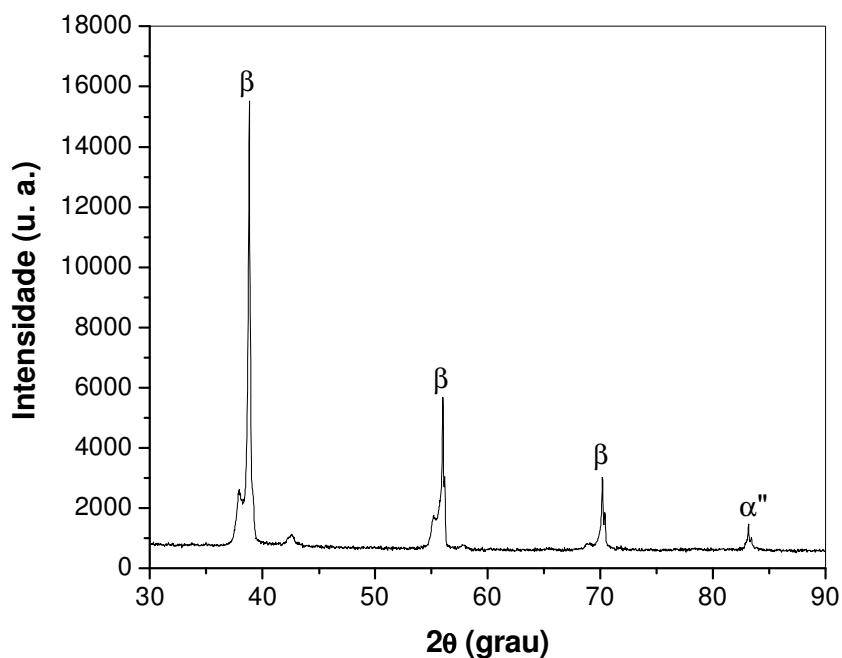


Figura 4.34. Difratoogramas de raios-X da liga Ti-35Nb-7,5Ta da amostra laminada a frio até 84% e recozida a 800°C por 60 minutos.

### 4.3.3 Curva de Amaciamento

As curvas que descrevem a cinética de amaciamento isotérmico da liga Ti-35Nb-7,5Ta foram obtidas para amostras deformadas até 84% e em seguida recozidas em temperaturas de 600, 700 e 800°C e tempos iguais a 1, 5, 15, 30, 45 e 60 min. A Tabela 4.6 mostra os resultados da variação de dureza Vickers dessas amostras. Com esses dados foi possível construir as curvas de amaciamento (HV x Tempo) que são mostradas na Figura 4.35. O valor de dureza da amostra na condição deformada corresponde ao tempo de recozimento igual a 0 (zero).

Os resultados mostram que a dureza decresce rapidamente no primeiro minuto de recozimento e posteriormente, apresenta uma queda suavizada com o tempo crescente de recozimento para as temperaturas de 700 e 800°C.

A curva de amaciamento obtida para a temperatura de 600°C apresenta um comportamento diferente quando comparada com as curvas referentes às demais temperaturas de recozimento,

pois apresenta uma menor queda total e menos acentuada no primeiro minuto. Nessa temperatura a recuperação prevalece e conseqüentemente, a queda de dureza é menor do que as observadas a 700 e 800°C nas quais ocorreu recristalização.

As curvas de amaciamento obtidas para as temperaturas de 700 e 800°C apresentam um comportamento semelhante, porém a dureza das amostras recozidas a 800°C é inferior à das recozidas a 700°C, o que pode ser explicado pela maior fração de grãos recristalizados presente nas amostras recozidas a 800°C. As taxas de amaciamento aumentam com a elevação da temperatura de recozimento, como esperado, uma vez que estes fenômenos são termicamente ativados. Assim conclui-se que tanto a recuperação como a recristalização concorrem para o amaciamento durante o recozimento da liga estudada.

Tabela 4.6. Variação da dureza Vickers (média (desvio padrão)) das amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada por laminação a frio e recozida.

<b>Tempo (min)</b>	<b>Temperatura de Recozimento (°C)</b>		
	<b>600</b>	<b>700</b>	<b>800</b>
<b>0</b>	210 (12)	210 (12)	210 (12)
<b>1</b>	195 (2)	174 (5)	160 (3)
<b>5</b>	183 (4)	171 (4)	166 (6)
<b>15</b>	183 (5)	170 (9)	170 (6)
<b>30</b>	177 (6)	170 (3)	164 (7)
<b>45</b>	173 (7)	165 (3)	164 (5)
<b>60</b>	170 (3)	163 (7)	164 (5)

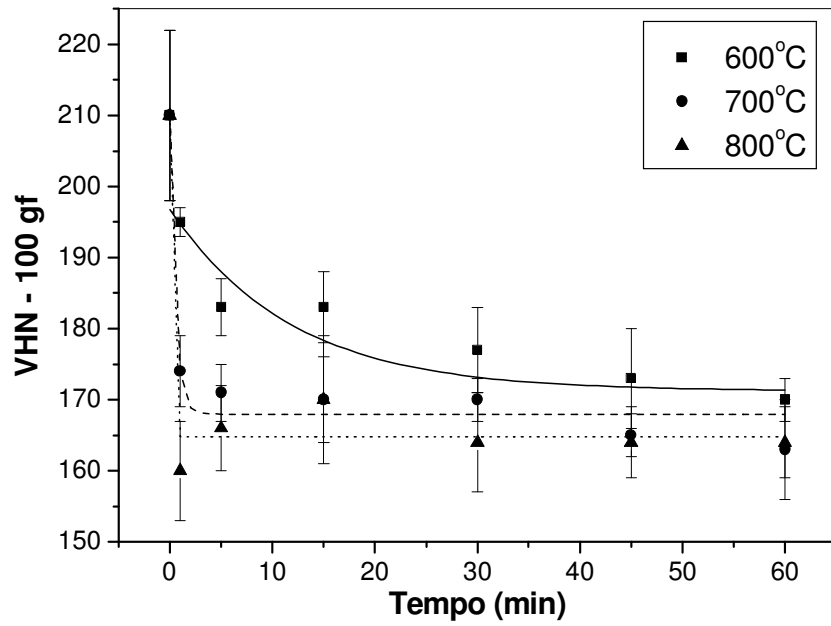


Figura 4.35. Curva de amaciamento da liga Ti-35Nb-7,5Ta.



## 5 CONCLUSÕES

Tendo em vista que o objetivo principal deste trabalho foi avaliar os efeitos da conformação mecânica a frio da liga Ti-35Nb-7,5Ta (% em peso) seguida por recozimento isotérmico em relação aos mecanismos de encruamento, recuperação e recristalização, para obter microestruturas com grãos recristalizados e refinados, apresentam-se as seguintes conclusões:

- ✓ Verificou-se que as amostras na condição solubilizada apresentam as fases  $\alpha''$  e  $\beta$ . Os grãos nessa condição são grosseiros, da ordem de 3  $\mu$ m. Também constatou-se que existem regiões na microestrutura nas quais somente pode ser identificada a fase  $\beta$  e regiões vizinhas somente com a fase martensita ortorrômbica ( $\alpha''$ ) em seu interior.
- ✓ Foi possível obter-se 84% de redução da espessura deformando as amostras da liga Ti-35Nb-7,5Ta (% em peso) por laminação a frio sem a necessidade de recozimentos intermediários. As amostras deformadas apresentaram somente as fases  $\alpha''$  e  $\beta$ , como esperado visto que a deformação foi realizada à temperatura ambiente. Nas amostras deformadas até 52% foi verificada uma tendência da fase  $\alpha''$  em se alinhar com a direção de laminação e também se verificou que grãos vizinhos apresentaram diferentes frações dessa fase. A partir de 63% há maior fragmentação dos grãos e a microestrutura torna-se majoritariamente lamelar, não sendo possível a identificação dos contornos de grãos individuais.
- ✓ Como já verificado por outros autores, também para a liga estudada neste trabalho há variação do módulo de elasticidade com o aumento da deformação plástica, sendo o módulo de elasticidade aproximadamente igual a 76 GPa na amostra deformada até 84%, havendo um aumento de 20% em relação à amostra na condição solubilizada que apresentou média de 63 GPa.

- ✓ Analisando-se a curva de encruamento, pode-se verificar que o material apresenta encruamento elevado até 31% de redução da espessura, observado pelo acentuado crescimento da dureza. Para deformações superiores a 52% de redução em espessura, a curva praticamente não sofre alterações, tendendo à saturação que pode ser explicada pela geração e aniquilação simultânea de discordâncias.
  
- ✓ As amostras deformadas até 84% e recozidas a 600°C por 1, 5, 15, 30, 45 e 60 min encontram-se majoritariamente recuperadas, pois os grãos ainda mantêm-se alongados em relação à direção de laminação. O material recuperado ainda apresenta grande parte da energia interna oriunda da deformação plástica a frio, e que pode ser verificada pela presença de pontos escuros ou pites causados pela reação da amostra com o ataque químico utilizado, que ocorreu preferencialmente nos contornos de grão, que são as regiões de maior energia.
  
- ✓ A amostra deformada até 84% e recozida a 700°C por 1 min encontra-se majoritariamente recuperada, pois observamos que os grãos ainda encontram-se alinhados em relação à direção de laminação. Já as amostras deformadas até 84% e em seguida recozidas a 700°C por 5, 15, 30, 45 e 60 min encontram-se parcialmente recristalizadas. Observa-se também que o tamanho dos grãos recristalizados aumentou e as regiões recuperadas diminuíram com o aumento do tempo de recozimento.
  
- ✓ A amostra da liga Ti-35Nb-7,5Ta deformada até 84% e recozida a 800°C por 1 min encontra-se parcialmente recristalizada. A amostra recozida a 800°C por 5 min também se encontra parcialmente recristalizada e é possível observar regiões vizinhas da mesma amostra que apresentam grãos recristalizados que possuem a fase  $\alpha''$  em seu interior. Nas amostras deformadas até 84% e recozida a 800°C por 15, 30 e 45 min verifica-se a presença de regiões recuperadas. Nas amostras recozidas a 800°C por 60 min também foi constatada a presença da fase  $\alpha''$  no interior dos grãos recristalizados e o material encontra-se totalmente recristalizado. Nota-se também que os grãos recristalizados não apresentam tamanho uniforme.

- ✓ A amostra da liga Ti-35Nb-7,5Ta que foi deformada até 84% e recozida a 800°C por 60 min foi escolhida para as medidas de tamanho de grão, pois foi a única que se apresentou totalmente recristalizada. Foram analisadas três regiões diferentes dessa amostra, obtendo-se o tamanho médio de grão (36  $\mu\text{m}$  com desvio padrão de 7  $\mu\text{m}$ ) referente a três campos de medida relativos a cerca de 1500 grãos. Pode-se observar que houve uma redução significativa do tamanho de grão se comparado com o do material homogeneizado que era de 3mm.
  
- ✓ Na análise das microestruturas recozidas foi possível constatar a presença de grãos recristalizados contendo a fase  $\alpha''$  em seu interior, que juntamente com a fase  $\beta$  foi confirmada nos difratogramas de raios-X das amostras recozidas a 600, 700 e 800°C por 60 minutos. Como observado anteriormente, a presença da fase  $\alpha''$  deve-se às amostras terem sido resfriadas rapidamente após o recozimento.
  
- ✓ O módulo de elasticidade da amostra recozida a 600°C por 60 min não se alterou quando comparado ao da amostra solubilizada. Para as amostras recozidas a 700 e 800°C por 60 min sofreu um aumento quando comparado ao encontrado para a amostra solubilizada (média de 63 GPa com desvio padrão de 3 GPa), com médias de 67 e 76 GPa e desvios padrão de 3 e 4 GPa, respectivamente.
  
- ✓ Nas curvas de amaciamento isotérmico foi possível verificar que as taxas de amaciamento aumentam com a elevação da temperatura de recozimento, como esperado, uma vez que estes fenômenos são termicamente ativados. Assim conclui-se que tanto a recuperação como a recristalização concorrem para o amaciamento durante o recozimento da liga estudada.

## 6 SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

Considerando-se os resultados obtidos e algumas dificuldades encontradas na realização deste trabalho, sugerem-se os seguintes temas para trabalhos futuros:

- ✓ Avaliação da evolução da textura da liga Ti-35Nb-7,5Ta submetida à deformação plástica e tratamentos térmicos de recozimento;
- ✓ Realização de tratamentos térmicos de envelhecimento;
- ✓ Realização de ensaios de tração para obtenção das propriedades mecânicas da liga Ti-35Nb-7,5Ta;
- ✓ Avaliação das propriedades de fadiga da liga Ti-35Nb-7,5Ta submetidas à deformação plástica e tratadas termicamente;
- ✓ Confecção de uma prótese coxo-femoral com a liga Ti-35Nb-7,5Ta.

## REFERÊNCIAS

ANKEN, S.; GREENE, C. A. Recent developments in microstructure/property relationships of beta titanium alloys, **Materials Science and Engineering A**, v. 263, pp. 127-131, 1999.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 112-96**: Standard Test Method for Determining Average Grain Size. West Conshohocken, PA, 1996.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM F 67 – 06**: Standard Specification for Unalloyed Titanium, for Surgical Implant Applications (UNS R50250, UNS 50400, UNS 50550, UNS 50700)<sup>1</sup>, 2006

BALESTRO, R. **Osteoporose, um mal que pode ser vencido**. Disponível em: <http://www.soscorpo.com.br/osteo.htm>, 2009

BANERJEE, R., NAG, S., FRASER, H. L. A novel combinatorial approach to the development of beta titanium alloys for orthopedic implants, **Materials Science and Engineering C**, v. 25, p. 282-289, 2005.

CROSSLEY, F. A. Aircraft applications of titanium: a review of the past and potential for the future. **History of Key Technologies**, v.18, pp. 993-1002, 1981

CURY, M. B., RINALDI, E. Complicações em artroplastia total do quadril: fratura periprotética, **Orto e Trauma 1**, 2004

DEVITO, F. S., ARISTIDES, R. S. A., HONDA, E. K., CHUEIRE, A. G. O uso de enxerto homólogo na revisão de artroplastias do quadril com cimentação do componente acetabular, **Acta Ortopédica Brasileira**, v. 14, pp. 280-282, 2006.

DOHERTHY, R. D., HUGHES, D. A., HUMPHREYS, F. J., JONAS, J. J., JUUL JENSEN, D., KASSNER, M. E., KING, W. E., McNELLEY, T. R., McQUEEN, H. J., ROLLETT, A. D., Current issues in recrystallization: a review, **Materials Science and Engineering A**, v. 238, pp. 219-274, 1997.

EISENBARTH, E., VELTEN, D., MULLER, M., THULL, R., BREME, J., Biocompatibility of  $\beta$ -stabilizing elements of titanium alloys, **Biomaterials**, v. 25, pp. 5705-5713, 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, pp. 21-31, 1980.

GROSDIDIER, T., PHILIPPE, M.J. Deformation induced martensite and superelasticity in a  $\beta$ -metastable titanium alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 291, pp. 218–223, 2000.

HANSEN, N., MEHLI, R. F. New discoveries in deformed metals, **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 32, pp. 2917-2935, 2001.

HO, W. F., JU, C. P., CHEM LIN, J. H. Structure and Properties of Cast Binary Ti-Mo Alloys, **Biomaterials**, v.20, pp. 2115-2122, 1999.

HUMPHREYS, F. J., HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**, 2nd ed., Oxford: Elsevier, 2004, 628 p.

LEE, C. M., JU, C. P., CHEM LIN, J. H. Structure and Properties of Titanium-25Niobium-x Iron Alloys, **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, v.13, pp. 695-700, 2002.

LIN, D. J., JU, C. P., CHEM LIN, J. H. Structure and Properties of Ti-7,5Mo-xFe alloys, **Biomaterials**, v.23, pp. 1723-1730, 2005.

LOPES, J. F. S. C. **Otimização das Propriedades Mecânicas de Ligas de Titânio Tipo  $\beta$** , 2009. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

LUTJERING, G.; WILLIAMS, J. C., **Titanium**, Springer-Verlag Press, Berlin, 1<sup>st</sup> edition, 2003, 379 p.

MATSUMOTO, H.; WATANABE, S.; HANADA, S., Microstructure and mechanical properties of metastable  $\beta$  TiNbSn alloys cold rolled and heat treated, **Journal of Alloys and Compounds**, v.439, pp. 146-155, 2007

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 em Filosofia) - Ohio State University, Ohio.

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

OGDEN, H. R. **Rare Metals Handbook**. Battele Memorial Institute Columbus, OH: Publishing Co. Inc., 1971, 559 p.

OZAKI, T.; MATSUMOTO, H; WATANABE, S.; HANADA, S., Beta Ti alloys with low Young's modulus, **Materials Transactions**, v. 45, pp. 2776 – 2779, 2004

PADILHA, A. F., SICILIANO Jr, F., **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais (ABM), 2 ed., 2005, 232 p.

RATH, B.B., LEDERICH, R.J., YOLTON, FROES, C.F.F.H. Recrystallization and grain growth in metastable beta III titanium alloy, **Metallurgical Transactions A**, vol. 10A, pp. 1013-1019, 1979.

ROVER, C. F. S., HENRIQUES, V. A. R., CAIRO, C. A. A., MOURA NETO, C., Titânio no Brasil. **Metalurgia e Materiais**, pp. 518-520, 2005.

SANTOS, R. G., **Transformações de fases em materiais metálicos**, Editora da Unicamp, 2006, 429 p.

SEBALD, R, GOTTSTEIN, G. Modeling of recrystallization textures: interaction of nucleation and growth, **Acta Materialia**, pp. 1587-1598, 2002

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

SONG, Y., XU, D. S., YANG, R., LI, D., WU, W. T., GUO, Z. X.. Theoretical study of the effects of alloying elements on the strength and modulus of beta-type bio-titanium alloys, **Materials Science and Engineering A**, v. 260, p. 269-274, 1999

SONG, Z., RETTENMAYR, M., MULLER, C., ECKARTEXNER, H. Modeling of recrystallization after inhomogeneous deformation, **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 32, pp. 2199-2206, 2001.

SOUZA, S. A. S. A., **Transformações de fases e correlações microestrutura/ propriedades de ligas biocompatíveis dos sistemas Ti-Nb e Ti-Nb-Ta**, 2008. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

TARR, R. R., CLARKE, I. C., GRUEN, T. A., SARMIENTO, A. Comparison of loading behavior of femoral stems of Ti-6Al-4V and cobalt-chromium alloys: A Three-Dimensional Finite Element Analysis, Titanium Alloys in Surgical Implants, ASTM STP 796, H.A. Luckey and Fred Kubli Jr., Eds., **American Society of Testing Materials**, 1983, pp.88-101

**Titanium. In: Military Handbook, Metallic Materials and Elements for Aerospace Vehicle Structures**, USA: MIL-HDBK-5H, 1998. Chap.5, p. 891-1002.

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, pp. 291-294, 2005.

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

ZHOU, Y. L.; NIINOMI, M.; AKAHORI, T., Effects of Ta content on Young's Modulus and Tensile Properties of Binary Ti-Ta Alloys for Biomedical Applications, **Materials Science and Engineering A**, v. 371, pp. 283-290, 2004.

ZHOU, Y. L.; NIINOMI, M.; ALAHORI, T., Decomposition of martensite  $\alpha''$  during aging treatments and resulting mechanical properties of Ti-Ta alloys, **Materials Science and Engineering A**, v. 384, pp. 92-101, 2004.