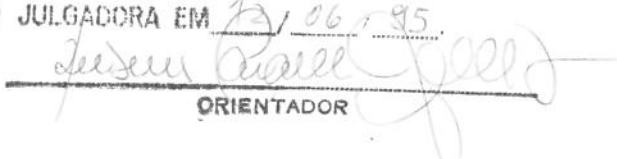


UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR VOLNEY MATTOS
DE OLIVEIRA E APROVADA PELA
COMISSÃO JULGADORA EM 12/06/95.


ORIENTADOR

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO:

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA
Ti-6Al-7Nb PARA APLICAÇÃO EM PRÓTESES
ORTOPÉDICAS**

Autor: Eng^o. Volney Mattos de Oliveira
Orientador: Prof. Dr. Rubens Caram Jr.

Campinas / 1995

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

Tese de Mestrado

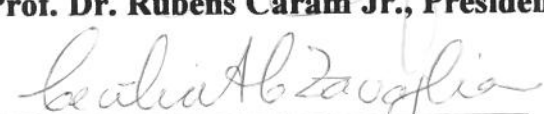
Título da Tese: ^{mt} **OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA Ti-6Al-7Nb
PARA APLICAÇÃO EM PRÓTESES ORTOPÉDICAS**

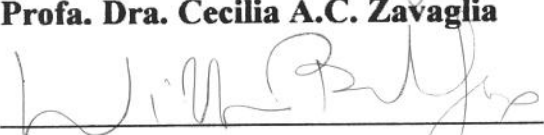
Autor: **Volney Mattos de Oliveira**

Orientador: **Prof. Dr. Rubens Caram Jr.**

Aprovado por


Prof. Dr. Rubens Caram Jr., Presidente


Profa. Dra. Cecilia A.C. Zavaglia


Prof. Dr. Willian Dias Belangero

Campinas/1995

BC
UNICAMP
40
26490
07/96
X
01/96

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

OL40

Oliveira, Volney Mattos de

Obtenção e caracterização da liga Ti-6Al-7Nb para
aplicação em próteses ortopédicas / Volney Mattos de
Oliveira. - - Campinas, SP: [s.n.], 1995.

Orientador: Rubens Caram Jr.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Ligas de titânio. 2. Biocompatibilidade.
3. Materiais biomédicos. I. Caram Jr., Rubens.
II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
Engenharia Mecânica. III. Título.

082873-2

Agradecimentos

Este trabalho se faz presente graças a colaboração das seguintes pessoas e instituições:

Ao Prof. Dr. Rubens Caram Jr. pela orientação durante todo o desenvolvimento deste trabalho.

À Prof. Dra. Cecília A. C. Zavaglia pelo esclarecimento de dúvidas, sugestões e empréstimos de equipamentos.

Aos Professores: Dr. Alberto Consolaro e Dr. Willian Dias Belangero pelo esclarecimento de dúvidas, sugestões e auxílio nos testes de biocompatibilidade.

Ao amigo Carlos Angelo Nunes pela fundição dos corpos de provas, sugestões e esclarecimentos de dúvidas.

À Sra. Rita Helena Buso Jacon e Claudia Souto Cattani Aoki pela grande ajuda na execução de ensaios e análises imprescindíveis a este trabalho.

Ao Sr. Laerte, José Luis, Emilcio, Carmem, Maria José, Daniel e Paulo por sua atenção e valiosa colaboração.

Aos colegas Fernando Cambiuci, Plínio, Ângelo, Wyser, Jaime, Valter, Otubo, Luis, Renato, Valdir, Rogério, Marina e Adriana pelo incentivo, sugestões e empréstimo de materiais durante este tempo de trabalho.

Aos demais colegas e técnicos da FEM-UNICAMP, pela colaboração no decorrer do trabalho e pela amizade compartilhada.

Aos Professores e funcionários da FEM-UNICAMP.

Ao CAPES pela concessão da bolsa.

Ao DEMa-FEM-UNICAMP.

A Faculdade de Odontologia de Bauru - USP.

Ao CEMAR (Centro de Materiais Refratários) de Lorena.

A Faculdade de Engenharia Mecânica de Guaratingueta - UNESP.

A todos que direta ou indiretamente colaboraram na elaboração deste trabalho.

A meus pais, Valdir e Deny e a minhas irmãs, Vania e Vani, que sempre me apoiaram no decorrer deste trabalho.

Resumo

O titânio puro, bem como suas ligas, apresenta características interessantes como alta relação resistência/peso, boa resistência à corrosão e elevada biocompatibilidade, o que torna o mesmo, apropriado para aplicações em implantes ortopédicos e odontológicos. Devido as suas propriedades mecânicas, o emprego do titânio puro se limita a aplicações onde as solicitações mecânicas não são elevadas, como é o caso dos implantes dentários. Em aplicações onde se exige elevado nível de resistência mecânica, como no implante de próteses totais de quadril, torna-se interessante o emprego das ligas de titânio, que apresentam características significativamente superiores as do titânio puro. A liga Ti-6Al-4V pode ser considerada como um exemplo dessa situação. Desenvolvida inicialmente para ser utilizada na indústria aero-espacial, tal liga alia boa conformabilidade mecânica, elevada resistência à fadiga e elevada resistência à corrosão, com bom grau de biocompatibilidade. Tais características contribuíram para o uso dessa liga, em larga escala, na confecção de próteses coxo-femorais. A liga Ti-6Al-4V é do tipo $\alpha+\beta$, onde a estabilização da fase α é obtida pela presença do alumínio, enquanto que a fase β é estabilizada com o uso do vanádio. Pesquisas recentes levaram à conclusão de que o vanádio pode, em certas situações, ser tóxico ao corpo humano. O desenvolvimento do presente trabalho está associado à obtenção e caracterização da liga Ti-6Al-7Nb, para ser aplicada na fabricação de próteses ortopédicas, onde o nióbio é utilizado na estabilização da fase β da liga, em substituição ao vanádio. O trabalho foi desenvolvido a partir da preparação de ligas com as composições: Ti-6Al-5Nb, Ti-6Al-7Nb, Ti-6Al-9Nb, Ti-6Al-4V. Após a obtenção das ligas, as mesmas foram conformadas a quente e caracterizadas em relação à microestrutura, à distribuição de soluto, a propriedades mecânicas, à biocompatibilidade e à resistência à corrosão. Nessa etapa de caracterização, comparou-se os resultados obtidos com ligas comerciais e com titânio puro. O desenvolvimento do trabalho mostra que a obtenção da liga Ti-6Al-7Nb envolve grau de dificuldades não elevado e também, que a mesma pode ser empregada na fabricação de próteses coxo-femorais.

Abstract

The titanium and titanium alloys, present interest in the properties how ratio high strength/weight, good corrosion resistance and high biocompatibilidade, what come back very well, suitable for use in orthopaedic and dentist implants. what is due your mechanical properties, the use of titanium if restrict in application where there is not high mechanical stress, how is the case of dentist implants. In application if require high mechanical resistance how in hip prostheses, return interesting the use of alloys titanium, who show characteristic very well higher the of titanium. The alloys Ti-6Al-4V is able well thought of how a example. Develop initial for to be use in the aerospace industry, such alloy have good mechanical formly, high resistance fatigue and high corrosion resistance, with good degree of biocompatible. This characteristics contribute for the use of are alloy, in large scale, in for processing a hip prostheses. The alloy Ti-6Al-4V is of type $\alpha+\beta$, where the stabilization of the phase α is obtain by presence of aluminium, while the phase β is stabilized cross of use of the vanadium. Researches have been the conclusion of that the vanadium is able, in sure situation, to be toxic in body. The development of the work this associate the obtain and characterize of the alloy Ti-6Al-7Nb, for to be use in processing a hip joint, while the niobium is use in stabilization of phase β of the alloy, in substitute of the vanadium. The work way develop the leave of the preparation of alloy while the composition: Ti-6Al-5Nb, Ti-6Al-7Nb, Ti-6Al-9Nb, Ti-6Al-4V. After the obtain of the alloys, the same were hor pressed and describe in relation the microstructure, the solute distribution, the mechanical properties, the biocompatible and the corrosion resistance. In this part of the characterization, compare if the result obtain with commercial alloys and with titanium. The development of the work indication what obtain of the alloy Ti-6Al-7Nb involve degree of the difficulty not high and also, what the same condition to be have use in processing a hip joint.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	01
1.1. Considerações Iniciais	01
1.2. Objetivos do Presente Trabalho	05
2. ASPECTOS METALÚRGICOS DAS LIGAS DE TITÂNIO	06
2.1. O Titânio	06
2.2. Ligas de Titânio	07
2.3. Classificação das Ligas de Titânio	09
2.4. Propriedades Mecânicas das Ligas de Titânio	15
2.5. Ligas de Titânio de $\alpha + \beta$	17
2.5.1. Liga Ti-6Al-4V	17
2.5.2. Liga Ti-6Al-7Nb	24
3. ASPECTOS FUNDAMENTAIS NA CONCEPÇÃO DE PRÓTESES COXO- FEMURAIS	25
3.1. Introdução	25
3.2. Interação entre Implantes e o Organismo	26
3.3. Considerações na Seleção de Biomateriais	28
3.4. Concepção de Próteses Coxo-Femurais	29
4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	35
4.1. Preparação das Ligas de Titânio	35
4.1.1. Fundição	35
4.1.2. Laminação	36
4.2. Análise Metalográfica	36
4.2.1. Microscopia Óptica	37
4.2.2. Microscopia Eletrônica de Varredura	37
4.3. Análise por Difração de Raios-X	37
4.4. Ensaio de Dureza e Microdureza	38
4.5. Ensaio de Tração	39

4.6. Ensaio de Biocompatibilidade	39
4.7. Ensaio de Corrosão	40
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	42
5.1. Considerações Iniciais	42
5.2. Análise Microestrutural	42
5.3. Análise Quantitativa e Qualitativa	54
5.4. Análise por Difração de Raios-X	56
5.5. Ensaio de Dureza	59
5.6. Ensaio de Tração	61
5.7. Ensaio de Biocompatibilidade	63
5.8. Ensaio de Corrosão	65
6. CONCLUSÕES	69
PERSPECTIVAS DE FUTUROS TRABALHOS	71
ÍNDICE DE FIGURAS E TABELAS	72
Índice de Figuras	72
Índice de Tabelas	74
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	76
ANEXOS	80
Anexo I	80

1. INTRODUÇÃO

1.1. Considerações Iniciais

Em função de seu desempenho incomparável, o corpo humano pode ser considerado como uma máquina de natureza perfeita em relação às máquinas convencionais, construídas pelo homem.

Infelizmente, seja resultado de acidentes ou mesmo de enfermidades, tal funcionamento pode ser interrompido, comprometendo, em certos casos, até a sobrevivência do indivíduo. Em considerável parcela de problemas observado nessas situações, a solução passa por tentativas de recuperação de partes do corpo através de implantes de materiais estranhos ao mesmo. Um caso típico e que exemplifica tal situação, ocorre quando há a necessidade de utilizar implantes ortopédicos na recomposição de funções exercidas por ossos e articulações.

A história dos implantes é bastante antiga. Um dos primeiros casos de implante relatados na literatura remonta ao século XVI e está relacionado ao emprego de placas de ouro na recuperação do osso palato. Dois séculos mais tarde ocorreu o primeiro caso de implante de fios metálicos, quando a prata foi utilizada com o objetivo de facilitar a recuperação de fraturas ósseas. [Zierold, 1924]; [Mears, 1979]

Apesar dessa inovação médica e do potencial que as operações de implante representavam, o entusiasmo dos cirurgiões da época chocava-se frontalmente com dois tipos de obstáculos: o alto índice de infecções e os problemas de rejeição, ambos resultantes da introdução de materiais estranhos ao corpo do paciente. [Zierold, 1924]; [Mears, 1979]

Pode-se afirmar que o estudo científico dos implantes foi iniciado em 1829, quando pela primeira vez analisou-se o efeito de fios metálicos no organismo de animais. Utilizando cães, observou-se a resposta do organismo aos metais ouro, prata, chumbo e platina. [Zierold, 1924]. Nessa investigação pioneira, constatou-se que a platina apresentava o melhor comportamento em termos de tolerância pelo organismo receptor. Pode-se afirmar que tal investigação foi a precursora dos estudos de biocompatibilidade existentes atualmente.

Se a tolerância a corpos estranhos por um organismo podia ser, mesmo de forma precária, prevista, o mesmo não ocorria com relação às infecções. As infecções após implantes, resultado das condições em que o paciente sofria as cirurgias, apenas começaram a ser compreendidas a partir da evolução da patologia celular. Tais avanços resultaram dos trabalhos desenvolvidos por Virchow, com a publicação do texto "Cellular Pathology" em

1857 e por Pasteur, com suas descobertas associadas aos microrganismos causadores de doenças e às inflamações. [Cohen, 1983]

A evolução dos implantes, bem como estudos sobre biocompatibilidade de metais no organismo humano tiveram impulso significativo durante a guerra civil americana. Os primeiros implantes empregados nessa época eram constituídos de metais nobre e de metais e ligas desenvolvidos para outros fins. A resposta do organismo, em função da presença de implantes metálicos ou de projéteis remanescentes no corpo de soldados, era, basicamente, associada à infecção por bactérias ou à irritação causada pela presença de materiais estranhos ao corpo.

Mais uma vez, conflitos militares foram responsáveis pelo desenvolvimento dos implantes em seres humanos. Nas primeiras décadas deste século, devido à 1ª Grande Guerra, as infecções começaram a ser controladas pelo contínuo aperfeiçoamento das técnicas de esterilização, que passaram ser rotina obrigatória em qualquer intervenção cirúrgica. Também, em função desta guerra, a metalurgia teve desenvolvimento significativo, e que resultou na concepção de novas ligas metálicas, como os aços inoxidáveis. Esses aços, devido à resistência à corrosão resultante da presença de níquel e cromo, foram amplamente empregados em próteses ortopédicas. O emprego de placas e parafusos para fixar ossos fraturados foi iniciado em 1920. Alguns anos mais tarde, com o desenvolvimento das ligas à base de cromo e de cobalto, os implantes metálicos tiveram novo impulso.

Na década de 40, novamente devido a conflitos militares, os implantes metálicos tiveram expansão bastante considerável, o que foi resultado principalmente do desenvolvimento da metalurgia e das técnicas cirúrgicas. Dentro dessa expansão enquadra-se o emprego de materiais metálicos na fabricação de articulações entre ossos. Em relação ao titânio, o primeiro implante do mesmo foi realizado em 1951 e envolvia o emprego desse metal, puro, na confecção de placas e parafusos usados na fixação de ossos fraturados. [Semlistch, 1986]. Atualmente, diversas regiões do corpo humano podem ser reparadas, com suas funções recuperadas, com a utilização de implantes protéticos, como ilustra figura 1.1.

O titânio puro tem excelente resistência à corrosão e por isso tem aplicação na fabricação de implantes. Como as propriedades mecânicas desse metal (resistência à tração, à compressão, a flexão e a fadiga) não são consideradas as ideais, com o objetivo de melhorá-las, atualmente, esses implantes são confeccionadas a partir de ligas de titânio. O emprego pioneiro de ligas de titânio foi executado na antiga União Soviética, em 1959. Nessa ocasião foi utilizada a tradicional liga Ti-6Al-4V, que devido as suas excepcionais propriedades mecânicas, foi usada na fabricação de próteses ortopédicas. A liga Ti-6Al-4V, exibe como característica principal o fato de ter boa trabalhabilidade a quente e ótimas

propriedades mecânicas em baixa temperatura, resultante da estabilização de fases em temperaturas apropriadas. Apesar de intensamente utilizada ainda hoje em implantes metálicos, próteses constituídas por essa liga, formam em suas superfícies, óxido de vanádio. Esse óxido, por ser termodinamicamente instável, é considerado tóxico ao corpo humano, conforme estudos realizados no final dos anos 70. [Semlistch,1992].

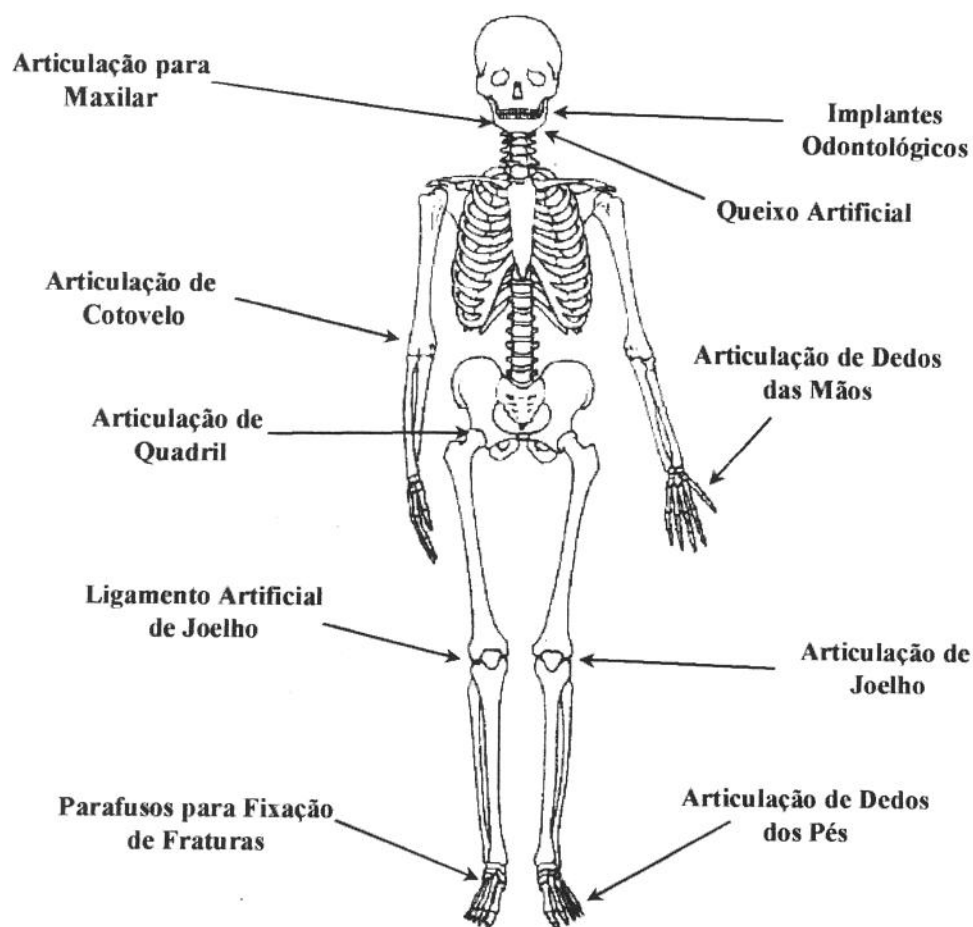


Figura 1.1 - Exemplos de utilização de próteses no corpo humano. [Adaptado de Zavaglia, 1993]

O vanádio é um metal biologicamente ativo e que tem sido utilizado terapeuticamente no tratamento de infecções. Um dos problemas observados no emprego da liga Ti-6Al-4V refere-se ao acúmulo de vanádio, provocado pela degradação da liga em decorrência de desgaste da prótese. [Scales, 1991]

A presença de compostos de vanádio no organismo resultam, principalmente, na irritação do sistema respiratório. Quando o organismo é submetido a exposição prolongada ao vanádio, os pulmões podem ser afetados. No entanto, relatos sobre os efeitos desse metal no organismo, geralmente, envolvem controvérsias. Existem relatos de reações agudas, mas jamais crônicas. A primeira descrição dos efeitos tóxicos do vanádio no corpo humano foi relativa a polycythemia, seguido de destruição de glóbulos vermelhos e anemia. Além disso, como efeitos adicionais, o vanádio pode provocar a perda do apetite, a palidez, o emagrecimento, a presença de albumina na urina e a hematuria (eliminação de sangue pela urina). [Sax, 1975]

A procura por materiais alternativos às ligas contendo vanádio levou à pesquisa e ao desenvolvimento de inúmeras novas ligas. No caso de ligas de titânio, tais desenvolvimentos objetivavam encontrar elementos que possibilitassem estabilizar as fases α e β do titânio, adequadamente, e ainda que fossem considerados inertes ao organismo.

Uma das ligas que têm despertado grande interesse no campo dos biomateriais ligados às próteses ortopédicas, relaciona-se a de composição Ti-6Al-7Nb. Essa liga, que contém alumínio para estabilizar a fase α e nióbio para estabilizar a fase β , foi inicialmente investigada em 1978. Mais tarde, em 1984, estudos concluíram que a composição adequada para a estabilização de fases deveria envolver 6% em peso de Al e 7% em peso de Nb. A partir dessa definição, essa nova liga passou a ser manufaturada em inúmeros tipos de dispositivos ortopédicos aplicados nas próteses totais de quadril, para ter uso clínico a partir de 1986. A produção e comercialização em escala dessa liga, na forma de produtos semi-acabados, com a designação de IMI-367, foram iniciadas em 1990, pela empresa IMI Titanium Ltd., de Birmingham - Inglaterra. [Semlitsch, 1990]

A definição de que essa liga seria a mais indicada para substituir aquela que contém vanádio, em aplicações envolvendo implantes ortopédicos, passou por inúmeros estudos, onde essa liga foi amplamente comparada com outra, de composição Ti-6Al-6Nb-1Ta. Ambas as ligas, a de composição Ti-6Al-7Nb e a de composição Ti-6Al-6Nb-1Ta, exibem características semelhantes. Entretanto, em termos de propriedades mecânicas, a primeira tem vantagens em relação à segunda, conforme mostra a tabela 1.1.

Dentro desse quadro, conclui-se que seria bastante interessante desenvolver, dentro do país, tecnologia que permitisse obter material adequado para a fabricação de próteses utilizadas na recuperação do quadril.

Tabela 1.1 - Propriedades mecânicas das liga Ti-6Al-7Nb e Ti-6Al-6Nb-1Ta, conformadas a quente. [Semlitsch, 1987]

Propriedades Mecânicas	Ti-6Al-7Nb	Ti-6Al-6Nb-1Ta
Resistência Mecânica (MPa)	1056-1063	906-969
Limite de Escoamento (MPa)	952-986	862-910
Alongamento (%)	14-15	11-16
Redução em Área (%)	44-48	44-51
Resistência à Fadiga em Rotação (MPa)	590-610	580-620

1.2. Objetivos do Presente Trabalho

Com o propósito de se ampliar as opções de materiais empregados em próteses ortopédicas, dimensionou-se como objetivo principal do presente trabalho, o estudo dos aspectos ligados à obtenção, processamento e caracterização da liga Ti-6Al-7Nb. Como objetivos específicos, o trabalho envolveu os seguintes itens:

- a. Obtenção da liga Ti-6Al-7Nb em forno de fusão a arco;
- b. Conformação a quente da liga no estado bruto de fusão, para obtenção de características microestruturais adequadas ao objetivo do presente trabalho;
- c. Análise microestrutural da liga no estado bruto de fusão e conformada a quente;
- d. Análise das propriedades mecânicas da liga após a conformação a quente;
- e. Análise das fases estabilizadas por difração de raios-X;
- f. Análise de biocompatibilidade da liga conformada a quente;
- g. Análise da resistência à corrosão da liga conformada a quente.

2. ASPECTOS METALÚRGICOS DAS LIGAS DE TITÂNIO

2.1. O Titânio

Apesar de ser considerado um elemento raro, o titânio ocupa o nono lugar na ordem de abundância de elementos na crosta terrestre, sendo o quarto metal mais abundante. As jazidas de exploração economicamente viáveis de titânio não são encontradas com frequência, pois esse metal encontra-se distribuído quase que uniformemente pela crosta terrestre, o que dificulta sobremaneira a sua extração. Seus principais minérios são o rutilo (TiO_2) e o ilmenito (FeTiO_3), dos quais se extrai o titânio metálico através de complexas operações. Na temperatura ambiente, o titânio revela ser bastante frágil, tornando-se dúctil quando aquecido. [Collings, 1983]

O titânio foi descoberto em 1789 por W. Gregor (Inglaterra), que lhe deu o nome de menacanita. Alguns anos mais tarde, M. H. Klaproth (Alemanha) descobriu um novo metal contido no rutilo e o denominou titânio. Mais tarde, concluiu-se que os metais descobertos por Klaproth e Gregor eram o mesmo metal. Como o nome titânio já havia sido adotado internacionalmente, o mesmo foi conservado. [Collings, 1983]

A aplicação comercial do titânio foi iniciada na década de 50, estimulada pelo desenvolvimento da indústria aeronáutica/espacial. Inicialmente, o emprego do titânio visava a substituição de ligas de alumínio ou a fabricação de componentes submetidos a temperaturas elevadas. [Collings, 1983]

Tabela 2.1 - Propriedades mecânicas do titânio puro. [Black, 1988], [Semlitsch, 1987]

Tensão limite de escoamento (MPa)	485
Tensão limite de resistência (MPa)	550
Alongamento (%)	15
Módulo de Elasticidade (GPa)	100

Uma das características mais interessantes do titânio está associada a suas transformações alotrópicas. O titânio puro, da temperatura ambiente até $882,5^\circ\text{C}$, exibe estrutura cristalina do tipo hexagonal compacta (hc) e em tal faixa, esta estrutura é denominada de fase α (figura 2.1). Em $882,5^\circ\text{C}$ o titânio sofre transformação alotrópica e

passa a apresentar estrutura cúbica de corpo centrado (ccc), conhecida como fase β . Em 1.672°C o titânio se funde e sua ebulição ocorre na temperatura de 3.260°C . [Collings, 1983], [Shackelford, 1990]

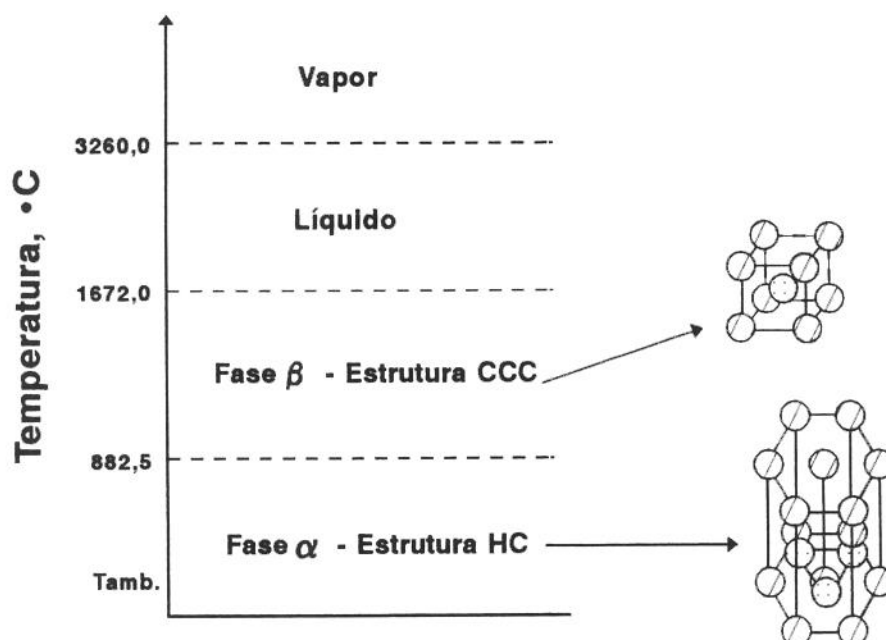


Figura 2.1 - Transformações alotrópicas do titânio puro. [Collings, 1983], [Shackelford, 1990]

2.2. Ligas de Titânio

O principal objetivo da adição de elementos de liga ao titânio está associado à mudança de equilíbrio termodinâmico das fases α e β . Através de tratamentos térmicos ou termomecânicos, pode-se obter grandes variações microestruturais, alterando-se significativamente suas propriedades. A adição de alguns elementos ao titânio puro altera a temperatura e a estabilidade das formas alotrópicas desse elemento. Alguns elementos resultam na estabilização da fase α , aumentando a temperatura de transformação alotrópica, enquanto outros estabilizam a fase β , diminuindo a temperatura desta transformação. [Collings, 1983]

Os elementos que estabilizam a fase α , chamados de elementos alfa-gênicos, são os metais simples dos grupos IIIA e IVA (Al, Ga, Sn) e os elementos intersticiais H, C, N e O. Os elementos estabilizadores da fase β , chamados de elementos beta-gênicos, são os metais

de transição V, Nb, Mo, Mg, Cu, Cr, Fe e os metais nobres, isto é, os metais com afinidade com o Ti e que apresentam a banda de elétron "d" (subnível "d") não-ocupada ou parcialmente ocupada. [Mei, 1988], [Collings, 1983]

O titânio tem grande afinidade pelos elementos hidrogênio, carbono, nitrogênio e oxigênio, todos formadores de soluções sólidas intersticiais. A presença destes elementos tende a aumentar a dureza e a resistência mecânica. Uma vez que o oxigênio é, normalmente, o elemento intersticial mais importante em termos de alteração das características mecânicas do titânio, é comum expressar o efeito total destes elementos intersticiais como "oxigênio equivalente". É importante observar que efeitos benéficos do oxigênio nas propriedades do titânio deixam de existir acima de 300°C. [Mei, 1988]

Como estes elementos intersticiais reduzem a tenacidade do titânio e suas ligas, tanto à temperatura ambiente, como a baixas temperaturas, aplicações onde existe elevado nível de solicitação mecânica exigem o emprego de ligas do tipo ELI ("extra-low intersticial"), com teores de elementos intersticiais extremamente baixos. Além disso, a elevada solubilidade do oxigênio resulta em outro problema peculiar no processamento do titânio e suas ligas. Ao lado da oxidação superficial, normalmente esperada, o oxigênio se difunde em uma camada superficial, endurecendo-a por solução sólida.

As principais características do titânio e dos elementos das ligas Ti-Al-V e Ti-Al-Nb são exibidos na tabela 2.2. [Mei, 1988]

Tabela 2.2 - Principais características dos elementos de liga adicionados nas ligas de titânio Ti-Al-V e Ti-Al-Nb. [Shackelford, 1990], [Van Vlack, 1984]

Elemento	Alumínio (Al)	Titânio (Ti)	Vanádio (V)	Nióbio (Nb)
Número Atômico	13	22	23	41
Massa Atômica (g/mol)	26,98	47,90	50,94	92,91
Ponto de Fusão (°C)	660,4	1672	1910	2469
Ponto de Ebulição(°C)	2450	3260	3450	3300
Densidade (g/cm ³)	2,70	5,41	6,09	8,58
Estrutura Cristalina a 20°C	CFC	HC	CCC	CCC
Raio Atômico (nm)	0,143	0,146	0,132	0,143
Valência (mais comum)	+ 3	+ 4	+ 4	+ 4

Tabela 2.3 - Efeito de elementos na transformação alotrópica $\alpha - \beta$ no titânio. [Collings, 1983], [Savrun, 1989]

Elemento	Tipo de Estabilizador	Efeito
Al	α	Aumenta temperatura de transição $\alpha - \beta$
O	α	Aumenta temperatura de transição $\alpha - \beta$
C	α	Aumenta temperatura de transição $\alpha - \beta$
N	α	Aumenta temperatura de transição $\alpha - \beta$
V	β	Reduz temperatura de transição $\alpha - \beta$
Mo	β	Reduz temperatura de transição $\alpha - \beta$
Mg	β	Reduz temperatura de transição $\alpha - \beta$
Cu	β	Reduz temperatura de transição $\alpha - \beta$
Cr	β	Reduz temperatura de transição $\alpha - \beta$
Fe	β	Reduz temperatura de transição $\alpha - \beta$

2.3. Classificação das Ligas de Titânio

Na literatura, diversas formas de classificação das ligas de titânio podem ser encontradas e dentre as mesmas pode-se listar as seguintes:

a. De Acordo com a Microestrutura:

Ligas α

Ligas $\alpha + \beta$

Ligas β

b. De Acordo com as Linhas de Transformação Martensítica:

Ligas α

Ligas near- α

Ligas $\alpha + \beta$

Ligas near- β

Ligas β

c. De Acordo com suas Propriedades:

Ligas resistentes à corrosão

Ligas estruturais

2.3.a. De Acordo com a Microestrutura

Ligas α

O Ti puro, bem como as ligas de titânio contendo elementos estabilizadores da fase α , individualmente ou combinados, apresentam, à temperatura ambiente, estrutura cristalina do tipo "hc" e são classificadas como ligas α .

Estas ligas caracterizam-se por níveis satisfatórios de resistência mecânica, tenacidade, resistência à fluência e soldabilidade. Além disso, a ausência de uma transformação dúctil-frágil, um fenômeno tipicamente observado em estruturas cristalinas "ccc", tornam as ligas α apropriadas para aplicações criogênicas. [Collings, 1983]

Ligas $\alpha + \beta$

Existem ligas cuja composição leva à existência, na temperatura ambiente, de uma mistura das fases α e β , coexistindo em equilíbrio. Estas ligas são designadas de ligas $\alpha + \beta$, e são constituídas das fases α e β estabilizadas.

Uma das ligas de titânio mais estudadas e com emprego industrial bastante significativo é a liga Ti-6Al-4V, cuja característica principal está associada ao fato de ser do tipo $\alpha + \beta$. Ainda que esta liga seja difícil de se conformar, em certas condições, a mesma apresenta boa trabalhabilidade, bem como alta resistência à temperatura ambiente e moderada resistência em altas temperaturas.

Na temperatura ambiente, as ligas do tipo $\alpha + \beta$ podem conter entre 10% a 50% (em volume) da fase β . Quando tal volume passa de 20%, a soldabilidade das mesmas torna-se comprometida.

As propriedades das ligas $\alpha + \beta$ podem ser controladas por tratamento térmico, que é usado para o ajuste da microestrutura através do controle da precipitação da fase β , que pode ficar retida, transformar-se em estruturas martensíticas α^m (α' e α'') ou então, transformar-se alotropicamente na fase α . [Collings, 1983]

Ligas β

Como mencionado anteriormente, a adição de solutos de metais de transição em ligas de titânio estabiliza a fase β de estrutura cristalina "ccc". Deste modo, todas as ligas β contêm adições, em grandes quantidades, de um ou mais dos chamados formadores de " β isomorfos": V, Nb, Ta (grupo V - metais de transição) e Mo (grupo VI - metais de transição). A estabilidade da fase β em sistemas binários pode ser obtida facilmente e uma prova disso é a existência da liga Ti-Mo, onde a fase β apresenta-se estabilizada.

Dentre as ligas comerciais do tipo β , uma das mais interessantes é a Ti-11,5Mo-6Zr-4,5Sn, que é facilmente conformada. Além dessa liga, as ligas Ti-15Mo-5Zr e Ti-15Mo-3Zr-3Al são do tipo β e exibem elevado grau de importância comercial.

Estas ligas contudo, são propensas à fratura, por apresentarem transição dúctil-frágil e por serem ligas de estrutura cristalina "ccc", são impróprias para aplicações em baixas temperaturas. No entanto, são ligas para trabalho a frio, com alta conformabilidade, endurecem por tratamento térmico e são preferidas quando resistência elevada é necessária a temperaturas relativamente baixas. [Collings, 1983]

2.3.b. De Acordo com as Linhas de Transformação Martensítica

Esta classificação é a mais ampla dentro das ligas de titânio, sendo feita com referência as linhas de transformação martensítica inicial e final, que, em geral, são muito próximas ou quase coincidentes. As ligas de titânio que exibem transformação martensítica podem ser divididas em cinco classes, em função da retenção das fases α e β , à temperatura ambiente, como mostra a figura 2.2. [Flower, 1990]

Ligas α

São ligas cuja composição, à temperatura ambiente, não exibem retenção da fase β , mesmo na forma metaestável. A presença de elementos estabilizadores de α , como os elementos intersticiais e/ou de metais simples, como solutos na matriz de titânio, elevam as linhas de transformação $\alpha/\alpha+\beta$ e $\alpha+\beta/\beta$. Tal fenômeno faz com que, mesmo que a liga seja resfriada na faixa de temperatura do campo $\alpha+\beta$, a porção de fase β existente exiba composição associada à região à esquerda da linha M_i/M_f , na temperatura ambiente. Isto resulta na instabilidade termodinâmica da fase β na temperatura ambiente, o que leva a mesma a se transformar em fases α .

As ligas α , por não apresentarem transformação martensítica, não são tratáveis termicamente. Assim, só é possível alterar suas propriedades mecânicas através da mudança na quantidade de estabilizadores α , que causam endurecimento por solução sólida.

Com relação às propriedades mecânicas, estas ligas caracterizam-se por apresentarem boa resistência mecânica, tenacidade, resistência à fluência e soldabilidade, entretanto, são de difícil conformabilidade. Por não apresentarem transição dúctil-frágil e apresentarem estrutura cristalina "hc", são apropriadas para aplicações criogênicas.

Quanto ao aspecto microscópico, essas ligas podem apresentar dois aspectos típicos de microestruturas: grãos equiaxiais de α quando resfriadas a partir do campo α , ou então, grãos muito grandes de α (β -transformado), quando resfriadas a partir do campo β . Desta forma, a morfologia microestrutural destas ligas depende da composição e da taxa de resfriamento. Como exemplo de liga α , pode-se citar a liga Ti-5Al-2,5Sn, que é utilizada em aplicações criogênicas e na indústria química. [Flower, 1990]

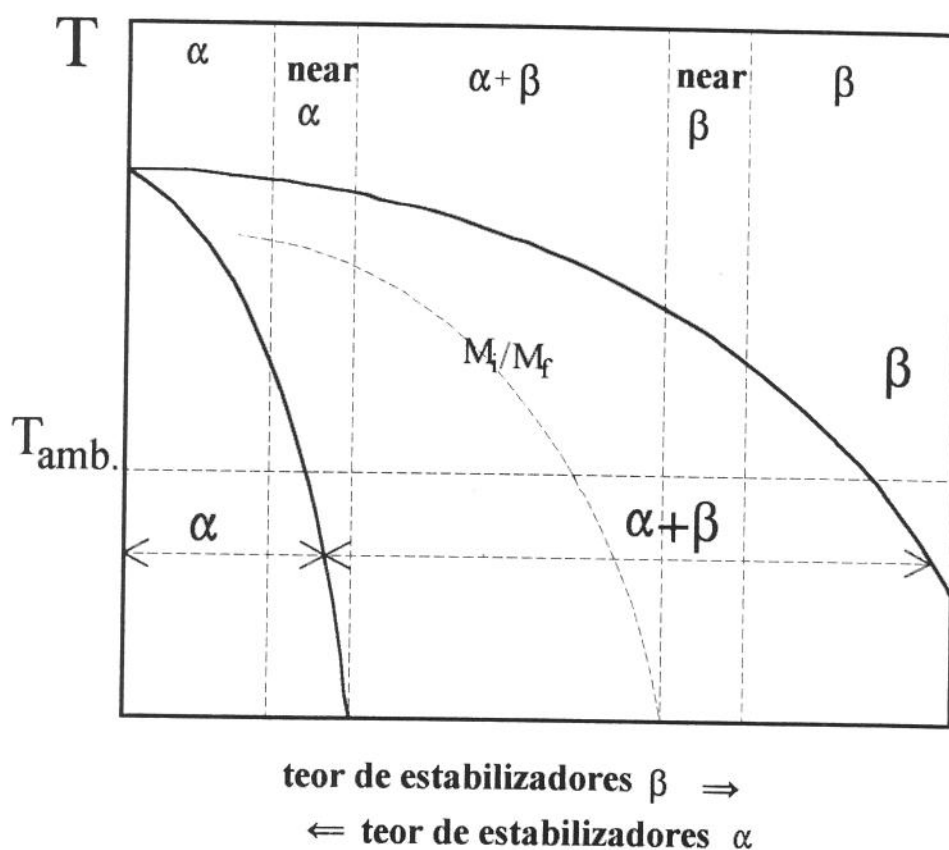


Figura 2.2 - Parte do diagrama de fases de ligas de titânio contendo estabilizadores α e β . [Flower, 1990]

Ligas near- α

As ligas near- α (ou "lean"- α , ou super- α), são semelhantes às ligas α e contêm elementos estabilizadores da fase α . Entretanto, possuem, em pequenas quantidades, elementos estabilizadores de β , que aumentam o campo $\alpha + \beta$ o suficiente para permitir que uma pequena quantidade de fase β , em equilíbrio metaestável, possa ser retida na temperatura ambiente. Tal fato permite a ocorrência de transformação martensítica de β em α' (que é uma fase martensítica da estrutura cristalina "hc"), dentro de uma faixa muito limitada, obtida com altas taxas de resfriamento, a partir do campo $\alpha + \beta$. Em relação às propriedades mecânicas, as ligas near- α apresentam comportamento ligeiramente superior ao das ligas α , com destaque para a resistência à fluência e à soldabilidade, particularmente quando contêm teores de silício. São indicadas para componentes empregados em temperaturas muito elevadas (acima de 600°C).

Quanto ao aspecto microscópico, a morfologia de suas microestruturas depende também da taxa de resfriamento, composição e temperatura de recozimento. Para ligas

resfriadas da região β (aproximadamente 1.100°C) em óleo, ou mesmo, em condições pouco menos severas, um pequeno volume de β metaestável fica retido nos contornos dos grãos de α . Em ligas tratadas no campo $\alpha+\beta$, verifica-se um volume ainda menor de β e quando ocorre transformação martensítica, pode-se observar a presença de α' nos contornos de α .

As ligas near- α mais comuns, como as ligas Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo/Si (Ti-6242), Ti-5,5Al-3,5Zr-3Sn-1Nb-0,25Mo-0,3Si (IMI 829) e Ti-5,5Al-4Sn-3,5Zr-0,8Nb-0,5Mo-0,3Si-0,06C (IMI 834), apresentam razoável forjabilidade e são empregadas na produção de componentes para motores aeronáuticos e automotivos. [Flower, 1990]

Ligas $\alpha+\beta$

A composição química das ligas $\alpha+\beta$ visa ampliar significativamente o campo de estabilidade da fase $\alpha+\beta$, trazendo-o até a temperatura ambiente. Para isso, possuem estabilizadores das fases α e β em teores apropriados. Com relação as linhas M_i e M_f (isto é, fora do equilíbrio), verifica-se através da figura 2.2 que a faixa de composição de β para a qual ocorre retenção de β e de estruturas martensíticas α^m (α' e α''), é muito pequena. No resfriamento rápido, a fase β pode ser transformada completamente em martensita ou ficar retida na forma metaestável. A fase metaestável pode conter o precipitado ω que se forma atermicamente durante o resfriamento.

A estabilidade das fases α e β à temperatura ambiente, para uma mesma composição química, permite obter uma variedade muito grande de microestruturas através de tratamentos térmicos. Com relação as suas propriedades, as ligas $\alpha+\beta$ são as mais versáteis dentre as ligas de titânio, por combinarem propriedades das fases α e β e serem tratáveis termicamente. Possuem boa resistência mecânica em qualquer faixa de temperatura acima da ambiente, boas condições de conformabilidade e usinabilidade, razoável soldabilidade, ótima relação resistência/peso, além da boa resistência à corrosão.

A liga Ti-6Al-4V (IMI 318), que é a mais empregada dentre as ligas de titânio, pertence a esta classe. Ela é utilizada nas mais diversas áreas da engenharia, desde estruturas aeronáuticas até próteses ortopédicas. [Collings, 1983], [Flower, 1990]

Ligas near- β

São ligas com elementos estabilizadores da fase β (metais de transição) em quantidade suficiente para que as linhas de transformação martensítica passem abaixo da temperatura ambiente e para que a linha $\beta/\alpha+\beta$ transus fique bem abaixo da temperatura de transformação alotrópica do titânio puro. Estas ligas podem ainda, apresentar baixos teores de solutos estabilizadores da fase α . A cinética de nucleação e crescimento da fase estável α

é muito baixa, permitindo a manutenção da fase β metaestável à temperatura ambiente, mesmo sem resfriamento rápido.

No entanto, se estas ligas estiverem sendo deformadas, a temperatura desta transformação alotrópica passará a estar acima da temperatura ambiente, ou seja, a linha da transformação por deformação (M_d), ocorrerá acima da temperatura ambiente, possibilitando, assim, o aparecimento da estrutura martensítica por trabalho mecânico à temperatura ambiente. As ligas near- β são tratáveis termicamente por envelhecimento dentro do campo $\alpha+\beta$, podendo ocorrer a formação da fase ω metaestável e reversão da estrutura martensítica obtida por deformação. Essas ligas podem ser temperadas ou, simplesmente, apresentar uma mistura estável de α e β , com a fase α precipitando-se no contorno de grão de β .

É nesta classe de ligas que se verificam os maiores níveis de resistência mecânica. Estas ligas tem boa conformabilidade, mas baixa soldabilidade. São frágeis em temperaturas criogênicas e não são indicadas para uso acima de 350°C, pois a fase β não permite alta resistência à fluência. Dentro desta classe, destaca-se a liga Ti-10V-2Fe-3Al (Ti-10-2-3) pela sua boa forjabilidade, apresentando, ainda, ótima relação resistência/peso em comparação às ligas comerciais de Titânio. É utilizada na fabricação de componentes estruturais forjados do Boeing 757 e 737-300. Devido a sua limitada estabilidade térmica, determinada pela rápida difusividade do ferro e do vanádio no titânio, é restrita a aplicações que envolvam temperaturas de exposição inferiores a 200°C. [Flower, 1990], [Savrun, 1989]

Ligas β

A princípio, as ligas β exibem concentrações muito altas de solutos estabilizadores da fase β , apresentando somente esta fase em equilíbrio termodinâmico à temperatura ambiente. Após tratamentos térmicos convencionais, devido à baixa cinética de nucleação e crescimento da fase α , teoricamente não existe possibilidade de ocorrência de α ou $\alpha+\beta$, predominando a fase β metaestável. Na prática, nas ligas β comerciais, existe sempre algum grau de precipitação de α durante o envelhecimento. [Flower, 1990]

As ligas β são indicadas para trabalho a frio, com alta conformabilidade. Apresentam boa resistência mecânica (superior as ligas α), principalmente até 350°C, mas não são indicadas para aplicações em baixa temperatura por apresentarem transição dúctil-frágil, como outros metais de estrutura cúbica de corpo centrado.

A primeira liga β a ser comercializada foi a Ti-13V-11Cr-3Al, desenvolvida em 1952 com o objetivo de combinar propriedades como alta relação resistência/peso e

conformabilidade, tendo sido empregada no avião de reconhecimento Lockheed SR-71 Blackbird. [Froes, 1985]

2.3.c. De Acordo com as Propriedades

As ligas de Titânio são também descritas na literatura, de forma genérica, através de duas classes principais: quanto à resistência à corrosão e associadas a aplicações estruturais.

Ligas resistentes à corrosão

Na classe das ligas resistentes à corrosão encontram-se, basicamente, o titânio comercialmente puro e as ligas α , que são empregadas em ambientes quimicamente agressivos e/ou de elevada temperatura. Por apresentarem somente a fase α em equilíbrio, estas ligas têm, ainda, boa soldabilidade e fácil adaptação aos processos de fabricação, como usinagem e fundição. [Kahles, 1985]

Ligas estruturais

As ligas estruturais são aquelas em que o comportamento mecânico pode ser otimizado com a presença da fase β metaestável, que ocorre nas ligas near- α , $\alpha+\beta$, near- β e β . De forma aproximada, as ligas resistentes à corrosão representam 25% das ligas de titânio comercializada nos E.U.A., sendo o restante representado pelas ligas estruturais. A liga Ti-6Al-4V é responsável por 60% da demanda total em tal mercado. [Kahles, 1985]

2.4. Propriedades Mecânicas das Ligas de Titânio

As propriedades mecânicas de maior interesse em ligas de titânio correspondem à resistência mecânica, à ductilidade e à tenacidade. A microestrutura metalúrgica dessas ligas afeta, de forma significativa, o comportamento mecânico da mesma.

2.4.a. Resistência Mecânica

O limite de resistência à tração das ligas de titânio pode variar desde 500 MPa, para o caso do titânio comercialmente puro, até 1.500 MPa para ligas β endurecidas; para as ligas intermediárias $\alpha+\beta$ tem-se um valor em torno de 900 a 1.300 MPa. [Flower, 1990]

Os aspectos microestruturais que mais influenciam o limite de resistência à tração estão associados com processos de envelhecimento por precipitação da fase β , ou têmpera martensítica. Ainda que o encruamento da fase β seja o caminho mais efetivo para um incremento de resistência, a têmpera martensítica pode resultar em um substancial incremento de resistência. Por exemplo, as ligas $\alpha+\beta$, tipo IMI 550, quando temperadas em

água no campo $\alpha+\beta$, a partir de uma temperatura de 500°C, apresentam um acréscimo em 25% na resistência mecânica, em relação a um material resfriado no ar. [Flower, 1990]

No forjamento de uma secção espessa, em que esta possua uma velocidade crítica de resfriamento para a formação da martensita, a mesma não poderá ser realizada igualmente ao longo da secção inteira. Devido à espessura ser grande, haverá diferenças de temperatura ao longo da secção em função da espessura. Estas diferenças de temperatura resultarão também, em diferenças na transformação da martensita ao longo da espessura da secção, conseqüentemente, a resistência irá variar em função da espessura da secção.

As ligas β possuem maior endurecibilidade pelo fato da taxa de resfriamento requerida para induzir a transformação por difusão de β ser menor. Portanto, a fase β pode ser retida em secções mais espessas, e o endurecimento produzido é mais uniforme ao longo da secção e, conseqüentemente, a distribuição da resistência com a espessura da secção.

O aspecto microestrutural, particularmente, o relativo à soma das fases $\alpha+\beta$ presentes, também afeta a resistência. Apenas uma fração da fase presente é necessariamente relativo à composição química, devendo, portanto, ser levado em consideração também o grau da homogeneidade da distribuição dos solutos nas fases e a estabilidade da fase β , e cada um destes fatores a mais devem ser considerados. [Flower, 1990]

2.4.b. Ductilidade

O aspecto de maior influência na ductilidade está ligado à variação microestrutural resultante ao se processar a liga no campo β ao invés do campo $\alpha+\beta$. Para as ligas processadas no campo $\alpha+\beta$, a redução de área na fratura é reduzida para a metade em relação às ligas processadas no campo β . Isto reflete o substancial aumento no tamanho microestrutural no conjunto de microestruturas como um todo, resultando num rápido crescimento de grão no campo β . Estudos sobre deformação plástica das ligas $\alpha+\beta$ mostram que ao se eliminar os vazios da nucleação, aumenta-se a ductibilidade, o que é obtido da redução no tamanho de grão. [Flower, 1990]

2.4.c. Tenacidade à Fratura

Para uma ampla faixa de ligas de titânio, a tenacidade à fratura pode ser aumentada por um tratamento da fase β para uma dada microestrutura que contenha uma morfologia de plaquetas α . No entanto, a tenacidade à fratura nestas ligas esta mais relacionada com a trajetória da fratura associada com a microestrutura e com a alta incidência de múltiplas fissuras, do que quando compara-se apenas com o processamento da fase $\alpha+\beta$.

As interfaces α/β são importantes no curso da fratura. Porém, as vantagens que se obtém do processamento em β são perdidas se a velocidade de resfriamento é

suficientemente alta para produzir martensita, que está associada com a baixa tenacidade: resfriamento ao ar ou têmpera em óleo (para ligas near- α) são comumente empregados industrialmente.

Quando as plaquetas de α formam colônias de orientação paralela, fraturas podem rapidamente cruzar a colônia e as interfaces entre as plaquetas não são eficientes para deter a fratura. O desvio da fratura irá ocorrer apenas quando houver um desvio de uma colônia para outra. [Flower, 1990]

2.5. Ligas de Titânio $\alpha + \beta$

2.5.1. Liga Ti-6Al-4V

À temperatura ambiente, a liga Ti-6Al-4V consiste de uma mistura alotrópica de duas fases: a fase α (hexagonal compacta) estabilizada pelo alumínio e a fase β (cúbica de corpo centrado) estabilizada pelo vanádio. Acima de 1.000°C esta liga apresenta uma única fase, a fase β . A fase α é estável apenas em baixas temperaturas. Na temperatura ambiente esta liga apresenta entre 9% a 12,5% da fase β . [Semlith, 1985], [Semlith, 1987]

Esta liga $\alpha+\beta$ apresenta uma relação propriedades/microestrutura muito particular, pois suas propriedades são muito influenciadas pela morfologia, proporções relativas e distribuição das fases α e β . A liga Ti-6Al-4V, quando forjada à quente e recozida, pode levar à formação de uma mistura de fase α equiaxial distribuída na matriz β , apresentando resistência à fadiga da ordem de 500 a 650 MPa (10^7 ciclos). [Brooks, 1982], [Collings, 1983].

A Liga Ti-6Al-4V pode ser considerada como derivada do titânio puro, pois têm a adição do alumínio, que está associada com a obtenção de um reforço da solução além de produzir um aumento da linha transus $\beta/(\alpha+\beta)$ conforme figura 2.2. Além disso, tem a adição do V para baixar a linha transus $(\alpha+\beta)/\alpha$ conforme figura 2.2. [Collings, 1983]

No sistema Ti-Al, a região de existência das fases $\alpha+\beta$ é limitada a altas temperaturas. Por exemplo, a liga Ti-6Al exibe as transformações $\beta/(\alpha+\beta)$ e $(\alpha+\beta)/\alpha$ em 1.010°C e 970°C, respectivamente. A adição de V, mantendo-se constante a quantidade de Al, apesar de ter pequena influência na posição da linha transus $\beta/(\alpha+\beta)$, produz rápido decréscimo na linha transus $(\alpha+\beta)/\alpha$. Tais efeitos são mostrados na figura 2.3, onde observa-se a evolução da temperatura de transformação com a quantidade de V, para duas composições de Al.

Na figura 2.4, tem-se o caso oposto: apresenta-se a evolução da temperatura de transformação com a quantidade de Al, para quatro valores fixos de V. A clássica liga Ti-

6Al-4V está contida neste sistema e os estados de equilíbrio da mesma, em várias temperaturas, são mostrados através de um ponto na figura 2.5. [Collings, 1983]

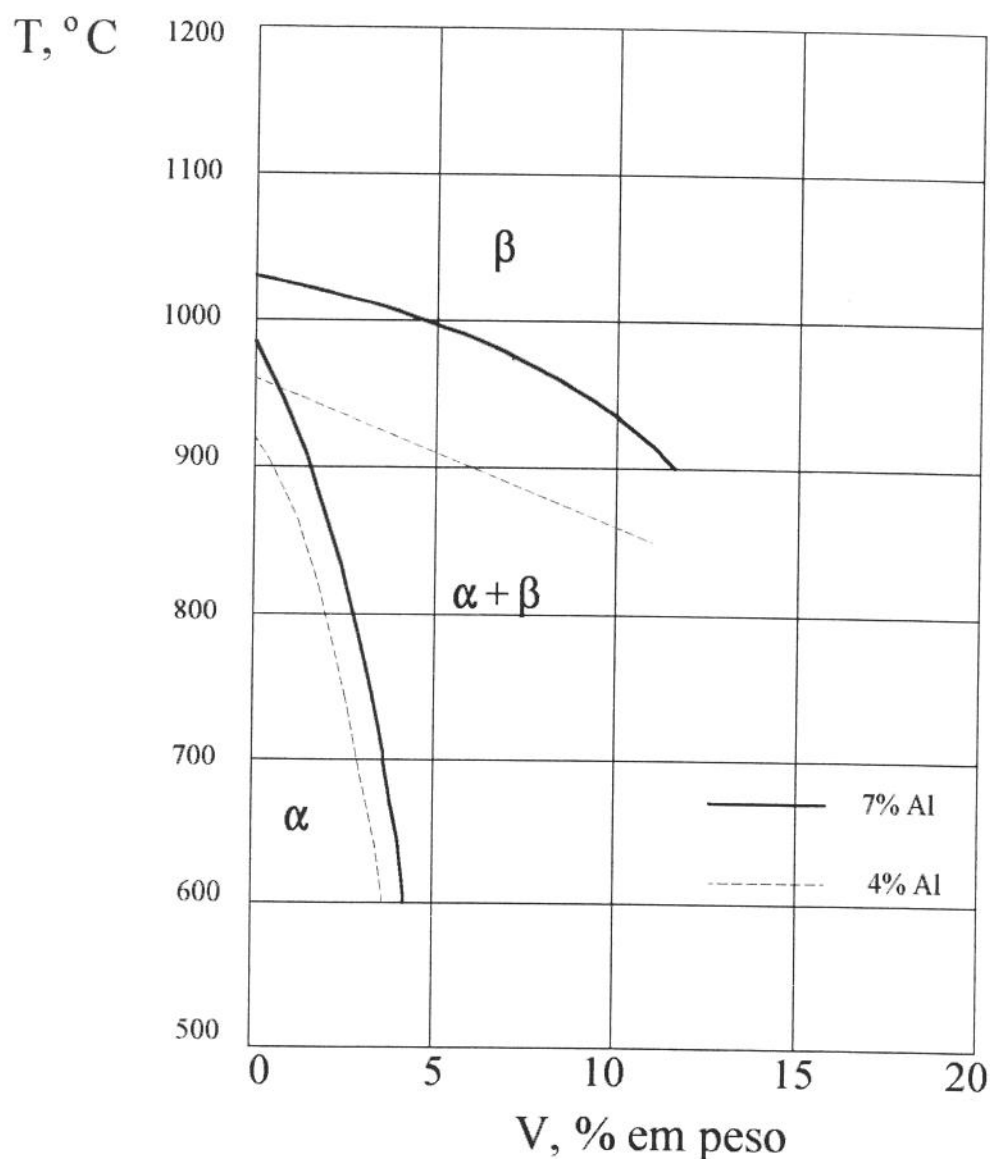


Figura 2.3 - Seção "vertical" da liga Ti-Al-V versus T em equilíbrio de fase sólido para 4% a 7% de Al. [Collings, 1983]

Dependendo da forma de processamento da liga Ti-6Al-4V, pode-se obter grande variedade de produtos, que estão associados à natureza da microestrutura final. Tal variedade de microestruturas é mostrada na figura 2.6. As ligas Ti-6Al-4V, são recomendadas para utilização numa faixa de temperatura que varia de -210°C a 400°C . Elas

exibem densidade de $4,43 \text{ g/cm}^3$, que corresponde a apenas 56% da densidade do aço.[Rosenberg, 1979] Em geral, as propriedades de tais ligas dependem da direção em que foram trabalhadas. As fases α e β são cristais anisotrópicos, portanto, suas propriedades dependem da direção em que estes cristais se encontram na medição. Durante o processamento destas ligas, os eixos dos cristais tendem a se alongar na direção do fluxo do metal.

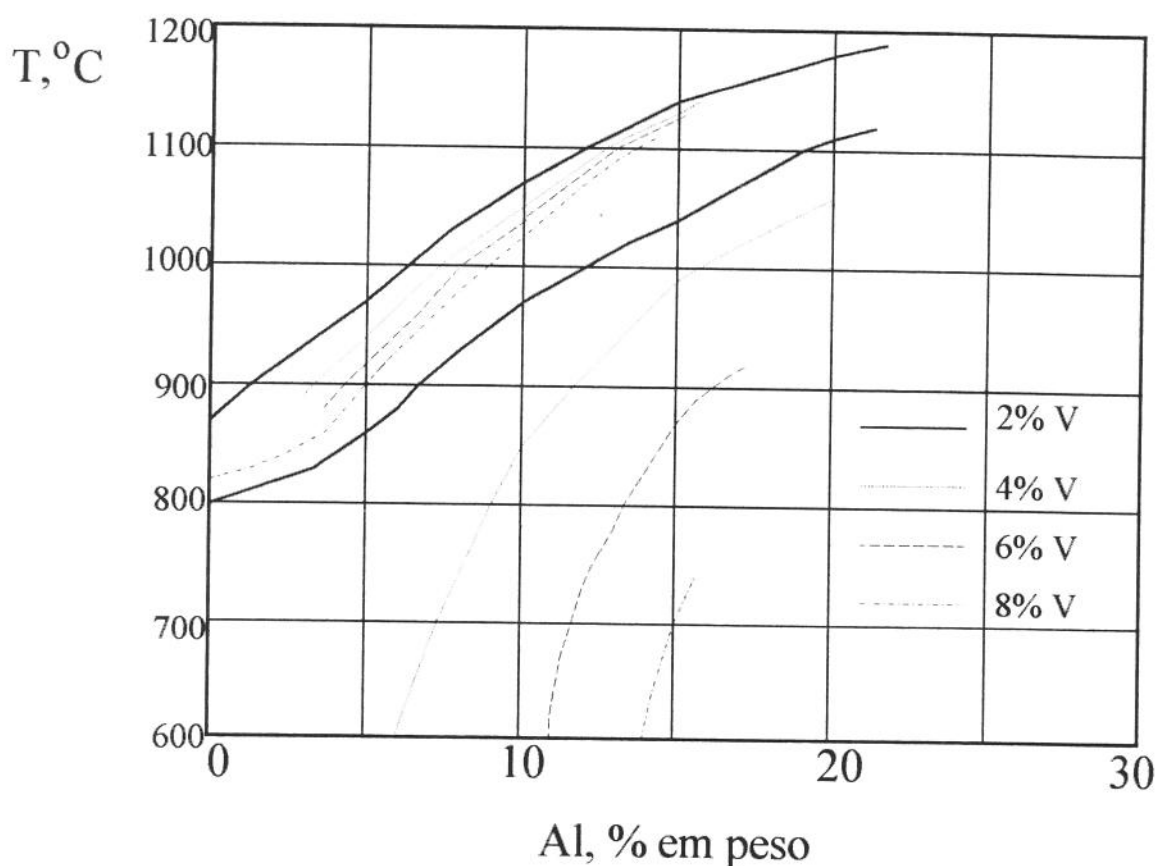


Figura 2.4 - Secção "vertical" da liga Ti-Al-V versus T em equilíbrio de fase sólido para 2%, 4%, 6% e 8% de V. [Collings, 1983]

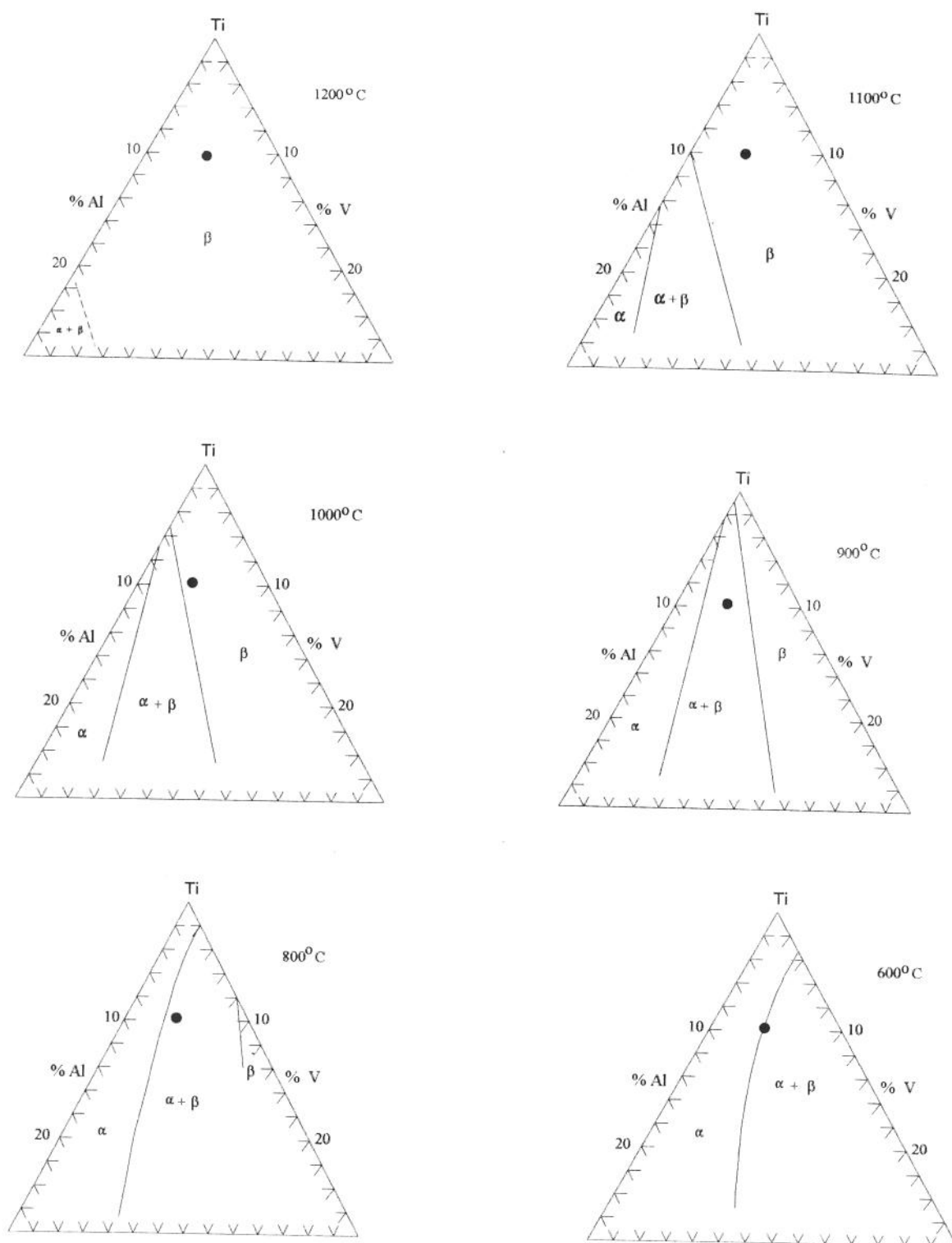


Figura 2.5 - Secções isotérmicas "horizontais" das ligas Ti-Al-V versus T em equilíbrio de fases para as temperaturas indicadas. O círculo sólido (•) representa a liga Ti-6Al-4V. [Collings, 1983]

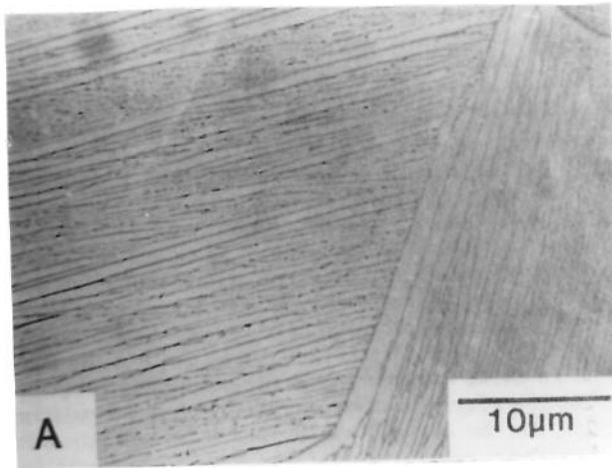


Figura 2.6.a - Liga Ti-1Mo resfriada no forno, com microestrutura de fase α , com formação da fase β no contorno de grão em forma de estrutura lamelar. [Flower, 1990]

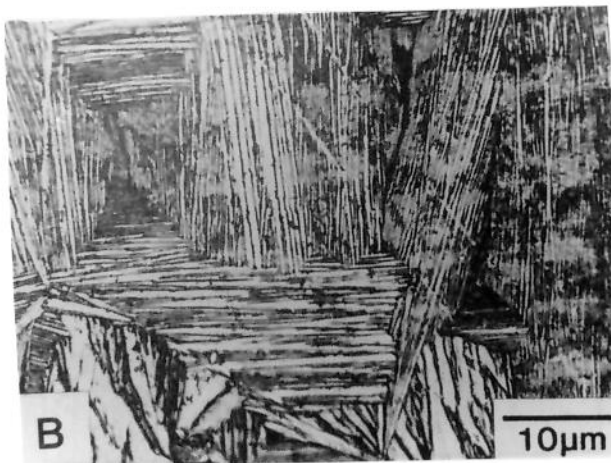


Figura 2.6.b - Liga Ti-1Mo resfriada ao ar, com menos contornos de grão da fase α que em "a" e, colônias de estrutura lamelar com diversas orientações. [Flower, 1990]

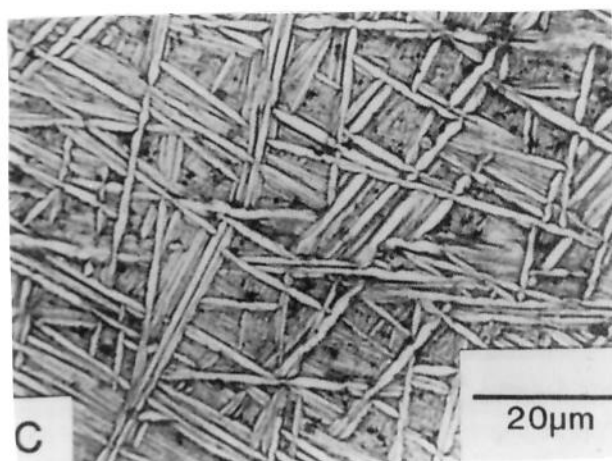


Figura 2.6.c - Liga Ti-4Al-4Mo-2Sn-0,5Si resfriada ao ar, a partir do campo da fase β , apresentando estrutura entrelaçada da fase α lamelar. [Flower, 1990]

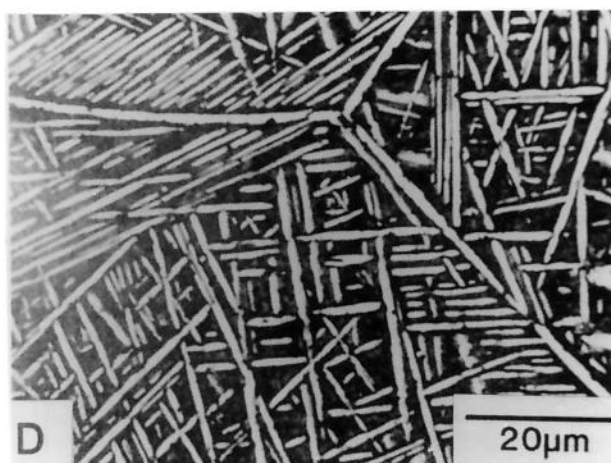


Figura 2.6.d - Liga Ti-4Al-4Mo-2Sn-0,5Si forjada acima da linha β transus para produzir estruturas de placas de fase α , a partir dos grão de fase β , resfriados ao ar. [Flower, 1990]

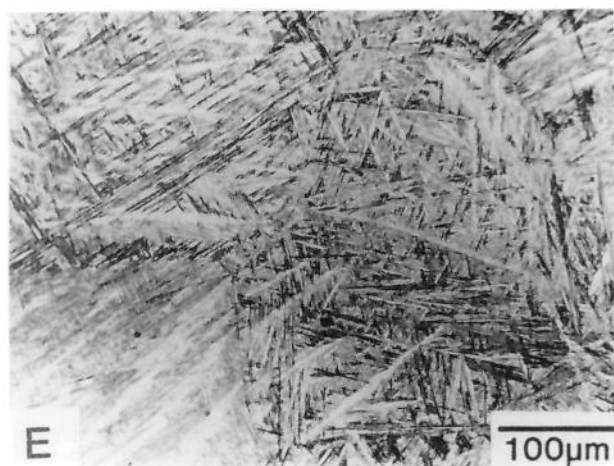


Figura 2.6.e - Liga Ti-5,5Al-3,5Sn-3Zr-1Nb-0,3Mo-0,3Si temperada em água apresentando estrutura martensítica. [Flower, 1990]

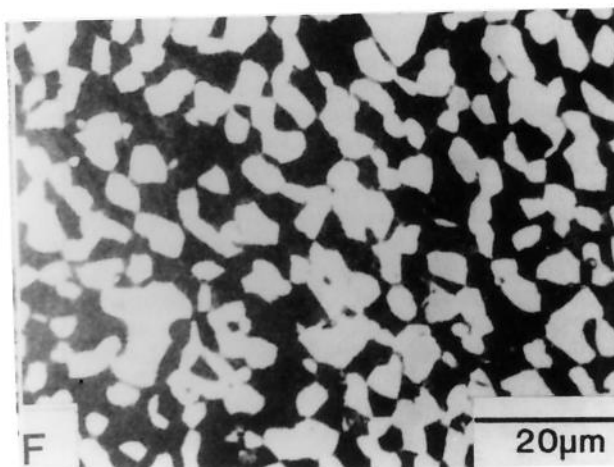


Figura 2.6.f - Liga Ti-4Al-4Mo-2Sn-0,5Si forjada e recozida no campo das fases $\alpha+\beta$, pouco abaixo da linha β transus e resfriada ao ar. Microestrutura de granulação refinada, contendo grãos de α primário, que foram transformados de grãos refinados da fase β . [Flower, 1990]

Tabela 2.4 - Propriedades mecânicas da liga Ti-6Al-4V. [Black, 1988], [Semlitsch, 1987]

Tensão Limite de Escoamento (MPa)	795
Tensão Limite de Resistência (MPa)	860
Alongamento (%)	10
Módulo de Elasticidade (GPa)	105

2.5.2. Liga Ti-6Al-7Nb

A liga Ti-6Al-7Nb é do tipo $\alpha+\beta$ e foi desenvolvida com o objetivo de substituir a tradicional liga Ti-6Al-4V, em aplicações associadas a próteses ortopédicas permanentes, com excelentes resultados clínicos. Para tais aplicações, seria interessante que a liga Ti-6Al-7Nb exibisse semelhança em relação à liga Ti-6Al-4V, no tocante a propriedades mecânicas, resistência à corrosão e biocompatibilidade. A razão do desenvolvimento desta liga está associada à presença de vanádio em sua constituição. Tal elemento, que é um metal de transição, e como citado anteriormente, tem o papel de estabilizar a fase β , é considerado tóxico ao corpo humano. Por outro lado, o nióbio, que também é um metal de transição, pode exercer o papel associado à estabilização da fase β , apresentando a vantagem de ser inerte ao corpo humano. O desenvolvimento dessa nova liga tem o objetivo claro de evitar os efeitos sistêmicos, no corpo humano, que a liga Ti-6Al-4V exibe após alguns anos de implantação.

A liga Ti-6Al-7Nb sofre a transformação $\alpha+\beta/\beta$ em uma faixa de temperatura entre 1.010°C a 1.020°C. Na temperatura ambiente, a mesma apresenta entre 10% a 12,5% da fase β e exibe densidade de 4,52 g/cm³, que é ligeiramente superior a da liga Ti-6Al-4V. [Semlitsch, 1985]; [IMI, 1990]. Como o desenvolvimento dessa liga é recente, na literatura especializada, o volume de informações a respeito da obtenção e caracterização da mesma, principalmente nos casos ligados a aplicações clínicas, é bastante limitado.

Tabela 2.5 - Propriedades mecânica da liga Ti-6Al-7Nb. [IMI, 1990]

Tensão Limite de Escoamento (MPa)	900
Tensão Limite de Resistência (MPa)	1.000
Alongamento (%)	12
Módulo de Elasticidade (GPa)	105

3. ASPECTOS FUNDAMENTAIS NA CONCEPÇÃO DE PRÓTESES COXO-FEMURAIS

3.1. Introdução

Os materiais biocompatíveis ou biomateriais desempenham papel essencial na vida de muitos seres humanos. Os biomateriais designam uma classe bastante ampla de substâncias, naturais ou sintéticas, com propriedades mecânicas, físicas e químicas, que quando em contato com tecidos e fluidos de seres vivos, de forma permanente ou não, não provocam danos aos mesmos. [Peppas, 1994]

A utilização dos biomateriais no corpo humano, geralmente, enfrenta dois tipos de problema:

a. O primeiro relaciona-se ao comportamento físico e químico desses materiais, que nem sempre são completamente compreendidos, o que, conseqüentemente, afeta a forma como o corpo humano responde ao contato com os biomateriais;

b. A outra dificuldade relaciona-se com o desempenho dos biomateriais no corpo humano, que nem sempre é o desejado. Isto é, até certo ponto, previsível, pois a grande maioria dos biomateriais não foi desenvolvida para esse fim, mas com o propósito de ser empregado em outros campos da engenharia. Um exemplo típico é a fabricação de implantes utilizando a liga Ti-6Al-4V, largamente utilizada na indústria aeronáutica e espacial. [Zavaglia, 1993]

Dentre as diversas aplicações dos biomateriais, encontra-se a substituição de partes do corpo humano, na tentativa de recompor funções de tecidos e órgão humanos. De maneira genérica, o sucesso de tal substituição está intimamente associado ao conhecimento das características básicas e papéis do tecido ou órgão a ser recuperado, bem como ao comportamento e desempenho do biomaterial empregado e a reação do corpo humano em relação a este corpo estranho ao mesmo.

Com a evolução do conhecimento nas áreas associadas à medicina e à engenharia, pode-se afirmar que hoje, é relativamente comum a substituição e recuperação de partes do corpo humano por materiais, sejam eles do tipo metálico, cerâmico ou polimérico. [Cohen, 1993]

Um dos campos mais promissores associados aos biomateriais refere-se à aplicação dos mesmos em implantes ortopédicas. Esses implantes, que são principalmente constituídos de materiais metálicos, são usadas no desenvolvimento de dispositivos que podem reparar, ou mesmo substituir, ossos e articulações com problemas. Os implantes ortopédicos podem ser de natureza permanente ou temporária.

Os implantes ortopédicos permanentes são empregados em casos onde partes do corpo danificadas, devido a acidentes ou a doença, necessitam ser reparadas, o que é feito com dispositivos implantados de maneira permanente. Exemplos de implantes permanentes envolvem articulações do quadril, joelho, ombro, cotovelo, etc. Por outro lado, os implantes temporários tem o objetivo de estabilizar fraturas ósseas e são mantidos no corpo até que o processo natural de reparação do osso esteja finalizado. Dentre os implantes temporários pode-se listar: as placas, os parafusos e os fios que são utilizados para a fixação de segmentos ósseos fraturados ou recuperados cirurgicamente.

A análise da substituição de partes do corpo humano, do ponto de vista puramente mecânico, revela que os implantes são relativamente simples. Entretanto, tal substituição engloba outros aspectos, que podem ser sintetizados nas necessidades de biocompatibilidade entre o implante e o corpo receptor. O termo biocompatibilidade agrega um conjunto de características ligadas à capacidade que um material exibe em ser tolerado pelos tecidos de um organismo, bem como o fato de não causar alterações no funcionamento do mesmo.

3.2. Interação entre Implantes e o Organismo

Como em qualquer ramo das engenharias, a utilização de um material para fabricação de implantes envolve o estudo detalhado das características e propriedades do mesmo. A seleção e especificação de um material a ser empregado na construção de implantes é realizada de acordo com dois aspectos básicos:

- a. Análise da região do corpo humano a receber o implante;
- b. Análise das funções a serem desempenhadas por tal implante.

Em função desses dois aspectos pode-se proceder a escolha conveniente do material a ser empregado, por exemplo: gelatinas e silicone são empregados para suplementação de tecidos macios; materiais elásticos para reposição de músculos, pele, cartilagens e órgãos internos; materiais rígidos são usados em ortopedia. [Black, 1988]

Além disso, a etapa de seleção e especificação do material deve considerar a reação do corpo humano ao implante, pois a presença de um corpo estranho causa reações do organismo, tanto a nível localizado, como também reações sistêmicas. [Black, 1992]

As reações localizadas envolvem resposta do organismo apenas no local do implante, por exemplo: em geral, a resposta do organismo ao implante materializa-se com a formação de um tecido fibroso, pouco vascularizado, que tende a separar o implante dos tecidos ao seu redor, encapsulando-o. No caso de tecidos moles, a espessura do tecido fibroso é inversamente proporcional ao grau de aceitação do implante pelo corpo. No caso de tecidos ósseos, a reação do organismo manifesta-se na forma menos intensa com neoformação ou reabsorção óssea ao redor do implante de um infiltrado inflamatório, com presença de células macrófagas e até de células gigantes, que afetam a reabsorção óssea e afrouxamento do implante. [Cohen, 1983]; [Loreim, 1977]

No corpo humano, as reações causadas por implantes podem ser de natureza carcinogênica, metabólica, imunológica ou bacteriológica. [Black, 1984]

Em termos carcinogênicos, os poucos estudos existentes não apresentam informações conclusivas em relação à ocorrência de câncer devido a implantes de biomateriais. Tais estudos indicam, em experimentos com animais, suspeitas que a liberação de íons metálicos pode ser responsável por carcinogênese química. No caso de implantes ortopédicos, a utilização dos mesmos, até recentemente, era quase sempre feita de maneira não totalmente permanente, ocorrendo a retirada dos mesmos após intervalos de tempo não muito longos. Apesar de tais implantes serem utilizadas em regiões do corpo com pouca sensibilidade a tumores primários, existem indícios sobre a ocorrência de tal enfermidade em tecidos próximos aos implantes. [Cohen, 1983]

Os implantes podem resultar em reações que alteram o metabolismo do corpo humano. Em termos metabólicos, implantes metálicos resultam em respostas do organismo de acordo com a natureza dos elementos metálicos que fazem parte de sua composição. Elementos como chumbo, cádmio e mercúrio são considerados tóxicos ao organismo. Já o sódio, o potássio e o cálcio tem papel importante e são designados de fisiológicos. Elementos como o titânio e o nióbio, por não produzirem reações adversas significativas no organismo, são bem tolerados e estão sendo utilizados na produção de implantes atualmente.

Ainda em relação à resposta metabólica do organismo, no caso de implantes de materiais poliméricos, a degradação dos mesmos pode alterar a produção de substâncias naturais do corpo humano, como as proteínas. Os materiais poliméricos são, em alguns aspectos, semelhantes a tais substâncias e podem participar das reações químicas e biológicas.

Em termos imunológicos, o emprego de implantes no corpo humano, constituídos por materiais metálicos, ou poliméricos, podem ativar o sistema de resposta auto-imune,

produzindo sintomas sistêmicos como asma, urticária e fenômenos de hipersensibilidade. [Sax, 1975]

Em termos bacteriológicos, implantes contendo determinados elementos metálicos, podem alterar o tipo de reação do organismo a certas bactérias, aumentando ou diminuindo a resistência do corpo humano a ataque bacterianos. Por exemplo, no caso de implantes contendo cromo e cobalto, experimentos em animais revelam nítida alteração na resposta do organismos a bactérias. [Black, 1984]

3.3. Considerações na Seleção de Biomateriais

Na concepção de uma prótese, é necessário analisar profundamente determinados aspectos relativos ao implante da mesma e que permitirão que tal prótese desempenhe, de maneira adequada, as funções a ela definidas. Dentre tais aspectos, deve-se considerar o projeto da prótese e suas características e propriedades físicas, químicas e mecânicas, bem como a biocompatibilidade do material a ser empregado na fabricação dessa prótese. [Callister, 1994]

A biocompatibilidade de um material está associada à reação que o organismo tem em relação à presença do implante, como também a reação que o implante tem em relação ao contato com o organismo. Um material pode ser descrito como biocompatível quando ele não afeta, de maneira prejudicial, o organismo e nem sofre alterações em suas características por estar em contato com o mesmo organismo.

Em termos clínicos, o material que constitui uma prótese a ser implantado deve ser:

- a. Biocompatível - a presença da mesma não deve resultar em efeitos negativos ao organismo;
- b. Quimicamente Estável - o contato da prótese com tecidos do organismo não deve resultar em degradação da mesma, como a corrosão dos metais;
- c. Funcional - a prótese deve substituir, de maneira apropriada, as partes do organismo a que planejou-se substituir;
- d. Esterilizável - as propriedades do implante não devem se alterar durante etapas de esterilização. [Shackelford, 1990]

Em geral, a análise de biocompatibilidade de um material pode ser realizada a partir de dois métodos básicos, quais sejam: "in vitro" e "in vivo". O método "in vitro" é realizado em culturas de células, onde o biomaterial é colocado em contato com as mesmas. Tal cultura é desenvolvida a partir do mesmo tipo de célula em que se deseja avaliar a reação do biomaterial, ou seja, as células que constituíram os tecidos que entraram em contato com este biomaterial. Este método caracteriza-se por ser rápido e a cultura de células é sensível à

toxicidade do material. No entanto, esse método apresenta como limitação a dificuldade de se transferir resultados obtidos numa cultura de células, para o organismo como um todo. Os resultados obtidos em tal método são parciais quando comparados com respostas obtidas num sistema mais complexo de tecidos, como o organismo. [Galante, 1991]

O método "in vivo" é realizado através de implantes de próteses completas ou então, do material na forma de bastões ou pó, em animais. Neste método, analisa-se a biocompatibilidade do implante através do comportamento dos tecidos em torno da região do implante. A análise de resultados é feita através do monitoramento de alterações das características dos tecidos próximos ao implante. Pode-se afirmar que o método "in vitro" complementa o método "in vivo" e vice-versa. [Galante, 1991]

3.4. Concepção de Próteses Coxo-Femurais

Na concepção de próteses coxo-femurais é necessário analisar não apenas esse tipo de prótese, como também aspectos associados às características anatômicas das articulações de um modo genérico. Uma articulação é parte fundamental do sistema ósseo de um organismo e é responsável pela união entre os ossos do esqueleto, permitindo que esforços sejam transmitidos de um osso a outro. O tecido ósseo é constituído de um composto natural bastante complexo onde pode-se observar uma mistura de colágenos de baixa e alta resistência mecânica com hidroxiapatita frágil e dura. A densidade do tecido ósseo varia entre 1,6 a 1,7 g/cm³. Como os ossos exibem características anisotrópicas, suas propriedades mecânicas variam de acordo com a direção considerada, conforme mostra a tabela 3.1.

As superfícies das articulações são recobertas com tecido diferenciado, denominado cartilagem articular ou hialina lubrificada pelo líquido sinovial para sua nutrição e para diminuir o atrito entre as superfícies. O quadril humano, é a articulação entre a pelvis e a parte superior do fêmur. Esta articulação permite movimentos amplos devido a sua forma como mostra a figura 3.1.

Pela importância que esta articulação representa no movimento do corpo humano, fraturas nesta região são consideradas problemáticas. Fraturas na região do quadril ocorrem, geralmente, no colo ou porção trocantérica do fêmur localizadas abaixo da região cefálica.

Uma maneira de reparar esse problema, e ainda permitir recuperação de movimentos, é a partir do implante de próteses coxo-femurais. O implante de uma prótese total de quadril é feito através da remoção da cabeça e da parte superior do fêmur, bem como da medula na extremidade superior do segmento restante desse osso. A prótese é inserida no orifício da cavidade medular, conforme mostra a figura 3.2. [Callister, 1994]

Tabela 3.1 - Características mecânicas de ossos humanos longos. [Loreim, 1988]

Propriedade	Direção Longitudinal	Direção Transversal
Módulo de Elasticidade (GPa)	17,4	11,7
Máxima Resistência à Tração (MPa)	135	61,8
Máxima Resistência à Compressão (MPa)	196	135
Coefficiente de Poisson	0,46	0,58
Deformação na Fratura (%)	3 - 4	----

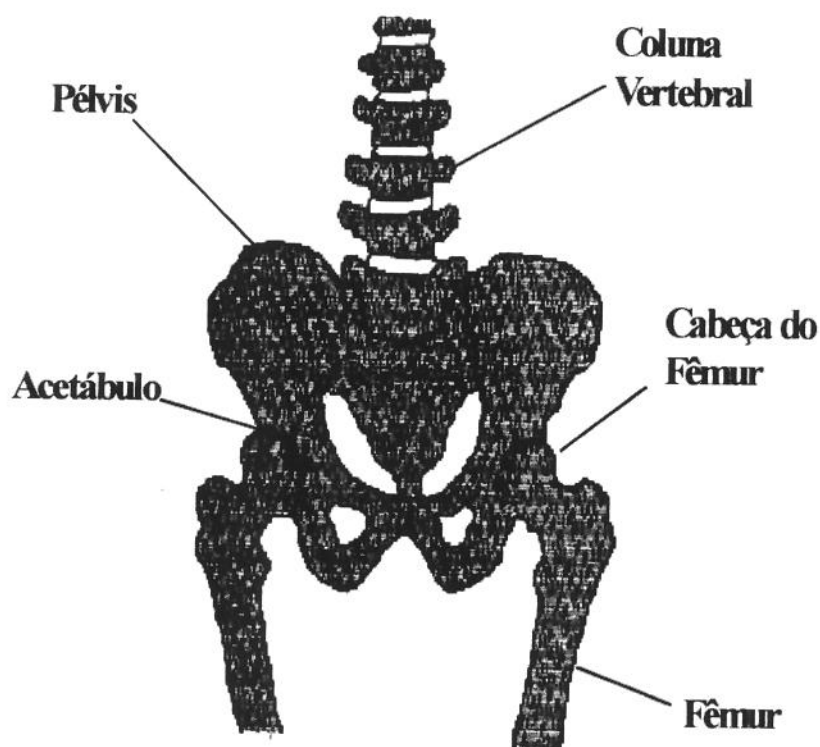


Figura 3.1 - Diagrama esquemático dos ossos e articulações na região do quadril humano.

Existem quatro componentes básicos a serem considerados em próteses coxo-femorais: a haste da prótese, a cabeça, o componente acetabular, o agente de fixação entre o componente femoral e pelvico. [Callister, 1994]

Devido às complexidades químicas e físicas da aplicação de próteses no corpo humano, as propriedades dos materiais empregados em tais componentes devem satisfazer requisitos bastante rígidos. Sempre que um material estranho é introduzido no corpo

humano, reações de rejeição podem ocorrer. A intensidade de tal rejeição pode variar de uma irritação a uma inflamação intensa.

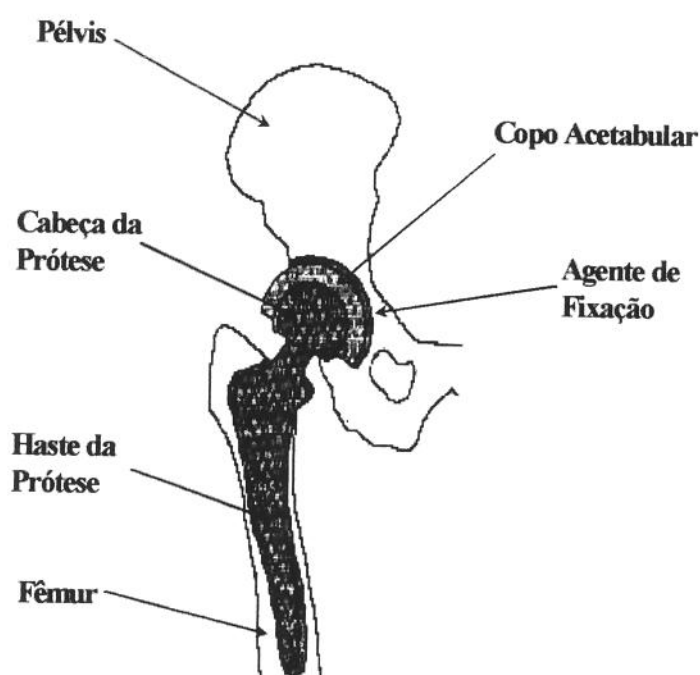


Figura 3.2 - Diagrama esquemático dos ossos e articulações na região do quadril, com implante.

Em termos geométricos, um implante que apresente cantos arredondados e bom acabamento superficial será melhor aceito pelo organismo. Nestes casos, as arestas e os cantos vivos não provocam ruptura de células em contato com os implantes, independente do tamanho do corpo que está sendo implantado.

Em termos de características químicas, a interação entre o implante e os fluidos corporais é fundamental. Os fluidos corporais, em geral, consistem de uma solução de 1% de NaCl com outros sais e compostos orgânicos em menor quantidade, à temperatura próxima de 37°C. Em geral, tais fluidos exibem pH próximo de 7,4, porém no caso de cirurgias de implante, temporariamente, tal valor pode ser alterado profundamente. Logo após a cirurgia, as células dos tecidos em contato com o implante reagem devido a presença do mesmo, o que resulta na diminuição do pH. As características normais somente serão atingidas após alguns dias. Em casos onde ocorrem hematomas e com drenagem deficiente da área de implante, o pH ácido é mantido por semanas. Em casos de infecção, a acidez pode atingir níveis altíssimos. Em todos esses casos, o pH ácido corresponderá à

significativa solicitação do material do implante. A figura 3.3 exibe um diagrama da evolução do pH de fluidos corporais após uma cirurgia de implante. [Zavaglia, 1993]

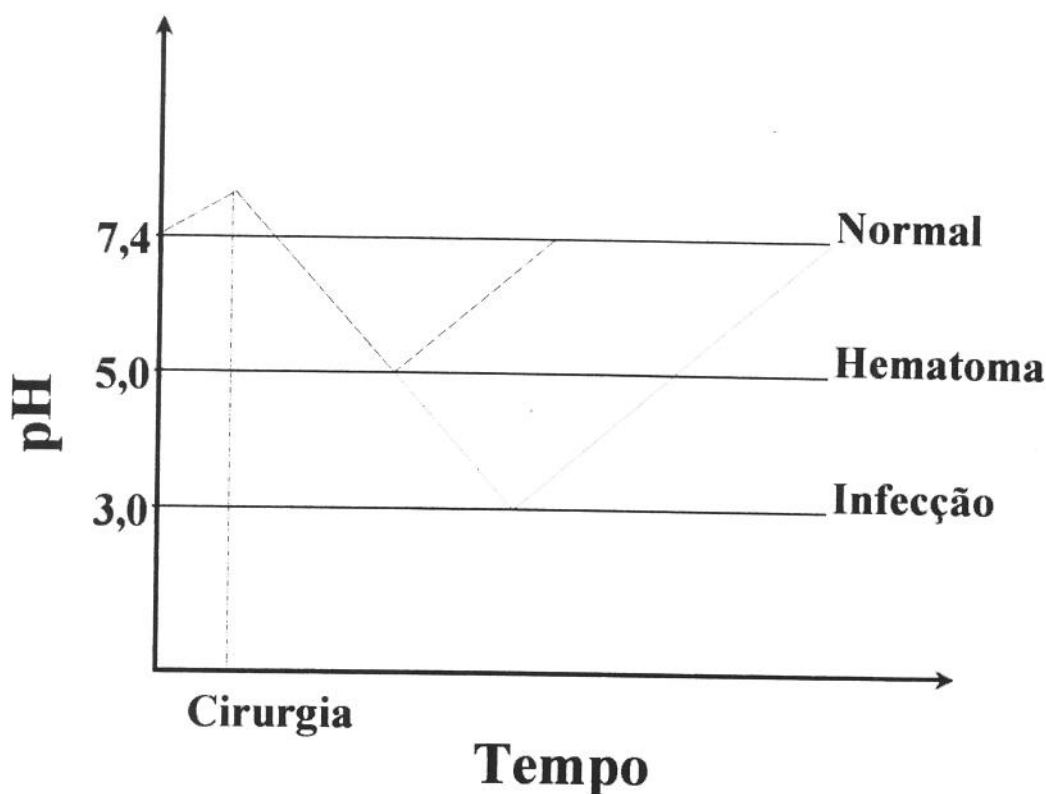


Figura 3.3 - Evolução do pH dos fluidos corporais após o implante de uma prótese.

Assim, os fluidos corporais são bastante corrosíveis, o que pode resultar, no caso de implantes metálicos, corrosão uniforme e também corrosão localizada, principalmente em regiões submetidas a esforços mecânicos. Outra consequência problemática da corrosão é a geração de produtos, que pode ter caráter tóxico ou pode interferir nas funções normais do organismo. Em alguns casos, tais produtos podem ser transportados com relativa facilidade através do corpo e atingir órgãos específicos. Apesar dessas substâncias poderem ser parcialmente eliminadas do corpo, na maioria dos casos, quantidade significativa das mesmas permanece no mesmo, principalmente devido à presença contínua do processo de corrosão. [Cohen, 1983]

Os ossos e os implantes empregadas na recomposição do quadril humano suportam forças externas ao corpo, como a resultante da atração gravitacional. Além dessas forças externas, os ossos e próteses devem transmitir satisfatoriamente forças resultantes de ação muscular, como as observadas durante uma caminhada. Devido à natureza do movimento e forma do corpo humano, as forças atuando nos ossos e próteses de um quadril são

razoavelmente complexas e variam em termos de direção e de intensidade com o tempo. A tabela 3.2 exibe valores de forças nas articulações observadas no movimento humano. [Black, 1992]

Tabela 3.2 - Valores médios das forças nas articulações do quadril e do joelho durante algumas atividades. [Park, 1980]

Atividade	Força Máxima nas Articulações (Múltiplos do Peso do Corpo)	
	Quadril	Joelho
Andar Devagar	4,9	2,7
Andar Normal	4,9	2,8
Andar Rápido	7,6	4,3
Subir Escadas	7,2	4,4
Descer escadas	7,1	4,9
Saltar	5,9	3,7

As propriedades mecânicas como módulo de elasticidade, resistência à tração, tensão de escoamento, resistência à fadiga, tenacidade à fratura e ductilidade são importantes na etapa de seleção e especificação de um material a ser utilizado na confecção de uma prótese. Por exemplo, o material a ser empregado na confecção de uma prótese coxo-femural deve apresentar, no mínimo, limite de escoamento de 500MPa, resistência à tração de 650MPa e ductilidade (alongamento) de 8%. Além desses valores, o material deve ter boa resistência à fadiga e módulo de elasticidade semelhante ao de um osso. Diferenças significativas entre módulos de elasticidade, do osso e da prótese, podem levar à destruição do tecido ósseo na região do implante. A tabela 3.3 exibe valores do módulo de elasticidade de materiais usados na fabricação de implantes e de materiais do corpo humano.

Em relação à cabeça do fêmur de uma prótese, deve-se considerar com cuidado as condições de atrito entre esta e a cavidade acetabular. O uso de materiais pouco duros pode levar à modificação nas geometrias originais e causar o funcionamento deficiente da prótese.

Finalizando, na concepção de uma prótese coxo-femural, deve-se considerar cuidadosamente três aspectos: a densidade dos materiais envolvidos, materiais com propriedades que não se modificam com o tempo e custos de produção compatíveis com a aplicação descrita. Pensando em termos ideais, uma prótese coxo-femural deve funcionar satisfatoriamente durante toda a vida do paciente que a recebeu. Para a maioria das próteses

existentes atualmente, a vida útil delas varia de 5 a 10 anos, o que mostra que o desenvolvimento de materiais e processos que possibilitariam vida útil maior, é bastante desejável.

Tabela 3.3 - Comparação entre o módulo de elasticidade de materiais utilizados em implantes e dos tecidos naturais. [Lereim, 1977]

Material	Módulo de Elasticidade GPa
Aço Inox 316 L	200
Liga Co-Cr (fundida)	200
Titânio	127
Ti-6Al-4V	127
Osso Cortical	3,8 - 11,7
Osso Esponjoso	0,7 - 4
Dentina	18,2
Esmalte Dentário	82,4

Dentro desse quadro de condições, a liga Ti-6Al-7Nb apresenta-se como uma opção adicional na etapa de seleção de materiais utilizados na confecção de próteses coxo-femurais.

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.1. Preparação das Ligas de Titânio

Os presente trabalho esta associados às análises das ligas à base de titânio exibidas na tabela 4.1, que tem como objetivo mostrar quais serão as ligas estudas neste trabalho, no tocante a sua composição química e procedência.

Tabela 4.1 - Classificação, composição e procedência das ligas analisadas no presente trabalho.

Liga	Composição (% em peso)	Procedência
I	Ti-6Al-4V	Eletrometal
II	Ti-6Al-4V	Preparada em forno de fusão a arco
III	Ti-6Al-7Nb	Preparada em forno de fusão a arco
IV	Ti-6Al-7Nb	IMI Titanium Limited
V	Ti-6Al-5Nb	Preparada em forno de fusão a arco
VI	Ti-6Al-9Nb	Preparada em forno de fusão a arco

4.1.1. Fundição

Os corpos de prova foram confeccionados em escala laboratorial na forma de lingotes da ordem de 25g. Para isso foi utilizado um forno a arco com eletrodo não-consumível, onde as matérias-primas (metais puros) foram fundidas em cadinho de cobre refrigerado à água. Argônio pré-purificado foi usado como atmosfera do forno. Foram realizadas três fusões, sendo que o lingote foi girado de uma fusão para a subsequente, com o objetivo de homogeneizar a composição do mesmo.

As matérias-primas utilizadas para a fusão foram metais com pureza química elevada, que foram pesados em balança analítica, na proporção adequada para se atingir a composição química desejada. Após as fusões, as amostras foram novamente pesadas para se verificar possíveis perdas de massa, principalmente de alumínio, que exibe ponto de fusão

bem inferior ao do titânio. Verificou-se que a perda de massa por volatilização de metais, após as três fusões, foi desprezível.

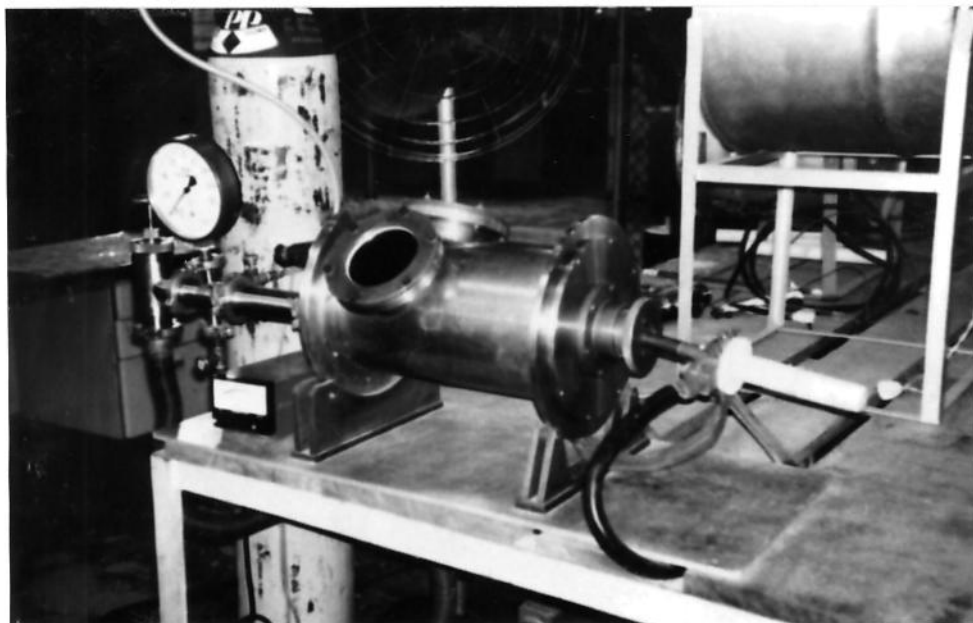


Figura 4.1 - Forno a arco com eletrodo não consumível.

4.1.2. Laminação

Os tarugos obtidos pela fusão em forno a arco, foram laminados a quente à 950°C. Esta temperatura está logo abaixo da linha transus de transformação de fase ($\alpha+\beta$)/ β , que corresponde a 1010°C em ligas com até 10% de Al e contendo elementos estabilizadores da fase β .

Esta operação de laminação à quente foi realizada com taxa de redução variando entre 10% a 20% em área, que é a indicada para este tipo de liga, garantindo assim, um refino da microestrutura sem causar trincas ou fragilização das amostras.

4.2. Análise Metalográfica

A análise metalográfica envolveu a preparação adequada das amostras para a análise microestrutural. Esta preparação teve que ser feita de acordo com algumas regras e normas padronizadas, para que os resultados obtidos pudessem ser comparados com resultados da literatura. A sequência em que estas amostras foram preparada foi a seguinte:

a. Embutimento: em baquelite, com prensagem a quente por 25 minutos, à temperatura de 220°C e pressão de 5bar;

b. Polimento Mecânico: usou-se, seqüencialmente, as lixas de grana 120, 220, 320, 400, 500, 600, 800 e 1200. Nesta etapa, a mudança para a lixa de grana maior foi feita assim que os riscos da outra desapareciam. Após o procedimento inicial, o polimento mecânico foi continuado com o uso de pasta de diamante de $6\mu\text{m}$, em pano de nylon umedecido com álcool etílico absoluto. Após esta etapa, passou-se para o polimento com solução de óxido de cromo a 20% diluída em água, acrescida de partículas de alumina de $1\mu\text{m}$ em suspensão, até a total eliminação de riscos.

c. Ataque químico: Após o polimento atacou-se a amostra com solução de ataque denominada Reativo de Kroll. Esta solução foi desenvolvida para ataque de ligas de titânio ($\alpha+\beta$). O emprego da mesma resulta em contraste entre as fases, fazendo com que a fase α apareça clara e a fase β se apresente escura. O ataque se faz deixando a peça imersa na solução por cerca de 25 a 30 segundos.

Preparação do Reativo de Kroll:

- 3 ml HF
- 6 ml HNO_3
- 100 ml H_2O

4.2.1. Microscopia Óptica

Após o preparo da amostra, as mesmas foram observadas no microscópio ótico NEOPHOT-ZEISS 32. Para facilitar a observação, buscando-se melhor definição e aumento do contraste, optou-se pelo uso de lâmpada de xenônio com polarizador e em alguns casos, filtro de contraste por interferência.

4.2.2. Microscopia Eletrônica de Varredura

O procedimento de preparação da amostra para a análise no microscópio eletrônico foi o mesmo feito para a análise no microscópio ótico. O equipamento utilizado para este experimento foi um Microscópio Eletrônico de Varredura Cambridge Stereoscan S4-10.

Neste equipamento, além das fotos, foram feitas análises qualitativas e quantitativas da composição química nos diferentes tipos de ligas estudadas. As análises qualitativas e quantitativas foram feitas nas fases: fase α e fase β e em algumas regiões da amostra.

4.3. Análise por Difração de Raios-X

A análise por difração de raios-X foi realizada no difratômetro RIGAKU. Este experimento teve como objetivo determinar as fases presentes e os intermetálicos em cada

uma das ligas que estão sendo objeto de estudo deste trabalho. Foi usado alvo de cobre que fornece raios-X com comprimento de onda, $\lambda = 0,1544 \mu\text{m}$. O conhecimento que se tem a respeito das estruturas cristalinas se deve principalmente às técnicas de difração de raios-X. Neste método de análise, ondas eletromagnéticas de alta frequência são utilizadas para se obter comprimentos de onda menores que o espaçamento interplanar dos cristais. Ao incidirem em cristais, estas ondas são difratadas de acordo com leis físicas e os ângulos de difração permitem descrever a estrutura dos cristais com alto grau de precisão. A partir da difração de raios-X, pode-se determinar espaçamentos interplanares e raios atômicos em metais com precisão. [Van Vlack, 1984]

Para a produção de raios-X para difração é necessária a aplicação de uma voltagem da ordem de 35kV entre um catodo e um anodo. Ambos colocados em vácuo. O catodo é aquecido e eletrons são liberados por emissão termo-iônica e acelerados no vácuo devido à alta diferença de potencial entre o catodo e o eletrodo. Quando os eletrons colidem com o alvo, há a emissão de raios-X. A aceleração dos eletrons provoca um aumento da energia cinética cuja maior porcentagem (aproximadamente 98%) é convertida em calor na colisão dos mesmos com o alvo, que necessita, portanto, de resfriamento externo.

Quando os raios-X encontram o material cristalino são difratados pelos planos atômicos (ou iônicos) dentro do cristal. O ângulo de difração " θ " depende do comprimento de onda " λ " dos raios-X e da distância " d " entre os planos, de acordo com a lei de Bragg para a condição de interferência construtiva, isto é, produção de pico de difração devido à radiação:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (\text{Lei de Bragg}) \quad (\text{eq. 4.1})$$

Onde n é a ordem de difração. Como na maioria dos casos se usa difração de primeira ordem, pode-se adotar $n=1$. [Van Vlack, 1984]

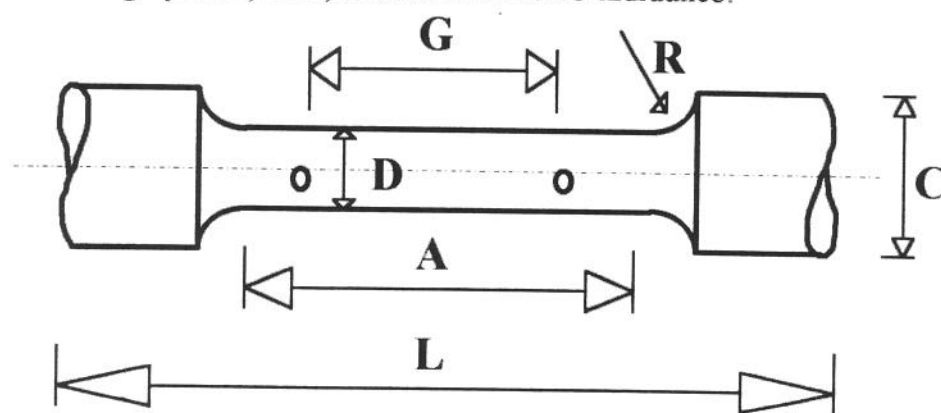
4.4. Ensaio de Dureza e Microdureza

Os ensaios de dureza Vickers foram realizados no durômetro Vickers com nível de carga HV 10. Os ensaios foram realizados em amostras da liga em seu estado bruto de fusão e em amostras laminadas à quente. Foram analisadas as amostras com as seguintes composições: Ti (puro), Ti-6Al-4V, Ti-6Al-5Nb, Ti-6Al-7Nb e Ti-6Al-9Nb. Os ensaios de microdureza foram realizados através de dispositivo especial do microscópio óptico Neophot 32. O penetrador contém ponta de diamante piramidal e a carga varia de 0 a 100 gramas.

4.5. Ensaio de Tração

Após a preparação da liga por fusão dos elementos e laminação dos corpos de prova, realizou-se pré-usinagem em torno convencional seguida de usinagem final em torno CNC (Comando Numérico), com o objetivo de conseguir acabamento melhor e maior controle dimensional dos corpos de prova, tendo em vista que suas dimensões são muito reduzidas, conforme figura 4.2. As dimensões dos corpos de prova foram feitas de acordo com a padronização da norma ASTM E8M-84a. [ASTM E8M-84a, 1985].

Os corpos de prova foram submetidos a ensaios de tração quase estáticos. Estes ensaios de tração foram realizados em uma máquina de testes universal modelo MTS (Materials Testing System) 810 , com controle servo-hidráulico.



$$L = 30,0 \text{ mm}$$

$$A = 12,0 \text{ mm}$$

$$G = 10,0 \text{ mm}$$

$$C = 4,0 \text{ mm}$$

$$D = 2,0 \text{ mm}$$

$$R = 2,0 \text{ mm}$$

Figura 4.2 - Geometria e dimensões dos corpos de prova utilizados em ensaios de tração.

4.6. Ensaio de Biocompatibilidade

Os testes de biocompatibilidade da liga Ti-6Al-7Nb, foram feitos de forma comparativa com a liga Ti-6Al-4V e com o titânio puro. Neste ensaio, teve-se como objetivo comparar dois materiais largamente utilizados em implantes com a liga em questão. Entretanto, convém salientar que o titânio puro é considerado melhor em termos de

biocompatibilidade, quando comparado com a liga Ti-6Al-4V. Assim, o primeiro foi utilizado como material positivo e o segundo como negativo. Entende-se como material positivo, o que apresenta características de biocompatibilidade superior ao material em questão, e negativo, o que apresenta as características inferiores. Foi utilizada, também, uma cultura sem contato com nenhum dos materiais, denominada "cultura de controle", e que serviu para observar o crescimento da cultura, sem interferência de corpos estranhos.

Estes testes de biocompatibilidade foram do tipo "in vitro" e realizados em culturas de células do tipo macrofagos. Em tais teste observou-se qual seria o comportamento celular na presença do material estudado, seguindo as etapas:

aderência $\Rightarrow$ convivência $\Rightarrow$ alteração morfológica $\Rightarrow$ morte celular

As dimensões dos corpos de prova para o ensaio de biocompatibilidade foram as seguintes conforme figura 4.3 abaixo:

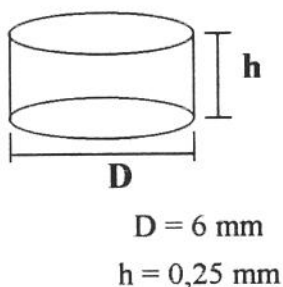


Figura 4.3 - Dimensões das amostras utilizadas nos testes de biocompatibilidade.

O experimento foi conduzido da seguinte maneira: foram feitas observações em 4 períodos de culturas: 12, 24, 48 e 72 horas. Foram utilizadas 3 culturas por período, totalizando 12 testes de biocompatibilidade, por material utilizado. Como foram três os materiais utilizados, mais o controle, o número de culturas utilizadas foi de 48.

4.7. Ensaio de Corrosão

O ensaio de corrosão foi executado em um Potenciostato/Galvanostato da marca Princeton Applied Research (PAR). Associado a este potenciostato foi empregado um microcomputador tipo AT-386, para aquisição e tratamento de dados.

A célula eletroquímica foi concebida de acordo com as recomendações da ASTM e consiste de um balão de fundo chato de 500 ml com três entradas com juntas esmerilhadas, para conexão de três eletrodos: de Trabalho, de Referência e Contra-Eletrodo. O eletrodo

de referência utilizado foi o de Calomelano Saturado. Os valores de potencial apresentados foram obtidos em relação ao potencial do mesmo.

O contra eletrodo foi confeccionado com platina, onde utilizou-se uma placa de platina, de área exposta de 9 mm², soldada em um fio de cobre e envolvida por um tubo de vidro com junta esmerilhada.

Os eletrodos de trabalho foram confeccionados a partir de titânio puro e das ligas Ti-6Al-4V e Ti-6Al-7Nb. Esses materiais foram analisados após laminação a quente e usinados para se obter barras cilíndricas de 4mm de diâmetro e 40mm de comprimento. Em uma das extremidades de cada barra foi soldado um fio de cobre e o conjunto, embutido em resina polimérica. Na outra extremidade foi feito polimento mecânico de forma semelhante ao descrito no item 4.2.

5. Resultados e Discussões

5.1. Considerações Iniciais

Os resultados aqui apresentados estão associados às análises das ligas à base de titânio exibidas na tabela 4.1.

O propósito principal foi analisar, sob diversos aspectos, o desempenho da liga tipo III. Assim, os resultados obtidos com essa liga foram confrontados com os da liga tipo IV, de origem importada (IMI Titanium Limited) e utilizada comercialmente na fabricação de próteses, e com os resultados referentes à liga tipo I, também produzida comercialmente, pela Eletrometal Metais Especiais. A motivação de se estudar as ligas restantes está associada à análise da microestrutura, em função de níveis variáveis de nióbio (ligas V e VI), e em investigar o procedimento de preparação da liga em forno de fusão a arco (liga tipo II).

Os resultados aqui discutidos referem-se a análises de microestrutura, propriedades mecânicas, biocompatibilidade e resistência à corrosão.

5.2. Análise Microestrutural

A análise da microestrutura foi executada comparando-se a morfologia das fases, nas ligas obtidas de diversas formas (tabela 4.1). O objetivo dessa análise está voltado ao estudo da preparação da liga em forno a arco, da estabilização da fase β em baixas temperaturas e também, do papel de tratamentos termomecânicos na microestrutura dessas ligas. É importante salientar que nas microestruturas aqui exibidas, a fase α corresponde à região clara e a fase β , à região escura.

Comparando as microestruturas das ligas I e II, observa-se que a produzida pela Eletrometal (liga tipo I), mostrada nas figuras 5.1 e 5.2, apresenta tamanho de grão bem mais refinado e homogêneo em relação à liga tipo II, no seu estado bruto de fusão (figuras 5.3 e 5.4). Tal resultado se deve ao procedimento de obtenção da liga I, que envolve conformação plástica a quente. Além disso, nas ligas I e II, a microestrutura das mesmas consiste de fase β , representada pela parte escura, conteúdo a fase α acicular transformada, representada pela parte clara. Isto ocorre devido à formação da fase α a partir da fase β , no resfriamento. Nota-se também, que a fase α foi formada inicialmente nos contornos de grão da fase β , como esperado.



Figura 5.1 - Microestrutura da liga Ti-6Al-4V, tipo I. 100 x

A homogeneidade da microestrutura ao longo das amostras foi analisada tomando a liga tipo III, no estado bruto de fusão, com diferentes aumentos, e observando a morfologia microestrutural na região central e nas extremidades do lingote. A microestrutura no meio do lingote é apresentada nas figuras 5.5 e 5.6. A microestrutura associada à extremidade do lingote é mostrada nas figuras 5.7 e 5.8. Comparando estas microestruturas, pode-se concluir que não houve diferença significativa, em termos microestruturais e que os elementos de liga estão igualmente distribuídos ao longo do lingote. Em ambos os casos, ocorreu o crescimento da fase α em um conjunto de direções preferenciais. A microestrutura resultante tem características de um entrelaçamento de fases, semelhante à estrutura de Widmanstätten. Quanto aos aspectos morfologia das fases e tamanho de grão, os resultados obtidos com a liga II foram também obtidos com a liga tipo III. É necessário salientar que o elemento estabilizador da fase β nas ligas I e II refere-se ao vanádio, enquanto que na liga tipo III, foi o nióbio.

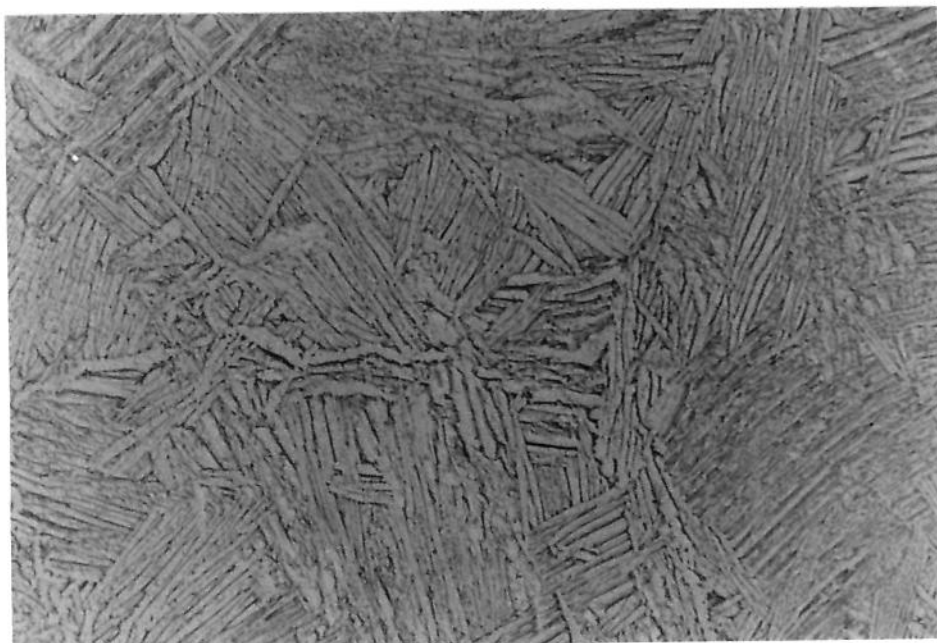


Figura 5.2 - Microestrutura da liga Ti-6Al-4V, tipo I. 800x

Nas amostras da liga tipo IV, laminada a quente, observa-se a existência de diferenças na microestrutura quanto ao tamanho de grão e a sua homogeneidade, principalmente quando a amostra é observada com diferentes ângulos. A mesma liga tipo IV, recozida, apresenta microestrutura onde os grãos estão orientados na mesma direção da conformação plástica, conforme é apresentado na figura 5.9. Ao se observar a microestrutura da mesma liga, no sentido transversal à conformação, observa-se uma distribuição das fases mais homogênea e sem orientação dos grãos, conforme mostra a figura 5.10. A comparação entre as ligas tipo IV, laminada a quente e recozida, mostra diferenças morfológicas entre as duas condições. Na amostra laminada a quente, a orientação das fases foi menos intensa em relação à recozida, conforme mostram a figura 5.11 e a figura 5.12.

Com relação à laminação a quente das ligas tipo III, os resultados obtidos mostram que o tamanho de grão foi bastante reduzido, em relação à microestrutura no estado bruto de fusão, como também, a homogeneidade da microestrutura foi maior após a conformação a quente, conforme mostra a figura 5.13.



Figura 5.3 - Microestrutura da liga Ti-6Al-4V, tipo II, no estado bruto de fusão. 100x

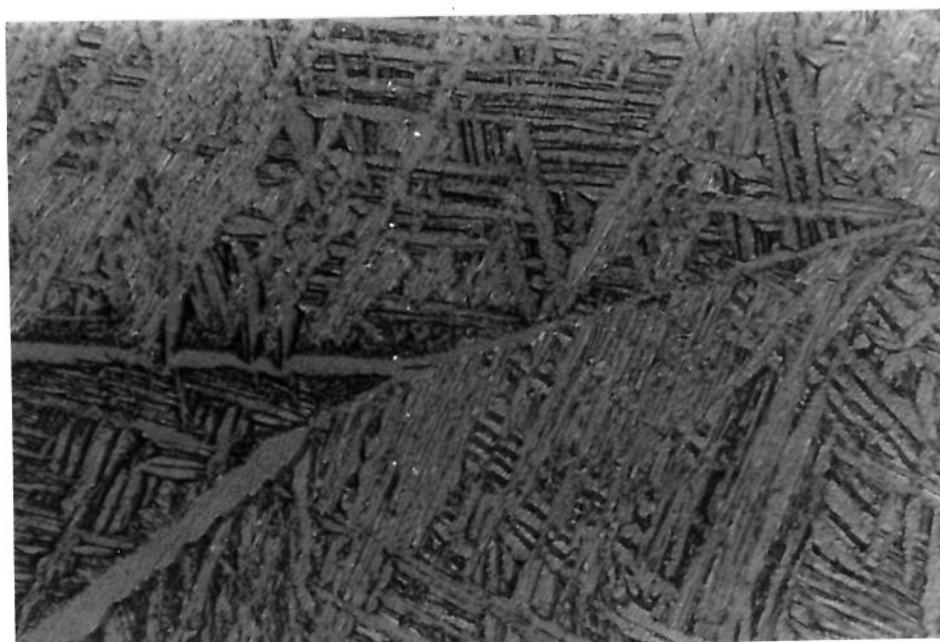


Figura 5.4 - Microestrutura da liga Ti-6Al-4V, tipo II, no estado bruto de fusão. 800x

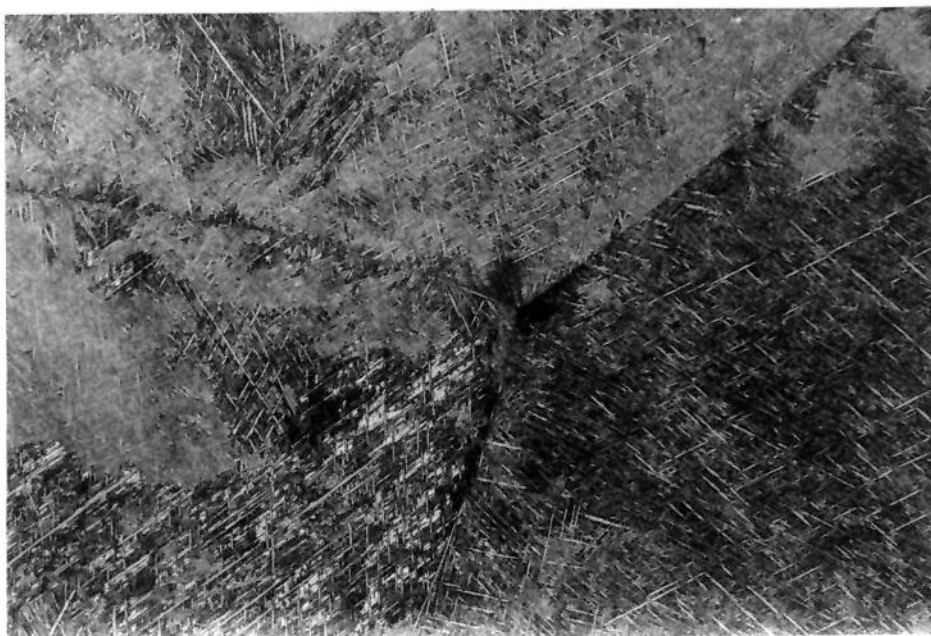


Figura 5.5 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, no estado bruto de fusão. 100x



Figura 5.6 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, no estado bruto de fusão. 800x

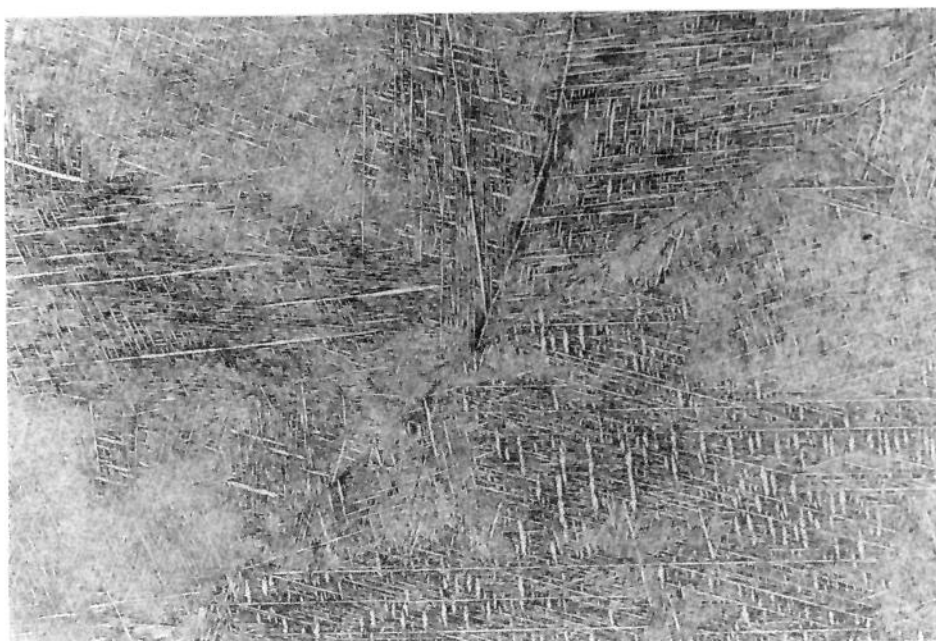


Figura 5.7 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, no estado bruto de fusão. 100x



Figura 5.8 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, no estado bruto de fusão. 800x



Figura 5.9 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo IV, recozida. 800x

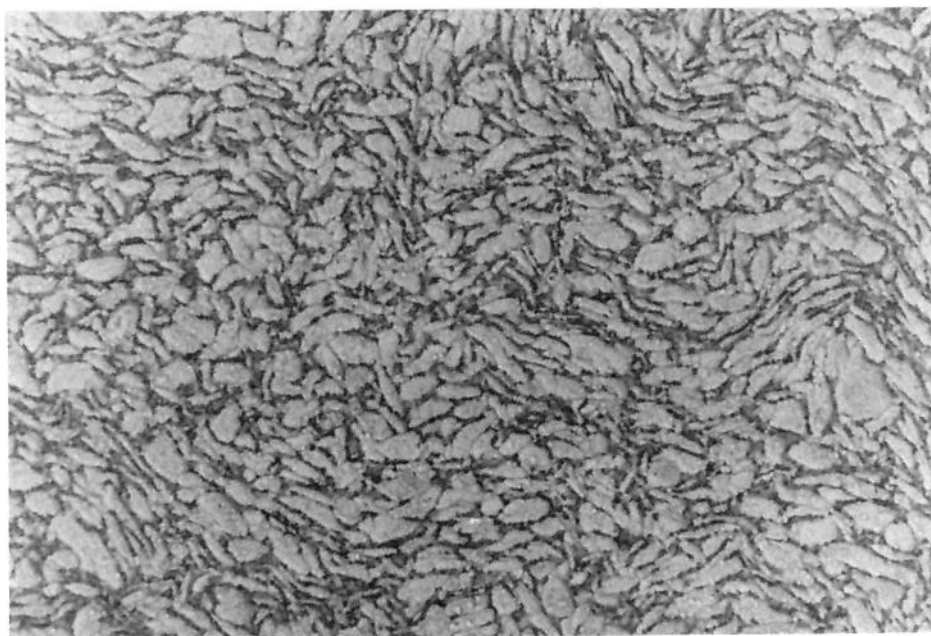


Figura 5.10 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo IV, recozida. 800x

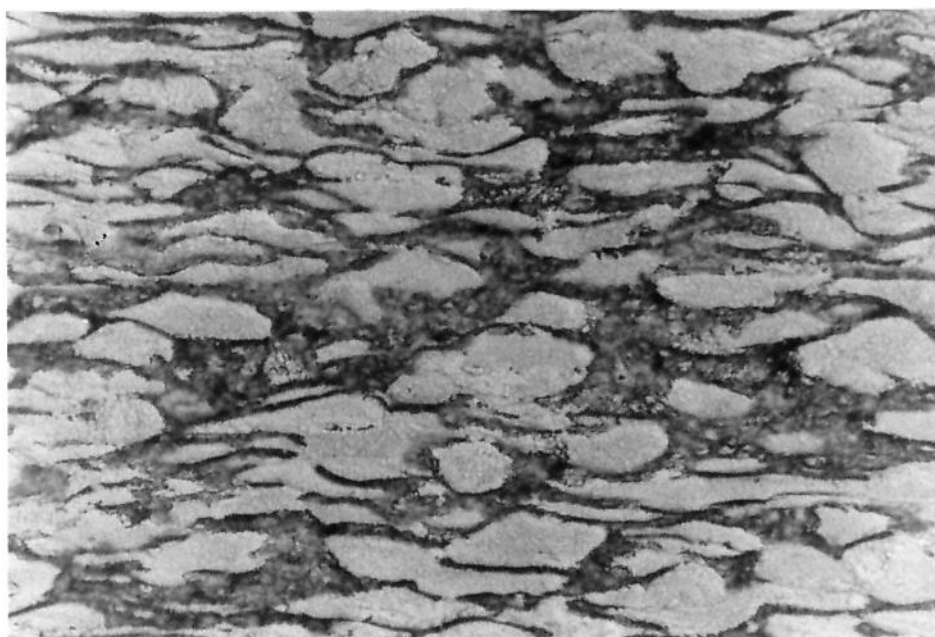


Figura 5.11 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo IV, laminada a quente. 800x

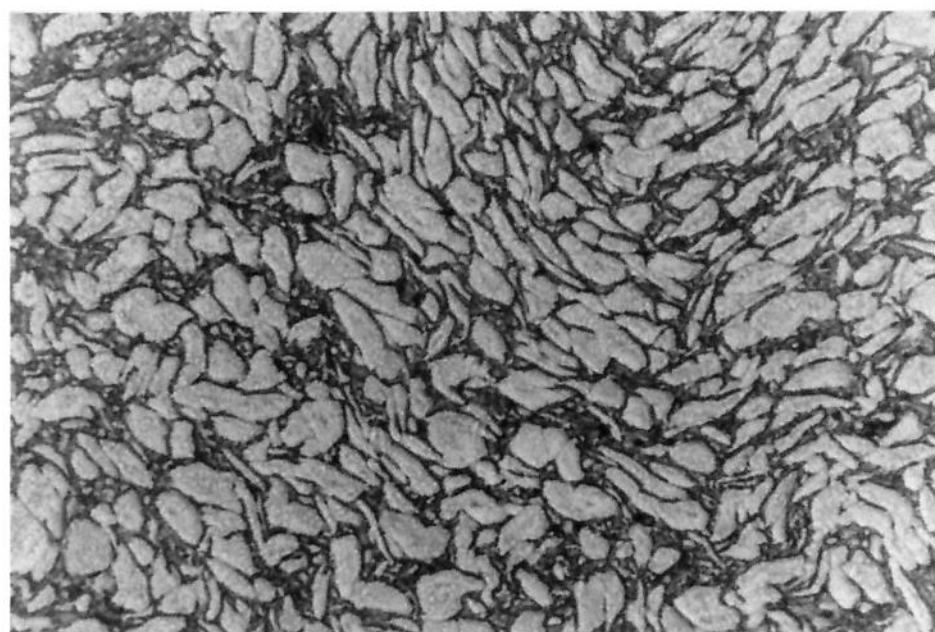


Figura 5.12 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo IV, laminada a quente. 800x

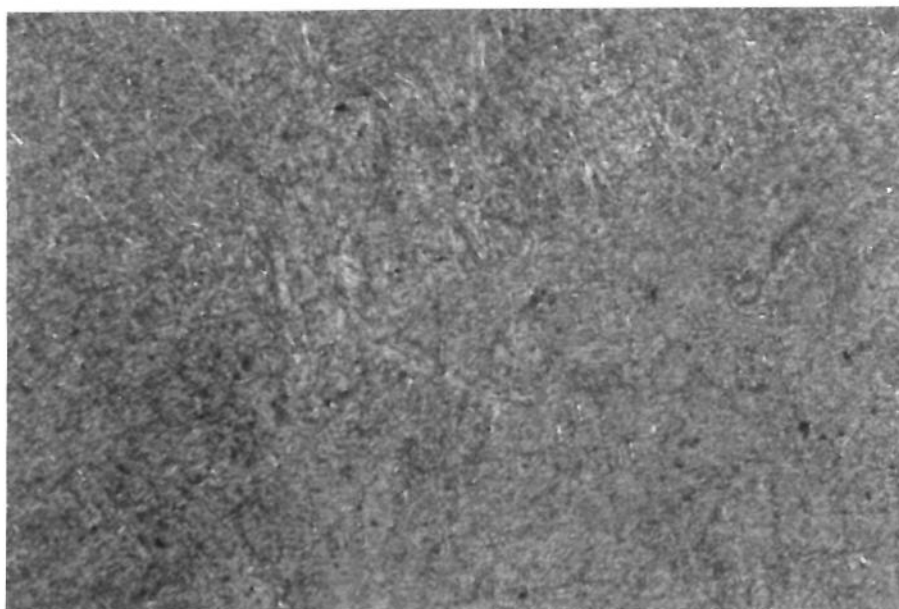


Figura 5.13 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, laminada a quente. 100x

No tocante à orientação das fases, percebe-se, através da figura 5.14, onde é mostrada a microestrutura da liga tipo V, após laminação a quente, que os grãos cristalinos estão alinhados na direção de laminação. Por outro lado, quando as amostras são observadas transversalmente, a microestrutura exibe orientação da fase α bastante aleatória, conforme é exibido na figura 5.15. Comparando a microestrutura das ligas tipo III, V e VI, contendo nióbio com estabilizador da fase β e laminadas a quente, observa-se que o aumento da quantidade de nióbio provoca aumento da fração volumétrica da mesma fase, conforme mostram as figuras 5.15, 5.16 e 5.17, respectivamente. Devido ao aumento da quantidade de nióbio no sistema, uma maior quantidade da fase β é estabilizada.

Em todos os casos estudados, não houve preocupação em estabelecer metodologia de tratamento térmico que modificasse significativamente as propriedades mecânicas da liga. Tal metodologia está associada ao procedimento de resfriamento da liga, bem como com etapas de recozimento em temperaturas elevadas, como forma de modificar a morfologia dos grãos cristalinos.

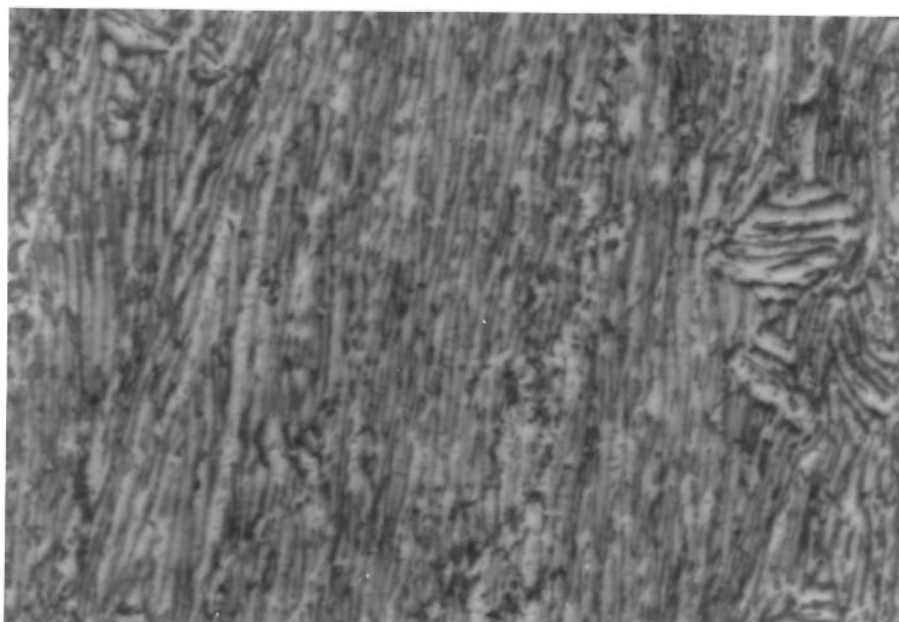


Figura 5.14 - Microestrutura da liga Ti-6Al-5Nb, tipo V, laminada a quente. 800x

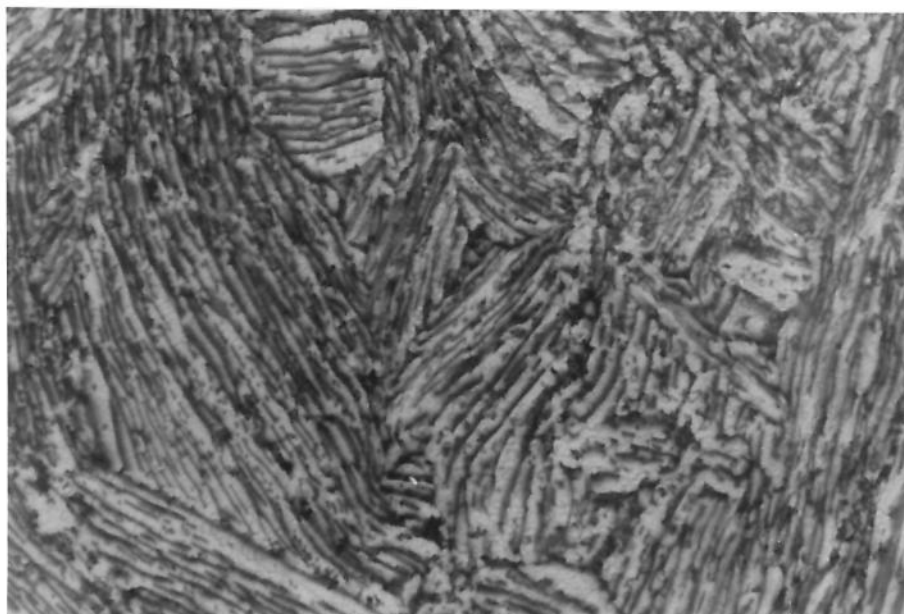


Figura 5.15 - Microestrutura da liga Ti-6Al-5Nb, tipo V, laminada a quente. 800x

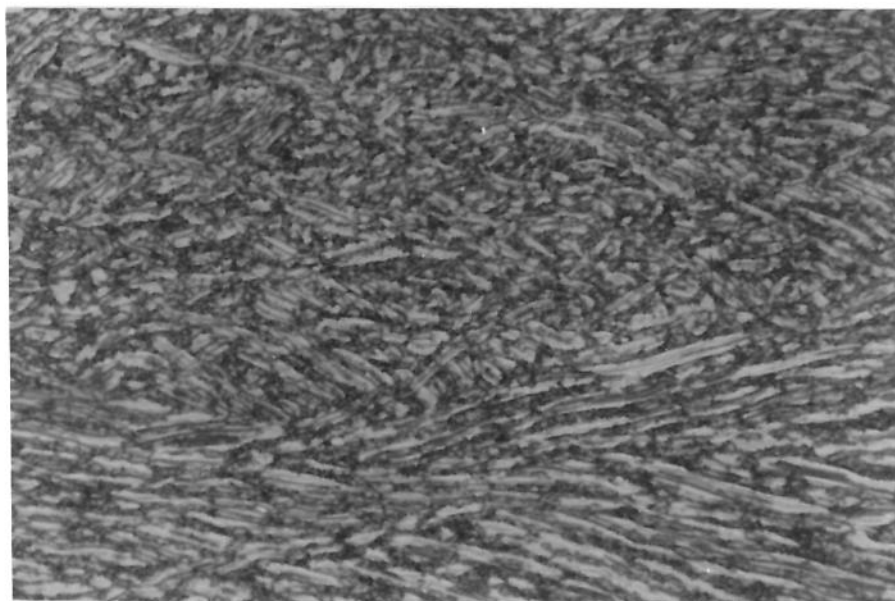


Figura 5.16 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo VI, laminada a quente. 800x

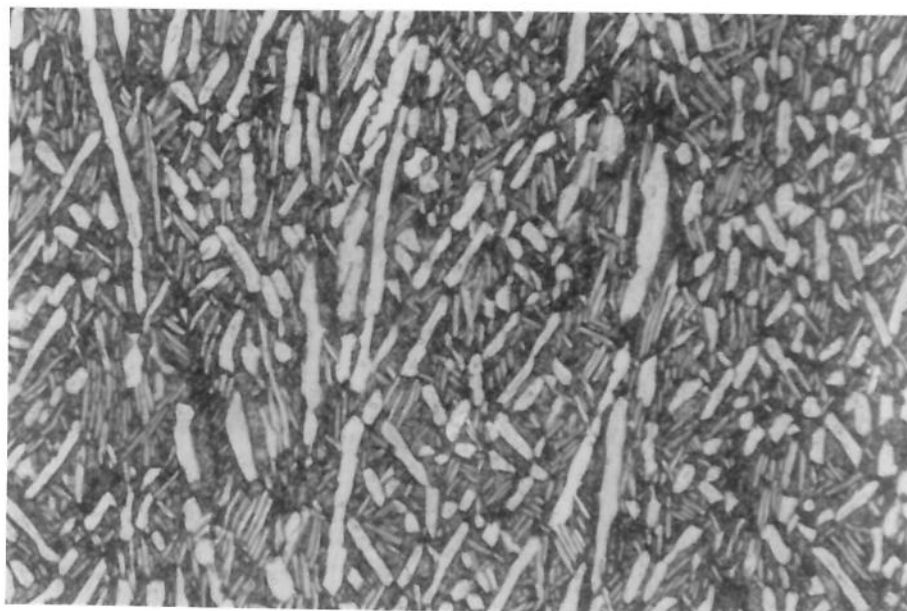


Figura 5.17 - Microestrutura da liga Ti-6Al-9Nb, tipo VI, laminada a quente. 800x

Todas as avaliações microestruturais das ligas citadas anteriormente foram executadas através de microscopia óptica. A análise através de microscopia eletrônica de varredura não permitiu chegar a resultados significativamente diferentes, como pode ser constatado através das figuras 5.18 e 5.19.

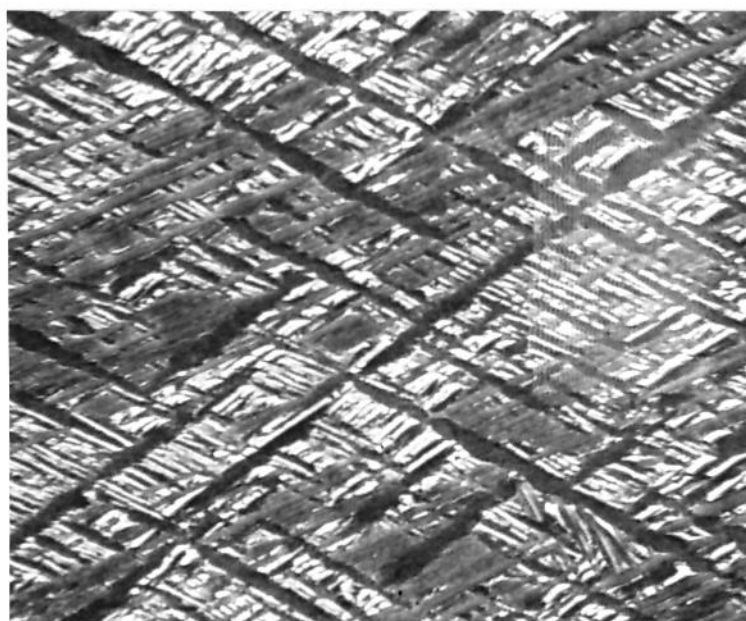


Figura 5.18 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, laminada a quente. 1.000x



Figura 5.19 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, laminada a quente. 5.000x

5.3. Análise Quantitativa e Qualitativa

Visando analisar a distribuição de alumínio e nióbio nas amostras preparada em forno a arco, das ligas tipo III, V e VI, as mesmas foram submetidas à microanálise quantitativa e qualitativa, realizada através de microscopia eletrônica de varredura. Apesar da precisão desse método não ser elevada, a mesma é suficiente para estabelecer o grau de homogeneidade dos lingotes.

5.3.a. Análise Quantitativa

As tabelas 5.1 a 5.3 apresentam os resultados obtidos na análise quantitativa da composição química junto às fases α e β e também junto a regiões onde ambas as fases estavam presentes. Este método, devido à utilização de amostras de referência, permite obter maior precisão que a análise qualitativa.

Tabela 5.1 - Resultados da análise quantitativa da composição química da liga Ti-6Al-5Nb.

Região	Fase α			Fase β			Região $\alpha+\beta$		
Elemento	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb
$\bar{X}$ (%)	90,21	5,11	4,68	91,13	4,51	4,36	90,83	4,59	4,58
σ_n (%)	0,62	0,41	0,26	0,54	0,36	0,27	0,28	0,14	0,15

Tabela 5.2 - Resultados da análise quantitativa da composição química da liga Ti-6Al-7Nb.

Região	Fase α			Fase β			Região $\alpha+\beta$		
Elemento	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb
$\bar{X}$ (%)	88,38	4,88	6,75	89,66	4,09	6,25	89,40	4,46	6,14
σ_n (%)	1,04	0,67	0,46	0,49	0,34	0,39	0,44	0,13	0,48

Tabela 5.3 - Resultados da análise quantitativa da composição química da liga Ti-6Al-9Nb.

Região	Fase α			Fase β			Região $\alpha+\beta$		
Elemento	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb
$\bar{X}$ (%)	85,40	5,83	8,77	86,46	5,18	8,36	86,42	5,22	8,36
σ_n (%)	0,27	0,31	0,42	0,31	0,14	0,30	0,41	0,22	0,27

Observando os resultados obtidos, nota-se que a fase α exibe maior quantidade de solutos, os elementos alumínio e nióbio, que a fase β . Tal tendência é observada para as três composições estudadas. Provavelmente, a razão para esta observação está ligada ao tipo de estrutura cristalina de cada fase. Além de tal fato, essa análise permitiu constatar que apesar de pequena, a quantidade de alumínio no sistema diminuiu, o que se deve à forma de preparação da liga, que envolve fusão em temperaturas elevadas.

5.3.b. Análise qualitativa

Nesta análise, foi utilizada uma amostra de geometria cilíndrica com aproximadamente 30mm de comprimento e 13mm de diâmetro. Em duas regiões da mesma, correspondentes, respectivamente, à parte central e as extremidades, determinou-se a composição através da técnica de análise qualitativa. As tabelas 5.4 a 5.9 mostram os resultados obtidos nesta análise, com o respectivo tratamento estatístico.

Tabela 5.4 - Resultados da análise qualitativa da liga Ti-6Al-5Nb na extremidade da amostra.

Região	Fase α			Fase β			Região $\alpha+\beta$		
Elemento	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb
$\bar{X}$ (%)	86,51	5,51	7,98	88,75	4,21	7,04	88,10	4,38	7,53
σ_n (%)	0,63	0,42	0,31	1,08	0,16	0,08	0,11	0,06	0,10

Tabela 5.5 - Resultados da análise qualitativa da liga Ti-6Al-5Nb no centro da amostra.

Região	Fase α			Fase β			Região $\alpha+\beta$		
Elemento	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb
$\bar{X}$ (%)	88,08	4,34	7,58	89,44	3,64	6,91	89,31	3,75	6,94
σ_n (%)	0,36	0,20	0,18	0,31	0,20	0,14	0,18	0,02	0,10

Tabela 5.6 - Resultados da análise qualitativa da liga Ti-6Al-7Nb na extremidade da amostra.

Região	Fase α			Fase β			Região $\alpha+\beta$		
Elemento	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb
$\bar{X}$ (%)	87,07	5,04	7,89	88,33	4,40	7,27	87,19	4,62	8,12
σ_n (%)	0,17	0,13	0,07	0,11	0,06	0,11	0,16	0,07	0,14

Tabela 5.7 - Resultados da análise qualitativa da liga Ti-6Al-7Nb no centro da amostra.

Região	Fase α			Fase β			Região $\alpha+\beta$		
Elemento	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb
$\overline{X}$ (%)	85,83	5,81	8,36	87,73	4,73	7,54	87,84	4,64	7,52
σ_n (%)	3,71	0,49	0,49	0,38	0,21	0,20	0,02	0,04	0,05

Tabela 5.8 - Resultados da análise qualitativa da liga Ti-6Al-9Nb na extremidade da amostra.

Região	Fase α			Fase β			Região $\alpha+\beta$		
Elemento	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb
$\overline{X}$ (%)	86,57	4,12	9,31	88,40	3,35	8,25	87,83	3,55	8,63
σ_n (%)	0,32	0,31	0,06	0,46	0,37	0,22	0,21	0,08	0,11

Tabela 5.9 - Resultados da análise qualitativa da liga Ti-6Al-9Nb no centro da amostra.

Região	Fase α			Fase β			Região $\alpha+\beta$		
Elemento	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb	Ti	Al	Nb
$\overline{X}$ (%)	85,32	4,46	10,22	86,07	4,31	9,62	85,84	4,35	9,81
σ_n (%)	0,48	0,32	0,28	0,24	0,16	0,11	0,14	0,07	0,07

Observando as tabelas 5.4 a 5.9 conclui-se que a fase α contém mais soluto (Al e Nb) que a fase β , independente da composição química. Comparando a distribuição dos elementos de liga (Al e Nb), no centro e na extremidade da amostra, perceber-se que os mesmos se encontram distribuídos de maneira homogênea ao longo do lingote.

O processo de preparação da liga é executado em cadinho de cobre refrigerado. Após a fusão dos elementos, a solidificação da liga ocorre rapidamente, o que limita bastante a segregação de soluto ao longo da amostra.

5.4. Análise por Difração de Raios-X

A análise por difração de raios-X foi realizada visando identificar as fases presentes, inclusive intermetálicos, nas ligas estudadas. Com a finalidade de comparar as características cristalinas das fases presentes nas ligas de titânio contendo nióbio, com aquelas contendo

vanádio, foram realizados exames em amostras de titânio puro e das ligas com as composições: Ti-6Al-4V, Ti-6Al-5Nb, Ti-6Al-7Nb e Ti-6Al-9Nb.

Os resultados obtidos com a liga Ti-6Al-4V mostram a presença do composto intermetálico Ti_3Al , de estrutura hexagonal, conforme carta 9-98 fornecida pela Philips Electronic Instruments, Inc (anexo I). Em relação a tal composto, as distâncias interplanares encontradas no difratograma, em ordem decrescente de intensidade foram: $d=2,205 \text{ \AA}$, $d=2,320 \text{ \AA}$, $d=1,700 \text{ \AA}$, $d=1,315 \text{ \AA}$, que correspondem, respectivamente, aos planos (201), (002), (202) e (203). A fase α , de estrutura hexagonal, conforme carta 5-682 (anexo I) foi identificada através de diversos picos do difratograma. Porém, devido ao fato da análise não ter sido feita com a amostra em pó, a ordem de intensidade desses picos não foi a mesma daquela que se encontra na carta 5-682 (anexo I). As três primeiras distâncias interplanares, em ordem decrescente, de acordo com o difratograma obtido, foram: $d=2,244 \text{ \AA}$, $d=2,557 \text{ \AA}$ e $d=2,342 \text{ \AA}$, que correspondem aos planos (101), (100), (002) respectivamente. Os picos associados a esses planos ocorreram em 2θ igual a $40,1^\circ$; $38,4^\circ$ e $35,1^\circ$. A análise do difratograma revela que a identificação da fase β é mais complexa que a identificação da fase α . De acordo com os dados da carta 5-682 (anexo I) e considerando a natureza da estrutura da fase β e o valor do raio atômico do titânio ($1,445 \text{ \AA}$), a distância interplanar do plano (110) dessa fase é de $2,359 \text{ \AA}$, que corresponde à ocorrência de um pico em $2\theta=38,1^\circ$. Assim, entre 38° e 41° , ocorreriam diversos picos, relativos aos planos (002) e (101), da fase α e ao plano (110), da fase β , e devido à proximidade dos mesmos, torna-se difícil obter, com exatidão, o ângulo de cada plano. Os picos dos planos da fase α podem ser determinados com relativa facilidade, o que não ocorre com os picos da fase β . Entretanto, as características de formação da fase α , levam à sobreposição de picos, típica da fase β , o que permite a determinação dos ângulos dos picos de seus planos. Como a precipitação da fase α ocorre a partir da fase β , a existência de precipitados no interior do grão dessa última fase, pode resultar no aparecimento de dois picos associados a um mesmo plano. O primeiro é relativo ao plano da fase β com distância interplanar não afetada pelo precipitado e o outro é relativo à distância interplanar, do mesmo plano, alterada pela presença do precipitado. [Hiltz, 1957]

Observando o difratograma da liga Ti-6Al-4V é possível constar a ocorrência do citado pico com valor próximo a $38,5^\circ$. A partir do cálculo teórico do ângulo de ocorrência do próximo plano da fase β (200), chega-se ao valor $2\theta=55^\circ$. Apesar de ter baixa intensidade, o plano foi identificado no difratograma da liga analisada. A análise da liga Ti-6Al-5Nb resultou na identificação de dois compostos intermetálicos: o Ti_3Al e o Ti_4Nb . Como no caso da liga Ti-6Al-4V, o composto Ti_3Al tem as seguintes distâncias interplanares (em ordem decrescente de intensidade): $d=2,205 \text{ \AA}$, $d=2,320 \text{ \AA}$, $d=1,700 \text{ \AA}$ e $d=1,315 \text{ \AA}$, que

correspondem aos planos (201), (002), (202) e (203), respectivamente. O composto intermetálico Ti_4Nb , de estrutura ortorrômbica, se encontra na carta 17-102 (anexo I). As distâncias interplanares encontradas no difratograma, em ordem decrescente de intensidade, foram: $d=2,321 \text{ \AA}$, $d=1,322 \text{ \AA}$, $d=1,440 \text{ \AA}$ e $d=1,743 \text{ \AA}$, que correspondem aos planos (002), (220), (130) e (112), respectivamente. A fase α na liga Ti-6Al-5Nb, foi identificada da mesma forma que na liga Ti-6Al-4V. As distâncias interplanares permaneceram as mesmas. Novamente, com relação à fase β , sua identificação, apesar de mais complexa, pode ser feita da mesma forma realizada no caso da liga Ti-6Al-4V. Os resultados obtidos da análise da liga Ti-6Al-5Nb foram confirmados nas análises das ligas Ti-6Al-7Nb e Ti-6Al-9Nb. Em todos os casos estudados, a identificação da fase β foi bastante complexa e apenas foi possível através da presença da sobreposição de planos, conforme mostra a figura 5.20. Tal resultado foi obtido durante o ensaio da liga Ti-6Al-7Nb.

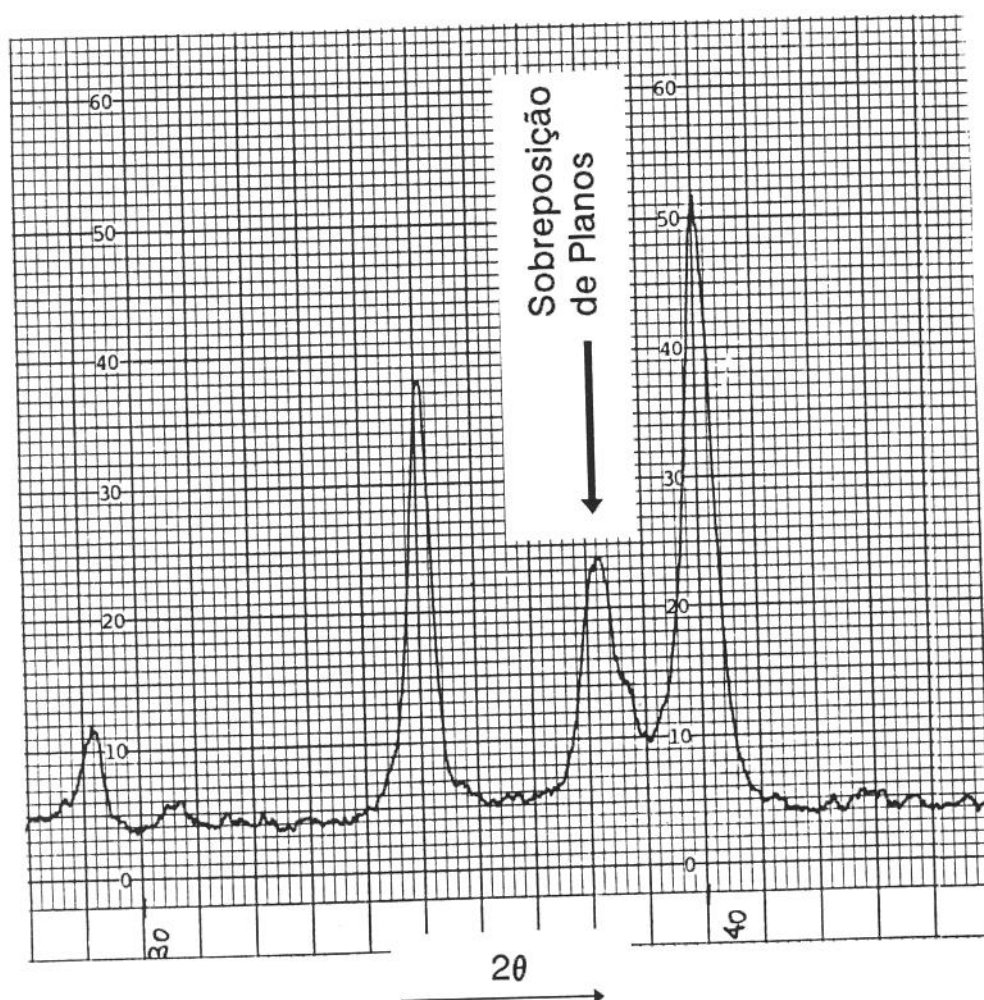


Figura 5.20 - Sobreposição de planos resultante da interferência de precipitados da fase α em grão da fase β , na liga Ti-6Al-7Nb e correspondente ao plano (110), fase β .

5.5. Ensaio de Dureza

As tabelas 5.10 a 5.13 mostram os resultados obtidos nos ensaios de dureza, com o respectivo tratamento estatístico. Com a finalidade de analisar a dureza de cada fase, foi utilizada a técnica de microdureza. A tabela 5.10 mostra os resultados obtidos para a liga Ti-6Al-7Nb. Os valores obtidos neste ensaio foram comparados entre si, onde foram notadas diferenças entre os valores associados a cada fase. A fase β apresentou valor de dureza pouco maior em relação à fase α . É necessário salientar que os valores obtidos exibem grande dispersão em torno da média. Devido às dimensões das fases α e β , as medidas não representam valores totalmente coerentes, pois a dureza de uma fase provavelmente interferiu na medida de dureza da outra fase.

Nos resultados dos ensaios com amostras no estado bruto de fusão, conforme tabela 5.11, observa-se que a dureza da liga Ti-6Al-4V é levemente superior ao das ligas Ti-6Al-5Nb, Ti-6Al-7Nb e Ti-6Al-9Nb. Após a laminação a quente das ligas de titânio $\alpha+\beta$ em questão, obteve-se um aumento no valor de sua dureza conforme observa-se na tabela 5.12. Tal fato é resultado do refinamento da microestrutura obtido pela recristalização e homogeneização da mesma. Entretanto, no valor da dureza da liga Ti-6Al-7Nb houve um aumento proporcionalmente maior em relação as demais ligas, passando esta liga a apresentar um valor de dureza superior ao das demais ligas, e com uma menor dispersão nos valores. Neste mesmos ensaios de dureza, comparou-se valores obtidos entre as ligas Ti-6Al-4V produzida pela Eletrometal, conforme mostra a tabela 5.13, com os valores obtidos na liga Ti-6Al-4V preparada em forno de fusão a arco. Desta comparação, observa-se que os valores de dureza das ligas tipo II, V, III, VI, no estado bruto de fusão, tem valores próximos, conforme mostra a tabela 5.11.

Tabela 5.10 - Resultados obtidos nos ensaios de microdureza Vickers (HV10) da liga Ti-6Al-7Nb e microestrutura associada ao estado bruto de fusão.

Fase	$\bar{X}$	σ_n
fase α	294,1	18,1
fase β	325,9	84,4

Das ligas de titânio Ti-6Al-7Nb tipo IV e mostradas na tabela 5.13, a recozida apresentou valor de dureza maior em relação à laminada a quente. Isto mostra que o tratamento térmico após a laminação, permite modificar bastante as propriedades mecânicas

da liga. Quando a dureza da liga tipo IV, laminada a quente, é comparada com a dureza das ligas obtidas em laboratório (tipo II, III, V e VI), observa-se que a importada apresenta valores próximos aos da liga que se encontra em seu estado bruto de fusão e inferiores ao estado laminado a quente. Isto confirma que o tratamento termomecânico das ligas de titânio aqui investigadas, é etapa fundamental na otimização das propriedades mecânicas das mesmas. Com tais tratamentos é possível obter microestruturas totalmente diferentes das obtidas após a fusão da liga.

Tabela 5.11 - Resultados obtidos nos ensaios de Dureza Vickers (HV) com microestrutura associada ao estado bruto de fusão.

Liga	$\bar{X}$	σ_n
Tipo II	316,8	6,8
Tipo V	314,6	15,2
Tipo III	311,0	14,0
Tipo VI	304,0	9,5

Tabela 5.12 - Resultados obtidos nos ensaios de Dureza Vickers (HV) com microestrutura associada ao estado laminado a quente.

Liga	$\bar{X}$	σ_n
Tipo II	327,1	7,2
Tipo V	326,0	7,7
Tipo III	331,4	3,9
Tipo VI	323,4	5,9

Tabela 5.13 - Resultados obtidos nos ensaios de Dureza Vickers (HV) referente a algumas ligas comerciais.

Liga	$\bar{X}$	σ_n
Tipo I	313,0	10,5
Tipo IV *	351,0	6,2
Tipo IV **	326,8	10,1

* Recozida ** Laminada a quente

5.6. Ensaio de Tração

Na análise dos resultados dos ensaios de tração, optou-se em apresentá-los em forma de tabelas, com o respectivo tratamento estatístico. As tabelas 5.14 a 5.19 mostram estes resultados. Devido às dimensões reduzidas dos corpos de prova, o que elevou as dificuldades experimentais, tais resultados exibem dispersão de valores.

Tabela 5.14 - Valores obtidos nos ensaios de tração da liga tipo V. (Laminada a quente)

Propriedade Mecânica	$\bar{X}$	σ_n
Tensão limite de escoamento (MPa)	465	16
Tensão limite de resistência (MPa)	708	3
Alongamento (%)	5,3	0,4
Módulo de Elasticidade (GPa)	103	9

Tabela 5.15 - Valores obtidos nos ensaios de tração da liga tipo III. (Laminada a quente)

Propriedade Mecânica	$\bar{X}$	σ_n
Tensão limite de escoamento (MPa)	548	43
Tensão limite de resistência (MPa)	668	7
Alongamento (%)	4,9	0,2
Módulo de Elasticidade (GPa)	105	11

Tabela 5.16 - Valores obtidos nos ensaios de tração da liga tipo VI. (Laminada a quente)

Propriedade Mecânica	$\bar{X}$	σ_n
Tensão limite de escoamento (MPa)	701	16
Tensão limite de resistência (MPa)	777	10
Alongamento (%)	4,3	0,3
Módulo de Elasticidade (GPa)	106	4

Tabela 5.17 - Valores obtidos nos ensaios de tração da liga tipo I. (Trabalhada a quente)

Propriedade Mecânica	$\bar{X}$	σ_n
Tensão limite de escoamento (MPa)	743	7
Tensão limite de resistência (MPa)	941	22
Alongamento (%)	6,8	0,8
Módulo de Elasticidade (GPa)	100	2,5

Tabela 5.18 - Valores obtidos nos ensaios de tração da liga tipo II. (Laminada a quente)

Propriedade Mecânica	$\bar{X}$	σ_n
Tensão limite de escoamento (MPa)	813	74
Tensão limite de resistência (MPa)	995	52
Alongamento (%)	8,2	8,2
Módulo de Elasticidade (GPa)	109	6,6

Tabela 5.19 - Valores obtidos nos ensaios de tração do titânio puro (Laminada a quente)

Propriedade Mecânica	$\bar{X}$	σ_n
Tensão limite de escoamento (MPa)	296	20
Tensão limite de resistência (MPa)	409	6
Alongamento (%)	13,8	0,8
Módulo de Elasticidade (GPa)	71	5

Comparando-se os resultados das tabelas 5.14 a 5.16, onde analisou-se o efeito do nióbio na liga, nota-se que o aumento do teor do mesmo produz diminuição nos valores do módulo de elasticidade e da ductilidade. Por outro lado, o aumento de nióbio causa o aumento dos valores da tensão limite de escoamento.

Além disso, comparando-se a liga tipo II (Ti-6Al-4V), conforme tabela 5.18, com a liga tipo I, conforme tabela 5.17, nota-se que a tipo II apresenta propriedades mecânicas superiores em relação à liga tipo I. Finalmente, comparando-se a liga contendo nióbio (tipo III), conforme tabela 5.15, com a liga contendo vanádio (tipo II), conforme tabela 5.18, observa-se que a última apresenta propriedades mecânicas superiores em relação a tipo III.

Dos resultados apresentados, constata-se que a liga Ti-6Al-7Nb tem propriedades mecânicas inferiores que as da liga Ti-6Al-4V, porém superiores às propriedades do titânio puro, conforme mostra tabela 5.20. Novamente, fica claro que o tratamento termomecânico empregado nas amostras obtidas no forno a arco não foi otimizado. Dentre as possíveis variações desse tratamento, objetivando sua otimização, pode-se destacar o aumento da taxa de deformação, o recozimento e o controle do resfriamento da liga após o tratamento térmico.

5.7. Ensaio de Biocompatibilidade

A análise da biocompatibilidade "in vitro" foi realizada analisando-se a resposta celular de cultura de macrófagos retirado do peritônio de camundongos e mantidos em meio apropriado de cultivo. Corpos de prova circulares com diâmetro de 6 mm e espessura de 0,25 mm, com acabamento superficial realizado com lixa de grana 1200 através de polimento mecânico, foram incubados neste meio de cultura e observados após 12, 24, 48 e 72 horas comparando-se o aspecto das células, o arranjo nuclear e a tendência a aglomeração dos núcleos com o controle. De maneira simplificada, a análise da manifestação contrária das culturas seria concretizada através da reunião das células em pontos específicos, o que resultaria na formação de regiões com grande concentração de núcleos citológicos.

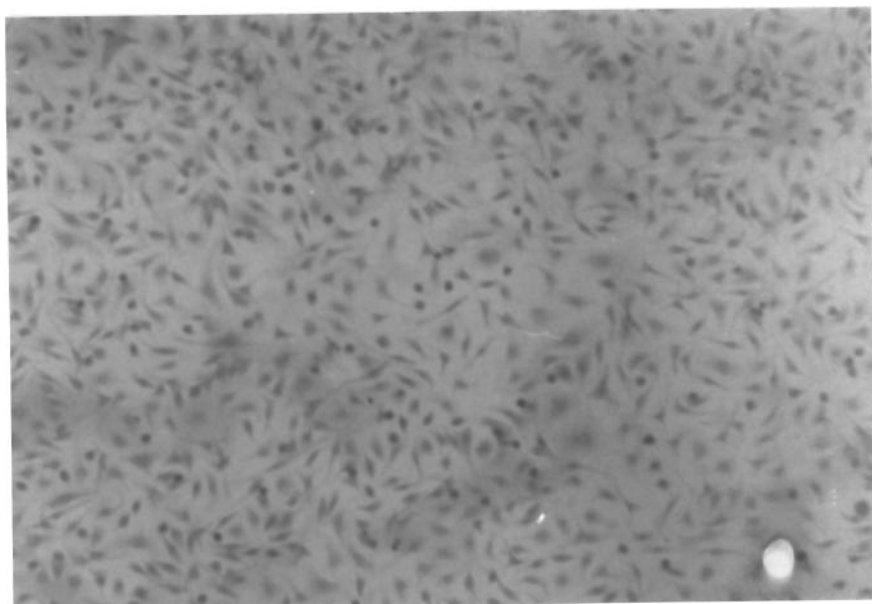


Figura 5.21 - Cultura de células macrófagos sem contato material denominada "controle".
100x

A cultura controle está apresentada na figura 5.21. Nesta micrografia constata-se que não ocorre, como esperado, qualquer concentração de núcleos. As figuras 5.22, 5.23 e 5.24, apresentam, respectivamente, culturas em contato com o titânio puro, com a liga Ti-6Al-4V e com a liga Ti-6Al-7Nb, após 48 horas de contato.

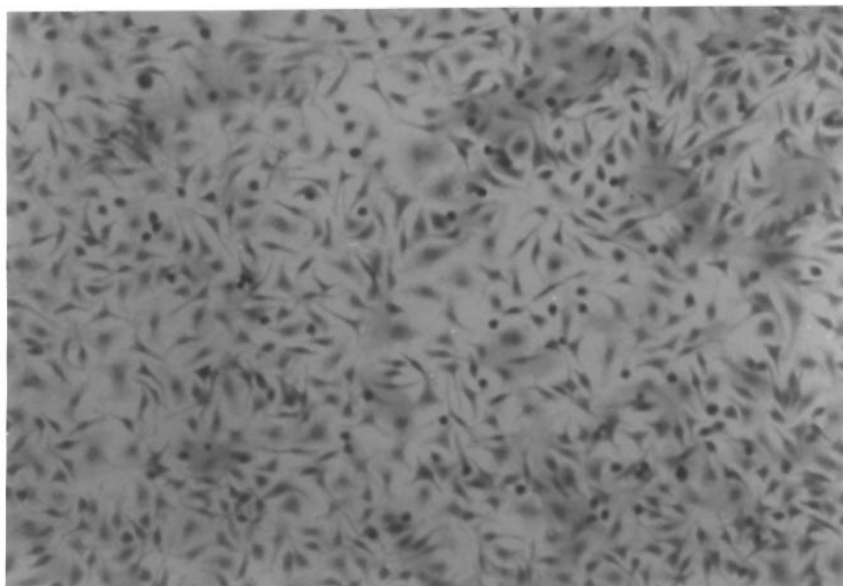


Figura 5.22 - Cultura de células macrófagas em contato íntimo com o titânio puro. 100x



Figura 5.23 - Cultura de células macrófagas em contato íntimo com a liga Ti-6Al-4V. 100x

Do ponto de vista morfológico, os quatro grupos experimentais não revelaram diferenças significativas em todos os períodos experimentais estudados. Assim, a partir do ensaio "in vitro", considerando apenas os aspectos morfológicos exibidos pelos componentes celulares nas culturas os três materiais estudados não mostraram sinais sugestivos de toxicidade.

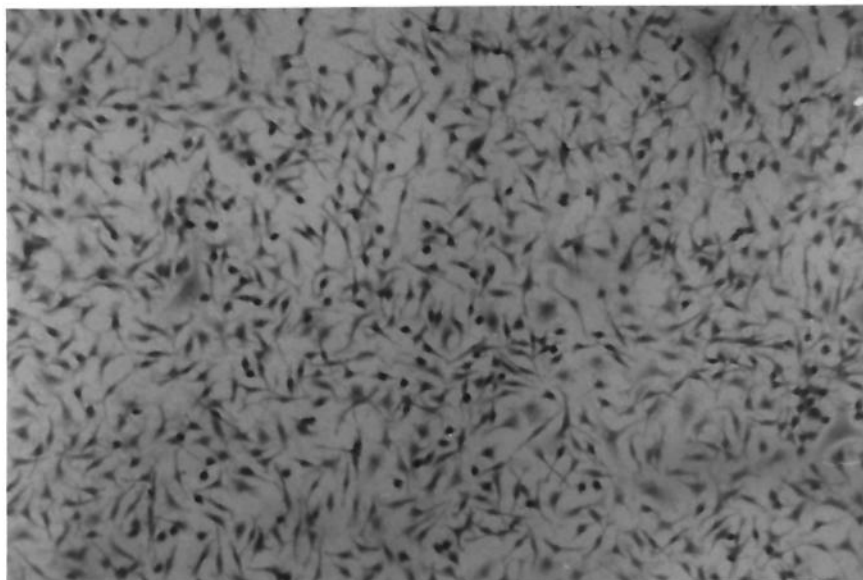


Figura 5.24 - Cultura de células macrófagas em contato íntimo com a liga Ti-6Al-7Nb. 100x

5.8. Ensaio de Corrosão

A figura 5.25, 5.26 e 5.27 exibem, respectivamente, curvas de polarização anódica do titânio puro, da liga Ti-6Al-4V (tipo II) e da liga Ti-6Al-7Nb (tipo III), que foram obtidas em solução de 3,5% de NaCl, pH 6, com varredura de potencial de 0,2mV/s. Antes de cada medida, a superfície dos eletrodos foi preparada de acordo com o escrito no item 4.7.

A evolução da intensidade de corrente em função do potencial (versus Eletrodo de Calomelano Saturado), pode ser empregada na avaliação da resistência à corrosão de um material, em um dado meio corrosivo. Nessas curvas, a parte inicial representa o início do processo de corrosão, onde o metal tem interação direta com o meio, sofrendo, portanto, corrosão ativa.

Numa etapa seguinte, onde a intensidade de corrente torna-se constante, ocorre a formação da camada de passivação, constituída por óxidos dos metais presentes e que

protege o metal do processo de corrosão. No terceiro estágio, com o aumento do potencial, a camada de passivação é rompida e deixa de proteger o metal. Portanto, a obtenção de uma curva de polarização anódica permite estabelecer o grau de resistência à corrosão de um metal, que é representado pela extensão da faixa de potencial associada à existência da camada de passivação, bem como pela intensidade de corrente de passivação.

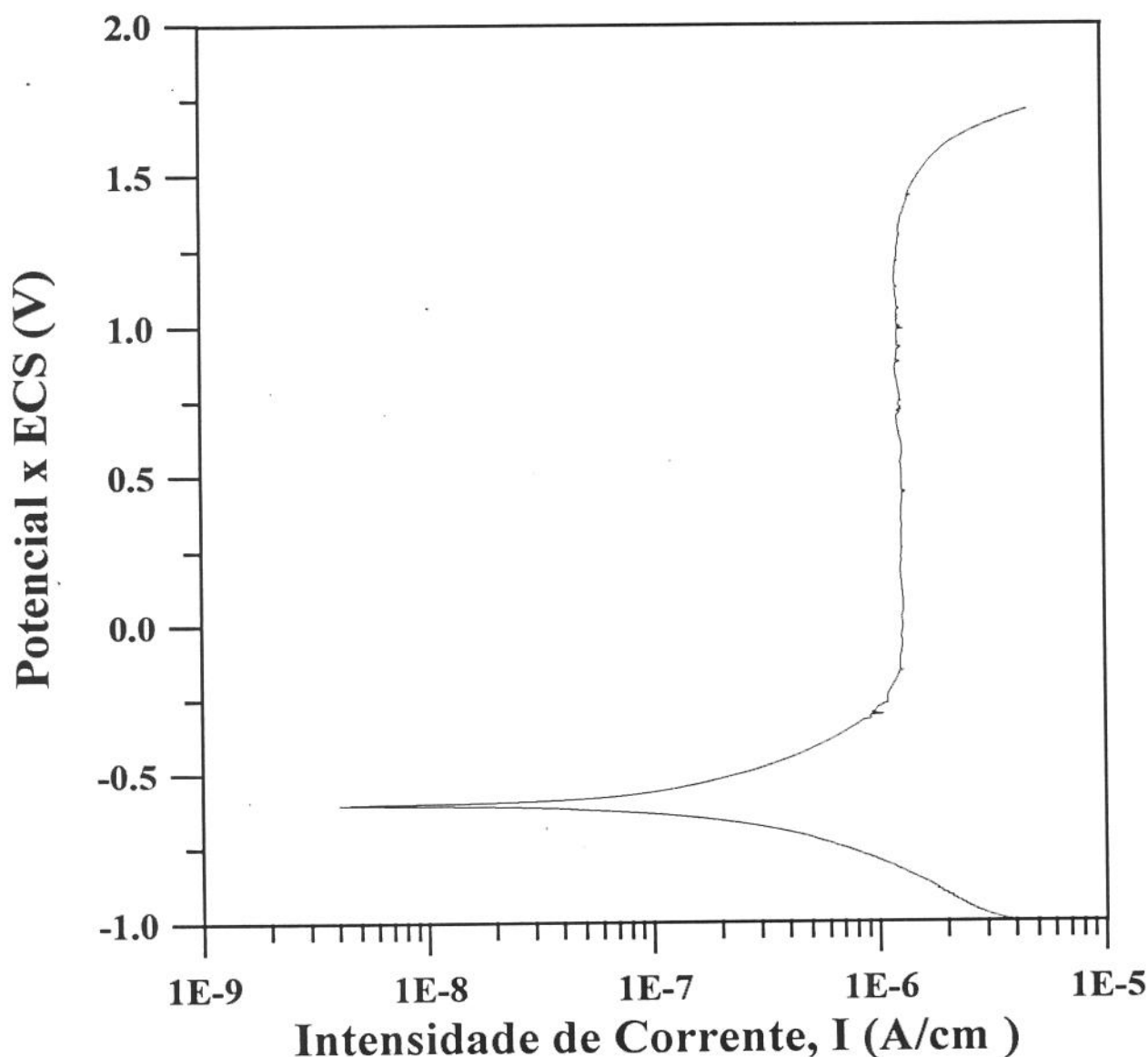


Figura 5.25 - Curva de polarização anódica do titânio puro.

Comparando-se os resultados obtidos para as ligas mencionadas, nota-se que a camada de passivação do titânio puro (figura 5.25), é formada em -0,25V e é rompida em +1,4V. A corrente de passivação foi superior a 10^{-6} A/cm^2 . A curva de polarização da liga

Ti-6Al-4V (figura 5.26), mostra a formação da camada de passivação em -0,25V e sua ruptura em +1,35V. A corrente de passivação nesse caso foi inferior a 10^{-7} A/cm^2 . Finalmente, para o caso da liga Ti-6Al-7Nb (figura 5.27), a camada de passivação é formada em -0,4V, com corrente de passivação próxima a 10^{-8} A/cm^2 .

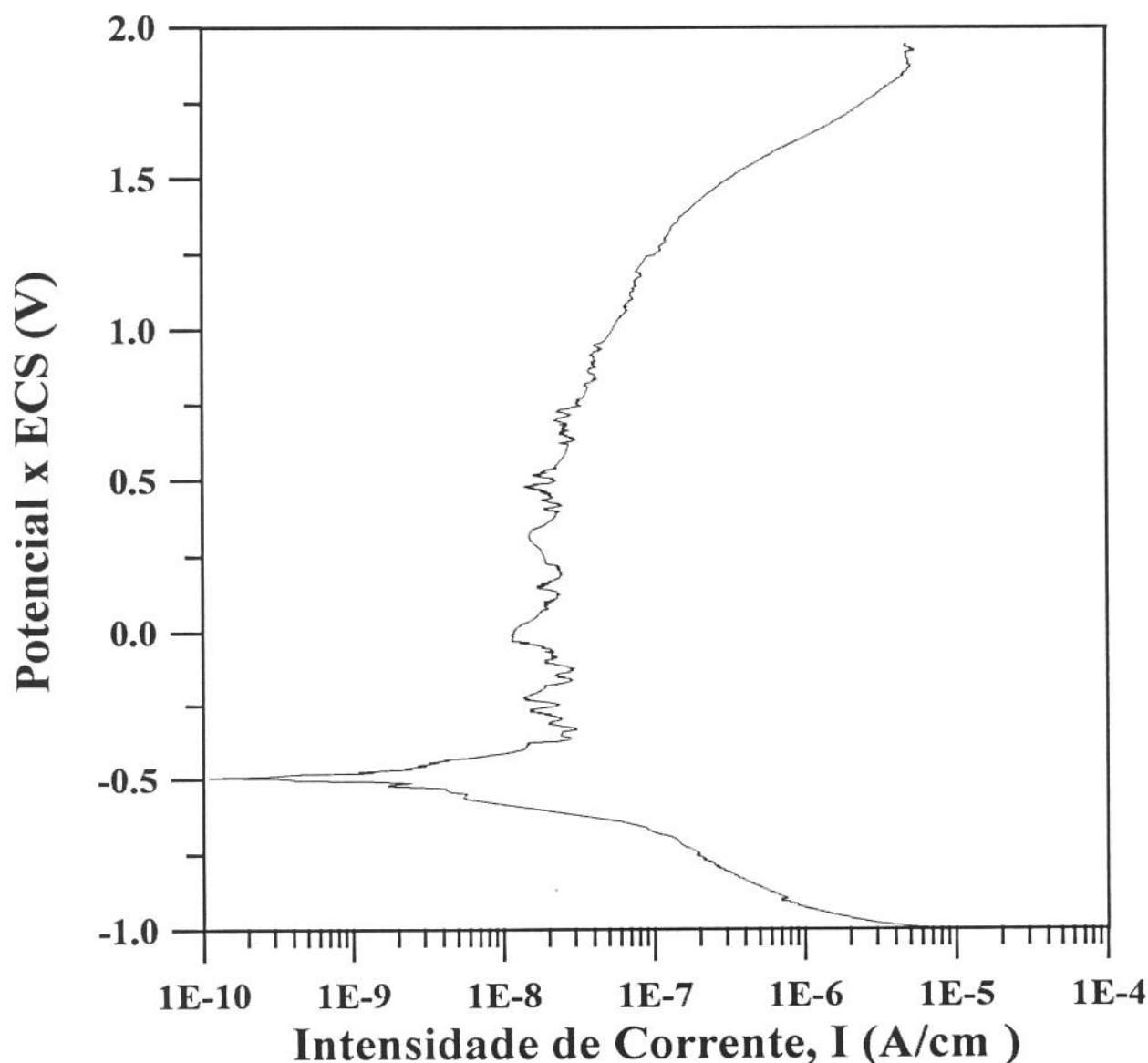


Figura 5.26 - Curva de polarização anódica da liga Ti-6Al-7Nb (liga tipo III).

No caso da liga Ti-6Al-7Nb, um fenômeno interessante, conhecido como efeito válvula, foi observado. Nesse caso, a camada de passivação sofre um processo contínuo de ruptura parcial e regeneração. Tal fenômeno, provavelmente, está ligado à existência de Nb

na liga. [Gatti, 1991] O rompimento definitivo da camada de passivação, apenas ocorreu acima de +1,3V.

Da análise dos resultados desses três materiais, pode-se afirmar que ambas as ligas apresentam resistência à corrosão superior ao metal puro, pois a corrente de passivação nesse último caso é significativamente superior às corrente de passivação obtidas nos estudos das ligas contendo vanádio e nióbio. Com relação à extensão da faixa de potencial, ligada à camada de passivação, os resultados indicam que os três materiais têm comportamento semelhante.

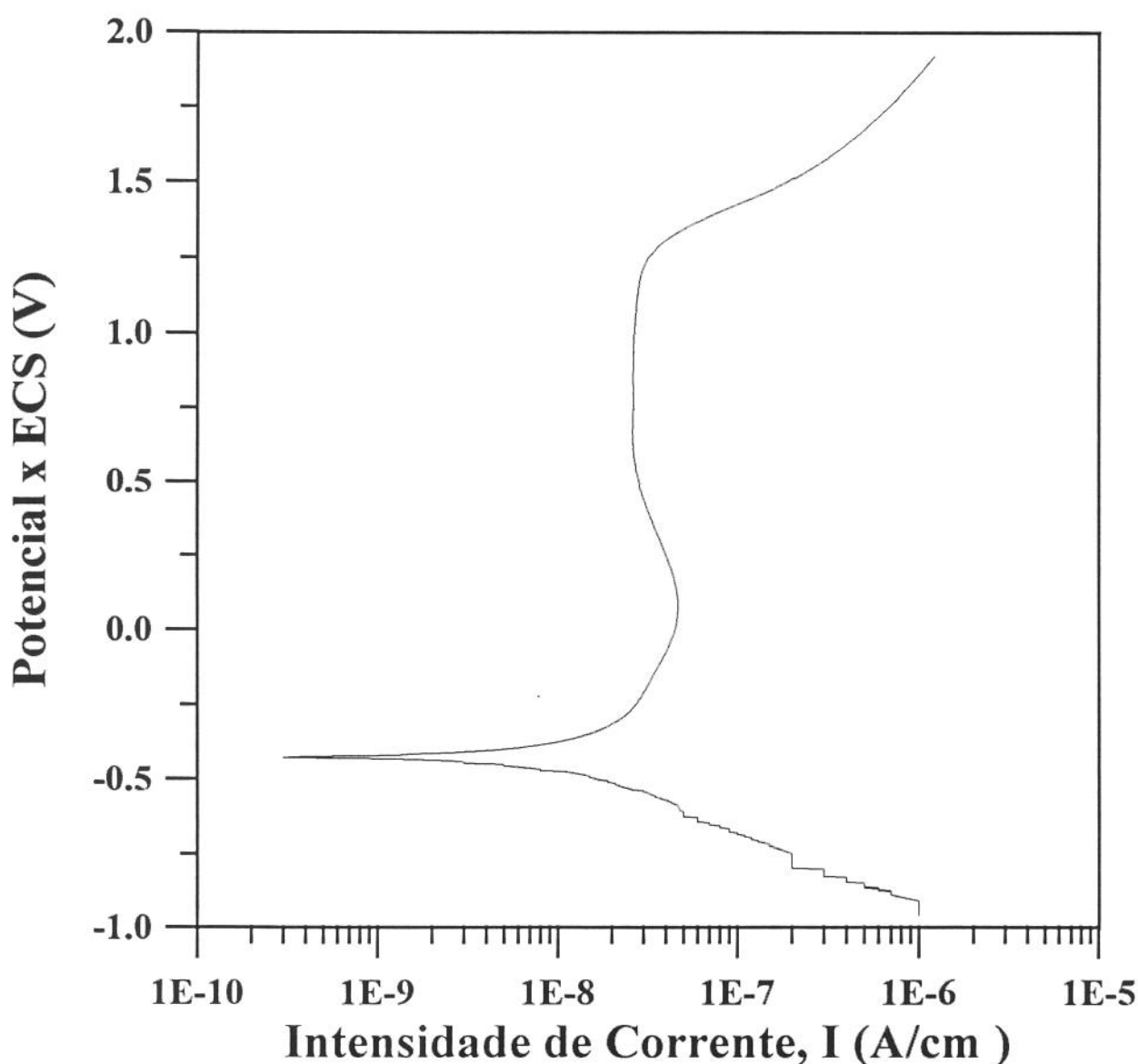


Figura 5.27 - Curva de polarização anódica da liga Ti-6Al-4V (liga tipo II).

6. CONCLUSÕES

Após a elaboração do presente trabalho, que teve como fim a preparação e caracterização da liga Ti-6Al-7Nb para ser aplicada na fabricação de próteses coxo-femorais, as seguintes conclusões foram obtidas:

a. A preparação da liga em forno a arco, pela fusão de titânio, nióbio e alumínio em alta temperatura, provou ser eficaz em escala laboratorial. A análise constitucional, em diversas regiões das amostras obtidas, resultou na constatação de que o processo de preparação da liga permite obter nível de homogeneidade bastante razoável;

b. A análise microestrutural, pela comparação com ligas de titânio utilizadas na fabricação de próteses coxo-femorais, revelou que a liga Ti-6Al-7Nb apresenta características semelhantes, no tocante à morfologia das fases presentes, tamanho de grão e homogeneidade da microestrutura;

c. A análise por difração de raios-X permitiu constatar a presença das fases α e β , como de compostos intermetálicos de titânio, alumínio e nióbio. Apesar de envolver dificuldades mais elevadas, a identificação da fase β apenas foi possível a partir do estudo da formação da fase α , que em alguns casos é nucleada no interior da fase β ;

d. A avaliação das propriedades mecânicas da liga Ti-6Al-7Nb, obtida no presente trabalho, através dos ensaios de dureza e de tração permitem afirmar que esta liga, em comparação com o titânio puro, com a liga Ti-6Al-4V e com a liga Ti-6Al-7Nb, de origem importada, tem condições de ser utilizada como próteses ortopédicas. Considerando que os tratamentos termomecânicos empregados no presente trabalho não foram otimizados, os valores de resistência mecânica, dureza, alongamento e módulo de elasticidade da citada liga são próximos aos obtidos em ligas comerciais importadas. A otimização da etapa de tratamento termomecânico permitiria incrementar tais propriedades;

e. Os testes de biocompatibilidade "in vitro" realizados com a liga Ti-6Al-7Nb, em culturas de células macrófagas, demonstraram que essa liga não exhibe sinais de citotoxicidade. Além disso, considerando que não houve sinais de fagocitose, de acordo com os resultados do referido teste, tal liga não é tida como um corpo estranho à cultura de células;

f. Os ensaios de corrosão da liga Ti-6Al-7Nb revelaram que a mesma tem resistência igual ou superior ao titânio puro, bem como à liga Ti-6Al-4V, amplamente utilizada em implantes;

g. Finalmente, a partir da constatação de que um material a ser empregado em implantes deve satisfazer os requisitos de biocompatibilidade, estabilidade química, funcionalidade e permitir esterilização, pode-se afirmar que a liga Ti-6Al-7Nb tem condição de ser empregada na confecção de próteses coxo-femorais.

PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS

O presente trabalho envolve aspectos gerais da preparação e caracterização da liga Ti-6Al-7Nb, para ser aplicada em próteses coxo-femorais e é fruto da interação de diferentes áreas de conhecimento, tanto das diretamente ligadas à ciência e engenharia de materiais, como as ligadas às ciências médicas. Como forma de aprofundar esta pesquisa, as seguintes sugestões para trabalhos futuros, a respeito da liga Ti-6Al-7Nb, podem ser listadas:

a. Teste de biocompatibilidade "in vitro", em outros tipos de culturas, como a de células osteoblásticas;

b. Teste de biocompatibilidade "in vivo", em cobaias, utilizando metal em pó sobre tecido muscular e através de implante sobre o tecido ósseo das mesmas;

c. Ensaios de propriedades mecânicas, visando analisar as propriedades ligadas à fadiga da liga Ti-6Al-7Nb, em meio agressivo e que retrate as condições onde o implante será utilizado;

d. Análise das transformações de fase resultantes de tratamentos termomecânicos da liga Ti-6Al-7Nb;

e. Estudos de fenômenos decorrente da forma de preparação da liga, mais especificamente, o processo de solidificação, objetivando investigar os aspectos morfológicos, tamanho de grão, segregação de soluto e homogeneidade da microestrutura;

f. Otimização dos processos de tratamentos termomecânicos da liga Ti-6Al-7Nb, com o objetivo de otimizar as propriedades mecânicas da mesma.

ÍNDICE DE FIGURAS E TABELAS

Índice de Figuras

Figura 1.1 - Exemplos de utilização de próteses no corpo humano.	03
Figura 2.1 - Transformações alotrópicas do titânio puro.	07
Figura 2.2 - Parte do diagrama de fases de ligas de titânio contendo estabilizadores α e β .	12
Figura 2.3 - Secção "vertical" da liga Ti-Al-V versus T em equilíbrio de fase sólido para 4% a 7% de Al.	18
Figura 2.4 - Secção "vertical" da liga Ti-Al-V versus T em equilíbrio de fase sólido para 2%, 4%, 6% e 8% de V.	19
Figura 2.5 - Secções isotérmicas "horizontais" das ligas Ti-Al-V versus T em equilíbrio de fases para as temperaturas indicadas. O círculo sólido (•) representa a Ti-6Al-4V.	20
Figura 2.6.a - Liga Ti-1Mo com microestrutura de fase α , com formação da fase β no contorno de grão em forma de estrutura lamelar.	21
Figura 2.6.b - Liga Ti-1Mo resfriada ao ar, com menos contornos de grãos da fase α que em "a" e, colônias de estrutura lamelar com diversas orientações.	21
Figura 2.6.c - Liga Ti-4Al-4Mo-2Sn-0,5Si resfriada ao ar; a partir do campo da fase β apresentando estrutura entrelaçada da fase α lamelar.	22
Figura 2.6.d - Liga Ti-4Al-4Mo-2Sn-0,5Si forjada acima da linha β transus para produzir estruturas de placas de fase α , a partir dos grão de fase β , resfriados ao ar.	22
Figura 2.6.e - Liga Ti-5,5Al-3,5Sn-3Zr-1Nb-0,3Mo-0,3Si temperada em água apresentando estrutura martensítica.	23
Figura 2.6.f - Liga Ti-4Al-4Mo-2Sn-0,5Si forjada e recozida no campo das fases $\alpha+\beta$, um pouco abaixo da linha β transus e resfriada ao ar. Microestrutura de granulação refinada, contendo grão de α primário, que foram transformados a partir de grãos da fase β .	23
Figura 3.1 - Diagrama esquemático dos ossos e articulações na região do quadril humano.	30
Figura 3.2 - Diagrama esquemático dos ossos e articulações na região do quadril, com implante.	31
Figura 3.3 - Evolução do pH dos fluidos corporais após o implante de uma prótese.	32
Figura 4.1 - Forno a arco com eletrodo não consumível.	36

Figura 4.2 - Geometria e dimensões dos corpos de prova utilizados em ensaios de tração.	39
Figura 4.3 - Dimensões das amostras utilizadas nos testes de biocompatibilidade.	40
Figura 5.1 - Microestrutura da liga Ti-6Al-4V, tipo I. 100x	43
Figura 5.2 - Microestrutura da liga Ti-6Al-4V, tipo I. 800x	44
Figura 5.3 - Microestrutura da liga Ti-6Al-4V, tipo II, no estado bruto de fusão. 100x	45
Figura 5.4 - Microestrutura da liga Ti-6Al-4V, tipo II, no estado bruto de fusão. 800x	45
Figura 5.5 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, no estado bruto de fusão. 100x	46
Figura 5.6 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, no estado bruto de fusão. 800x	46
Figura 5.7 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, no estado bruto de fusão. 100x	47
Figura 5.8 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, no estado bruto de fusão. 800x	47
Figura 5.9 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo IV, recozida. 800x	48
Figura 5.10 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo IV, recozida. 800x	48
Figura 5.11 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo IV, laminada a quente. 800x	49
Figura 5.12 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo IV, laminada a quente. 800x	49
Figura 5.13 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, laminada a quente. 100x	50
Figura 5.14 - Microestrutura da liga Ti-6Al-5Nb, tipo V, laminada a quente. 800x	51
Figura 5.15 - Microestrutura da liga Ti-6Al-5Nb, tipo V, laminada a quente. 800x	51
Figura 5.16 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo VI, laminada a quente. 800x	52
Figura 5.17 - Microestrutura da liga Ti-6Al-9Nb, tipo VI, laminada a quente. 800x	52
Figura 5.18 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, laminada a quente. 1.000x	53
Figura 5.19 - Microestrutura da liga Ti-6Al-7Nb, tipo III, laminada a quente. 5.000x	53
Figura 5.20 - Sobreposição de planos resultante da interferência de precipitados da fase α em grão da fase β , na liga Ti-6Al-7Nb e correspondente ao plano (110), fase β .	58
Figura 5.21 - Cultura de células macrófagas sem contato material denominada "controle". 100x	63

Figura 5.22 - Cultura de células macrófagas em contato íntimo com o titânio puro.	64
100x	
Figura 5.23 - Cultura de células macrófagas em contato íntimo com a liga Ti-6Al-4V.	64
100x	
Figura 5.24 - Cultura de células macrófagas em contato íntimo com a liga Ti-6Al-7Nb.	65
100x	
Figura 5.25 - Curva de polarização anódica do titânio puro.	66
Figura 5.26 - Curva de polarização anódica da liga Ti-6Al-7Nb (liga tipo III).	67
Figura 5.27 - Curva de polarização anódica da liga Ti-6Al-4V (liga tipo II).	68

Índice de Tabelas

Tabela 1.1 - Propriedades mecânicas das ligas Ti-6Al-7Nb e Ti-6Al-6Nb-1Ta conformadas a quente.	05
Tabela 2.1 - Propriedades mecânicas do titânio puro.	06
Tabela 2.2 - Principais características dos elementos de liga adicionados nas ligas de titânio Ti-Al-V e Ti-Al-Nb.	08
Tabela 2.3 - Efeito de elementos na transformação alotrópica α - β no titânio.	09
Tabela 2.4 - Propriedades mecânica da liga Ti-6Al-4V.	24
Tabela 2.5 - Propriedades mecânica da liga Ti-6Al-7Nb.	24
Tabela 3.1 - Características mecânicas de ossos humanos longos.	30
Tabela 3.2 - Valores médios das forças nas articulações do quadril e do joelho durante algumas atividades.	33
Tabela 3.3 - Comparação entre o módulo de elasticidade de materiais utilizados em implantes e dos tecidos naturais.	34
Tabela 4.1 - Classificação, composição e procedência das ligas analisadas no presente trabalho.	35
Tabela 5.1 - Resultados da análise quantitativa da composição química da liga Ti-6Al-5Nb.	54
Tabela 5.2 - Resultados da análise quantitativa da composição química da liga Ti-6Al-7Nb.	54
Tabela 5.3 - Resultados da análise quantitativa da composição química da liga Ti-6Al-9Nb.	54

Tabela 5.4 - Resultados da análise qualitativa da liga Ti-6Al-5Nb na extremidade da amostra. 55

Tabela 5.5 - Resultados da análise qualitativa da liga Ti-6Al-5Nb no centro da amostra. 55

Tabela 5.6 - Resultados da análise qualitativa da liga Ti-6Al-7Nb na extremidade da amostra. 55

Tabela 5.7 - Resultados da análise qualitativa da liga Ti-6Al-7Nb no centro da amostra. 56

Tabela 5.8 - Resultados da análise qualitativa da liga Ti-6Al-9Nb na extremidade da amostra. 56

Tabela 5.9 - Resultados da análise qualitativa da liga Ti-6Al-9Nb no centro da amostra. 56

Tabela 5.10 - Resultados obtidos nos ensaios de microdureza Vickers (HV 10) da liga Ti-6Al-7Nb e microestrutura associada ao estado bruto de fusão. 59

Tabela 5.11 - Resultados obtidos nos ensaios de Dureza Vickers (HV) com microestrutura associada ao estado bruto de fusão. 60

Tabela 5.12 - Resultados obtidos nos ensaios de Dureza Vickers (HV) com microestrutura associada ao estado laminado a quente. 60

Tabela 5.13 - Resultados obtidos nos ensaios de Dureza Vickers (HV) referente a algumas ligas comerciais. 60

Tabela 5.14 - Valores obtidos nos ensaios de tração da liga tipo V. (Laminada a quente) 61

Tabela 5.15 - Valores obtidos nos ensaios de tração da liga tipo III. (Laminada a quente) 61

Tabela 5.16 - Valores obtidos nos ensaios de tração da liga tipo VI. (Laminada a quente) 61

Tabela 5.17 - Valores obtidos nos ensaios de tração da liga tipo I. (Trabalhada a quente) 62

Tabela 5.18 - Valores obtidos nos ensaios de tração da liga tipo II. (Laminada a quente) 62

Tabela 5.19 - Valores obtidos nos ensaios de tração do titânio puro. (Laminada a quente) 62

Referências Bibliográficas

[ASTM E384-79, 1979] - American Society for Testing and Materials. **Standard Test Method for Microhardness of Materials**; ASTM E384-79; 1979.

[ASTM E8M-84a, 1985] - American Society for Testing and Materials. **Standard Methods for Tension Testing of Metallic Materials [Metric]**; ASTM E8M-84a; 1985.

[ASM, 1972] - ASM Handbook Committee; **Metals Handbook** - Atlas of Microstructures of Industrial Alloys; American Society for Metals; Vol. 7; 8th Edition; 1972.

[ASM, 1973] - ASM Handbook Committee; **Metals Handbook** - Metallography, Structures and Phase Diagrams; American Society for Metals; Vol. 8; 8th Edition; 1973.

[Belangero, 1988] - Belangero, W. D.; **Estudo da Biocompatibilidade do Carbono Reforçado com Fibras de Carbono na Musculatura do Rato**; Tese de Doutorado; UNICAMP; 1988.

[Black, 1984] - Black, J.; **Systemic Effects of Biomaterials**; Biomaterials; pag. 11; Jan. 1984.

[Black, 1988] - Black, J.; **Orthopaedic Biomaterials in Research and Practice**; 1st Edition; Churchill Livingstone, Inc.; 1988.

[Black, 1992] - Black, J.; **Biological Performance of Materials - Fundamentals of Biocompatibility**; 2nd Edition; Marcel Dekker, Inc.; 1992.

[Brooks, 1982] - Brooks, C. R., **Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys**; 1st Edition; American Society for Metals; 1982.

[Callister, 1994] - Callister, W. D. Jr.; **Materials Science and Engineering, An Introduction**; 3rd Edition; John Wiley & Sons, Inc.; 1994.

[Chiaverini, 1986] - Chiaverini, V.; **Tecnologia Mecânica. Materiais de Construção Mecânica**; 2-ª edição; Mc Graw-Hill Ltda; 1986.

[Cohen, 1983] - Cohen, J.; The Living Host Reactions to Embedded Foreign Implants, section one - Metal Implants: Historical Background and Biological Response to Implantation, chapter 6; **Biomaterials in Reconstructive Surgery**; Edited by Leonard R. Rubin, M.D., F.A.C.S.; 1983.

[Collings, 1983] - Collings, E. W. ; **The Physical Metallurgy of Titanium Alloys**; Series Editor; America Society for Metals; 1983.

[Dieter, 1988] - Dieter, G. E.; **Mechanical Metallurgy**; SI Metric Edition; Mc Graw-Hill Book Company; 1988.

[Donachie, 1982] - Donachie, M. J.; **Titanium and Titanium Alloys**; 1st Edition; Source Book ASM Metals Park; 1982.

[Flower, 1990] - Flower, H. M.; Microstructural Development in Relation to Hot Working of Titanium Alloys; **Materials Science and Technology**; vol.6 pag.1082; 1990.

[Froes, 1985] - Froes, F.H., Bomberger, H.B.; The Beta Titanium Alloys; **Journal of Metals**; pag.28; 1985.

[Galante, 1991] - Galante, J. O.; Biologic Effects of Implants Materials; **Journal of Orthopaedic Research**; vol.9 pag. 761; 1991.

[Gama, 1984] - Gama, S.; An Investigation of the Ternary System Nb-Ti-Al; **Anais do VI CBECIMAT, T-10**; pag.44; 1984.

[Gatti, 1991] - Gatti, J. A. B.; **Estudo do Comportamento de Anodos Insolúveis no Processo de Eletrodeposição de Estanho sobre Chapas de Aço Carbono**; Dissertação de Mestrado; UNICAMP; 1991.

[Hiltz, 1957] - Hiltz, R. H. Jr., Lopata, S. L.; Quantitative Phase Analysis in Titanium by X-Ray Diffraction; Advance in X-Ray Analysis. Edited by William M.Mueller; **Proceedings of the 6th Annual Conference on Applications of X-Ray Analysis**; vol.1 pag.39; 1957.

[IMI, 1990] - **Surgical Implant IMI-367**; IMI Titanium Limited; 1990.

[JIS Z 2201-80, 1981] - Japanese Standards Association. **Test Pieces for Tensile Test for Metallic Materials**; JIS Z 2201-80; 1981.

[Kahles, 1985] - Kahles, J. F. et alii; Machining of Titanium Alloys; **Journal of Metals**; vol.37 pag.27; 1985.

[Loreim, 1977] - Loreim, P.; Metallic Surgical Implants: State of Art; **Journal of Metals**; pag. 22; May 1977.

[Loreim, 1988] - Loreim, P.; Mechanical Properties of Cortical and Cancellous Bone; **Acta Orthop. Scand.**; 59 (2); pag. 215; 1988.

[Mei, 1988] - Mei, P. R. e Silva, A. L. C.; **Aços e Ligas Especiais**; 2ª edição; Eletrometal S.A. - Metais Especiais; 1988.

[Molchanova, 1965] - Molchanova, E. K.; **Phase Diagrams of Titanium Alloys**; Israel Program for Scientific Translations; Jerusalem; 1965.

[Park, 1980] - Park, J. B.; **Biomaterials - An Introduction** Plenum Press; New York; pag. 212; 1980.

[Peppas, 1994] - Peppas, N. A. e Langer, R.; New Challenges in Biomaterials; **Materials Science: Articles**; Vol.263 pag.1715; 1994.

[Rosenberg, 1979] - Rosenberg, H. W.; **Properties and Processing of Ti-6Al-4V**; TIMET; 1979.

[Savrun, 1989] - Savrun, C. E. e Polonid, D. H.; Precipitation and Reversion Processes in a β -Ti Alloy; **Materials Science and Engineering**; pag.135; 1989.

[Sax, 1975] - Sax, N. I.; **Dangerous Properties of Industrial Materials**; 4th Edition; Littion Educational Publishing, Inc.; 1975.

[Scales, 1991] - Scales, J. T.; Black Staining Around Titanium Alloy Prostheses - An Orthopaedic Enigma; **The Journal of Bone and Joint Surgery**; vol. 73 pag.534; 1991.

[Semlitsch, 1985] - Semlitsch, M., Weber,H., Streicher, R.M. e Schon,R.; Titanium-Aluminium-Niobium Alloy, Development for Biocompatible, High Strength Surgical Implants; **Biomedizinische Technik Band 30**; pag.334; 1985.

[Semlitsch, 1986] - Semlitsch, M.; Classic and New Titanium Alloys for Production of Artificial Hip Joints; **Symposium of The Institute of Metals "Designing with Titanium"**; University of Bristol; pag.1; 1986.

[Semlitsch, 1987] - Semlitsch, M.; Titanium Alloys for Hip Joint Replacements; **Clinical Materials**; pag.1; 1987.

[Semlitsch, 1990] - Semlitsch, M., Weber, H., Streicher, R.M. e Schon, R.; Joint Replacement Components Made of Hot-Forged and Surface-Treated Ti-6Al-7Nb Alloy; **Proceedings of the Technical Program from the 1990 International Conference**; pag.653; 1990.

[Semlitsch, 1992] - Semlitsch, M., Weber, H., Streicher,R.M., Schon, R.; Joint Replacement Components Made of Hot-forged and Surface-treated Ti-6Al-7Nb alloy; **Biomaterials**; vol.13 pag.781; 1992.

[Shackelford, 1990] - Schackelford, F.; **Introduction to Materials Science for Engineers**; 3rd Edition; Macmilliam Publishing Company; 1990.

[Souza, 1993] - Souza, S. A.; **Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos. Fundamentos Teóricos e Práticos**; 5-ª edição; Editora Edgard Blücher; 1993.

[Van Vlack, 1984] - Van Vlack, L. H.; **Princípio de Ciência e Tecnologia dos Materiais**; 4-ª edição; Editora Edgard Blücher; 1984.

[Zavaglia, 1993] - Zavaglia, C. A. C.; **Notas de Aula da Disciplina IA-341 - Tópicos em Engenharia Biomédica II**; Fac. de Engenharia Elétrica da UNICAMP; 1993.

ANEXOS

Anexo I

Cartas de Difração de Raios-X
Philips Electronic Instruments, Inc

Carta 5-682

5 -682

I

Ti													
Titanium													
Hanawalt 2.24/X 2.56/3 2.34/3 1.73/2 1.48/2 1.33/2 1.25/2 1.23/1 0.82/1 0.75/1													
Lambda 1.5405				d	Int	h	k	l	d	Int	h	k	l
Sys. Hexagonal <i>found</i>				2.557	30	1	0	0	1.122	2	2	0	2
SG P63/mmc PG hP 2.00				2.342	26	0	0	2	1.065	3	1	0	4
a 2.950 b c 4.686				2.244	100	1	0	1	.9895	6	2	0	3
α β τ				1.726	19	1	0	2	.9458	11	2	1	1
A 1.5885 C Z 2				1.475	17	1	1	0	.9175	10	1	1	4
Dx Dm 4.503 V 35.32				1.332	16	1	0	3	.8927	4	2	1	2
F(N) 20.4 M(20) 59.8 I/Ic				1.276	2	2	0	0	.8796	4	1	0	5
d-sp				1.247	16	1	1	2	.8634	2	2	0	4
Int Diffractometer				1.233	13	2	0	1	.8514	4	3	0	0
Total d's 21				1.170	2	0	0	4	.8211	12	2	1	3
Color Dark gray													
Temp X-ray pattern at 25 C.													

Card 1, Pattern 3 of 3 (C) PHILIPS ELECTRONIC INSTRUMENTS, INC., 1987
ENTER=Next pattern. N=Next card, P=Previous card OR B=BASIS:

5 -682

I

Ti															
Reduced cell	d	Int	h	k	l	d	Int	h	k	l	d	Int	h	k	l
a 2.950	.8005	9	3	0	2										
b 2.950															
c 4.686															
α 90.00															
β 90.00															
τ 120.00															
Crystal data															
a 2.950															
b 2.950															
c 4.686															
α 90.00															
β 90.00															
τ 120.00															

Card 2, Pattern 3 of 3 (C) PHILIPS ELECTRONIC INSTRUMENTS, INC., 1987
ENTER=Next pattern. N=Next card, P=Previous card OR B=BASIS:

Carta 9-98

B

Al Ti3

Aluminum Titanium

Hanawalt 2.21/x 2.32/7 1.70/6 1.32/6 2.50/5 1.44/5 0.81/5 1.23/4 0.93/4 0.91/4

Lambda 1.54056

Sys. Hexagonal

SG P63/mmc PS hp 8.00

a 5.775 b c 4.638

α β τ

A 0.8031 C Z 2

Dx Dm 3.043 V 133.96

F(N) 4.4 M(20) 14.6 1/lc

d-sp

Int Diffractometer

Total d's 30

Color

Temp

d	Int	h	k	l	d	Int	h	k	l
5.010	10	1	0	0	1.474	5	1	0	3
3.400	20	1	0	1	1.443	50	2	2	0
2.880	5	1	1	0	1.351	5	3	0	2
2.500	50	2	0	0	1.315	60	2	0	3
2.320	70	0	0	2	1.251	10	4	0	0
2.205	100	2	0	1	1.227	40	2	2	2
1.896	5	2	1	0	1.208	30	4	0	1
1.810	10	1	1	2	1.160	20	0	0	4
1.751	5	2	1	1	1.102	20	4	0	2
1.700	60	2	0	2	1.050	20	2	0	4

Card 1, Pattern 10 of 86 (C) PHILIPS ELECTRONIC INSTRUMENTS, INC., 1987
 ENTER=Next pattern, N=Next card, P=Previous card OR B=BASIS:

B

9-98

Al Ti3

Reduced cell

a 4.638

b 5.775

c 5.775

α 120.00

β 90.00

τ 90.00

Crystal data

a 5.775

b 5.775

c 4.638

α 90.00

β 90.00

τ 120.00

	d	Int	h	k	l	d	Int	h	k	l	d	Int	h	k	l
a 4.638	.9730	30	4	0	3										
b 5.775	.9450	10	4	2	0										
c 5.775	.9270	40	4	2	1										
α 120.00	.9050	40	2	2	4										
β 90.00	.8760	10	4	2	2										
τ 90.00	.8700	40	2	0	5										
Crystal data	.8500	10	4	0	4										
a 5.775	.8340	20	6	0	0										
b 5.775	.8060	50	4	2	3										
c 4.638	.7840	40	6	0	2										
α 90.00															
β 90.00															
τ 120.00															

Card 2, Pattern 10 of 86 (C) PHILIPS ELECTRONIC INSTRUMENTS, INC., 1987
 ENTER=Next pattern, N=Next card, P=Previous card OR B=BASIS:

Carta 17-102

17-102

B

Nb Ti4													
Niobium Titanium													
Hawalt 2.30/X 2.15/8 1.68/B 2.43/6 2.32/6 1.58/6 1.34/6 2.64/5 1.38/5 1.74/2													
Lambda 1.5405				d	Int	h	k	l	d	Int	h	k	l
Sys. Orthorhombic													
SG Cmcn PS				2.640	50	1	1	0	1.336	60	1	1	3
a 3.166		b 4.854		c 4.652		2.425		60		0		2 0	
α		β		γ		2.321		60		0		0 2	
				2.298		100		1		1		1	
A 0.9584		C		Z		2.151		80		0		2 1	
Dx		Dm		V 71.49		1.743		20		1		1 2	
Γ(H) 9.4		M(20) 12.0		I/Ic		1.677		80		0		2 2	
d-sp				1.580		60		2		0		0 0	
Int Visual estimation from film				1.440		20		1		3		0 0	
Total d's 12				1.375		50		1		3		1 1	
Color													
Temp													

Card 1, Pattern 40 of 136 (C) PHILIPS ELECTRONIC INSTRUMENTS, INC., 1987
ENTER=Next pattern, N=Next card, P=Previous card OR B=BASIS:

17-102

B

Nb Ti4															
Reduced cell	d	Int	h	k	l	d	Int	h	k	l	d	Int	h	k	l
a 2.898															
b 2.898															
c 4.652															
α 90.00															
β 90.00															
γ 113.77															
Crystal data															
a 4.652															
b 4.854															
c 3.166															
α 90.00															
β 90.00															
γ 90.00															

Card 2, Pattern 40 of 136 (C) PHILIPS ELECTRONIC INSTRUMENTS, INC., 1987
ENTER=Next pattern, N=Next card, P=Previous card OR B=BASIS: