

## EFEITOS DA DEFORMAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS EM LIGAS DE TITÂNIO PARA APLICAÇÕES BIOMÉDICAS

P.G. Andrade, A.E. Silva, D.A.T. Campos, H.J.R. Cabral, W. W. Batista

Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, UFS, Av. Marechal Rondon  
s/n, CEP 49100-000, São Cristovão, SE, Brasil, [borgespacia@live.com](mailto:borgespatricia@live.com).

Universidade Federal de Sergipe – UFS, São Cristovão, SE, Brasil.

### RESUMO

*As ligas de titânio têm sido as eleitas para implantes biomédicos devido as suas excelentes propriedades mecânicas e valores de módulo de elasticidade próximos ao módulo do osso, o que justifica o uso de novas ligas ou novas técnicas de processamento para a otimização das propriedades. Neste contexto, o presente trabalho, tem como objetivo utilizar o processo de deformação para avaliar as propriedades mecânicas após a deformação. As amostras foram deformadas com o auxílio de uma Instron e com taxas de deformações de 40% e 90%, as ligas utilizadas foram: Ti-35Nb, Ti-35Nb-5Sn e Ti-35Nb-2,5Sn (%Wt). Na sequência, foram realizados ensaios de dureza Vickers e para a caracterização microestrutural foram feitas análises de difração de raio X (DRX) e microscopia ótica. As análises de DRX confirmam que as amostras confeccionadas possuem a fase  $\beta$ , visto que o elemento Nióbio atua como  $\beta$ -estabilizador. Já nas amostras homogeneizada observa-se que a liga Ti-35Nb obteve o maior valor de dureza.*

Palavras- chave: Ligas de titânio, deformação e biomateriais.

## 1. INTRODUÇÃO

A demanda por implantes ortopédicos aumentou de forma considerável nos últimos anos devido a alguns fatores como o grande número de acidentes de trânsito e aumento da expectativa de vida da população <sup>(1)</sup>. Por essa razão, cresceu também o número de estudos que visam obter materiais com propriedades mais adequadas para a utilização nos implantes, com o intuito de aumentar a sua eficiência. As propriedades requeridas para essa finalidade são resistência mecânica, resistência à corrosão, biocompatibilidade e módulo de elasticidade próximo do valor do módulo do osso <sup>(2)</sup>. Quando há uma grande diferença nos módulos do implante e do osso, pode ocorrer a reabsorção óssea devido à má distribuição de esforços, o que tende a acarretar na falha prematura do implante <sup>(3)</sup>.

Dentre os diversos materiais utilizados na fabricação das próteses, as ligas de titânio (Ti) têm atraído uma atenção especial por conta de uma combinação favorável de propriedades que inclui elevada razão resistência/peso, excelente resistência à corrosão e biocompatibilidade favorável <sup>(4)</sup>. Essas ligas podem ser classificadas em três tipos principais em função do elemento adicionado ao titânio:  $\alpha$ ,  $\beta$  e  $\alpha + \beta$ . As ligas de Ti do tipo  $\beta$  têm se mostrado as mais promissoras por conta de possibilitarem módulos de elasticidade mais próximos ao do osso, além de possuírem maior biocompatibilidade <sup>(3)</sup>. Estudos relacionados com o sistema Titânio-Nióbio (Ti-Nb) são bastante frequentes, pelo fato desse elemento ser apontado como estabilizador da fase  $\beta$  do Ti e biocompatível <sup>(5)</sup>. Entretanto, o módulo da liga binária Ti-Nb ainda é distante do valor ideal, gerando a necessidade de um terceiro elemento. Nesse contexto, o estanho surge como um excelente candidato já que trabalhos realizados conseguiram a redução do módulo da liga Ti-Nb com a adição de Sn <sup>(6)</sup>.

Outro aspecto importante relacionado às ligas de Ti é que esses materiais são altamente suscetíveis a tratamentos térmicos e mecânicos, tornando possível a melhoria de suas propriedades. Um tratamento mecânico bastante utilizado para melhorar as propriedades mecânicas é a deformação a frio, já que parte da energia utilizada nesse processo fica armazenada na microestrutura do material na forma de defeitos cristalinos, dificultando a movimentação das discordâncias <sup>(7)</sup>. Por essa razão, este trabalho apresenta um estudo relacionado ao efeito da deformação a frio

em ligas de Ti-Nb-Sn. As peças foram deformadas a frio sob alta pressão em uma cavidade fechada, permitindo a produção de peças forjadas de precisão, com tolerâncias dimensionais mínimas <sup>(8)</sup>.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Produções das ligas de titânio em forno a arco- voltaico

Os materiais foram pesados em uma balança analítica visando obter lingotes de 40 g, como mostra a tabela I. As ligas foram preparadas através da fusão dos elementos utilizando forno a arco com eletrodo não consumível de tungstênio sob atmosfera de argônio e cadinho de cobre refrigerado a água. Com essa técnica foram produzidos inicialmente três lingotes.

Tabela I- Composição das ligas em peso e porcentagem atômica.

Ligas de titânio	Composição em porcentagem atômica (%At)	Composição em peso (%Wt)
Lingote 1	Ti-21,74Nb	Ti-35Nb
Lingote 2	Ti-22Nb-1,4Sn	Ti-35Nb-2,5Sn
Lingote 3	Ti-22,5Nb-2,5Sn	Ti-35Nb-5Sn

Após a fundição, os lingotes foram submetidos a um tratamento térmico de homogeneização à temperatura de 1000°C por 12h, com o intuito de eliminar as heterogeneidades composicionais resultantes do processo de solidificação. Para esse tratamento térmico foi utilizado um forno sob atmosfera controlada de argônio (grau 5.0 analítico) com o objetivo de evitar a formação da camada de óxido nas amostras.

### 2.2 Processo de deformação a frio

Antes do processo de deformação foram confeccionados corpos de provas com 10x5x4 mm. Essas medidas foram selecionadas de acordo com o tamanho do

dispositivo de deformação, figura 1, que foi confeccionado para produzir uma deformação mais homogênea, semelhante a um processo de forjamento em matriz fechada. Esse dispositivo foi confeccionado e tratado termicamente, para torna-se apto a trabalhar com altas cargas de compressão sem sofrer deformações plásticas.



Figura 1- Dispositivo utilizado na deformação

A deformação foi realizada com o auxílio de uma Instron modelo 3385H com capacidade de 250 KN e taxa de deformação de 1 mm/min. Foram realizadas deformações com reduções de 40% e de 90%, posteriormente as amostras foram embutidas a frio para facilitar o procedimento metalográfico.

## **2.3 Técnicas de caracterização**

### **2.3.1 Análise microestrutural**

Após o embutimento as amostras foram preparadas segundo o procedimento metalográfico padrão: lixamento com lixas de granulação de 80 a 1500, polimento com pastas de diamantes de granulometria 6 $\mu$ m, 3  $\mu$ m e 1  $\mu$ m.

Para a revelação da microestrutura foi empregada à solução de ataque químico de Kroll, conforme recomendação <sup>(9)</sup>, consistindo de 6 mL de HNO<sub>3</sub>, 3 mL de HF e 91 mL de H<sub>2</sub>O, e em seguida, as amostras foram analisadas e fotografadas em um microscópio óptico modelo Carl ZEISS Axio SCOPE A.1

### 2.3.2 Ensaio de microdureza

O ensaio de dureza Vickers foi realizado com as amostras lixadas e polidas. Para tal procedimento, utilizou-se um durômetro Vickers da Future Tecn modelo Fv-700, com carga de 5kgf e tempo de impressão de 10 s, onde cada valor médio foi obtido através de cinco medidas.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na análise de difração confirma-se a presença da fase  $\omega$  e da fase  $\beta$  nas ligas com até 2,5% em peso de Sn e os picos característicos da fase  $\omega$  foram identificados apenas para a liga que não contém estanho (Sn), conforme a figura 2 e figura 3.

No resultado de difração de raios x da liga Ti-35Nb, figura 2, na condição homogeneizada pode-se ressaltar a existência das fases  $\beta$  e  $\omega$  presente na liga. Os possíveis picos de difração próximos a  $66^\circ$  e a  $69^\circ$  sugerem respectivamente a fase  $\omega$  (002) e a fase  $\beta$  (211), contudo mais técnicas de caracterização devem ser empregadas para ratificar tal hipótese.

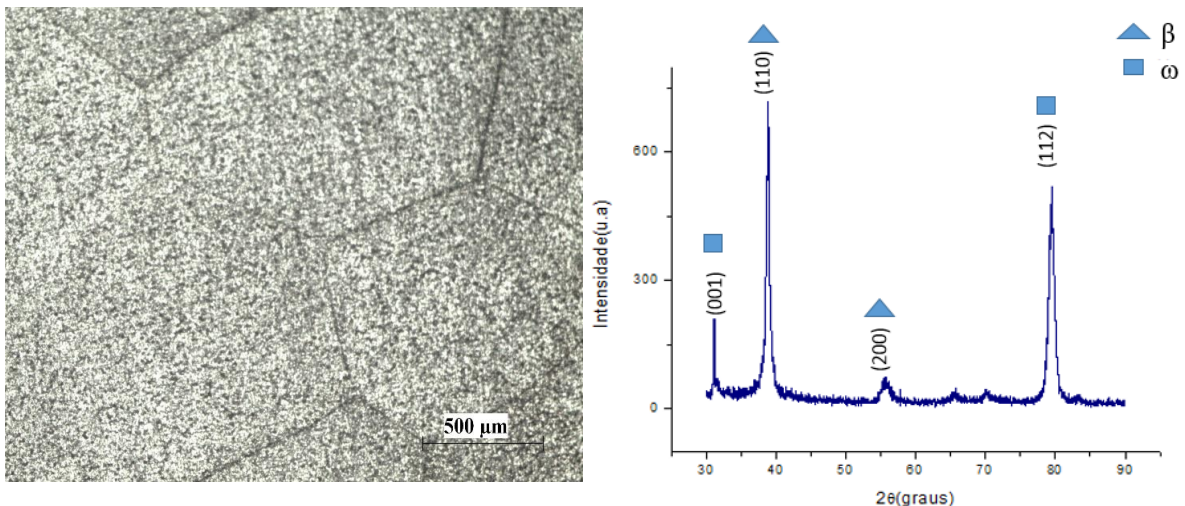


Figura 2- Micrografia e difração de raios x da liga Ti-35Nb na condição homogeneizada.

Ao comparar os resultados de difração de raio x da liga Ti-35Nb e Ti-35Nb-2,5Sn, figura 2 e 3, pode-se observar que houve uma diminuição significativa de intensidade no pico referente a fase  $\omega$  (001). Esse pico foi praticamente extinto no difratograma da liga Ti-35Nb-5Sn, figura 4, ratificando os resultados da literatura <sup>(10)</sup> que relatam que quando o Sn é adicionado ao sistema Ti-Nb, esse elemento atua como estabilizador da fase  $\beta$  e elemento supressor das fases  $\omega$  e da martensítica  $\alpha''$ .

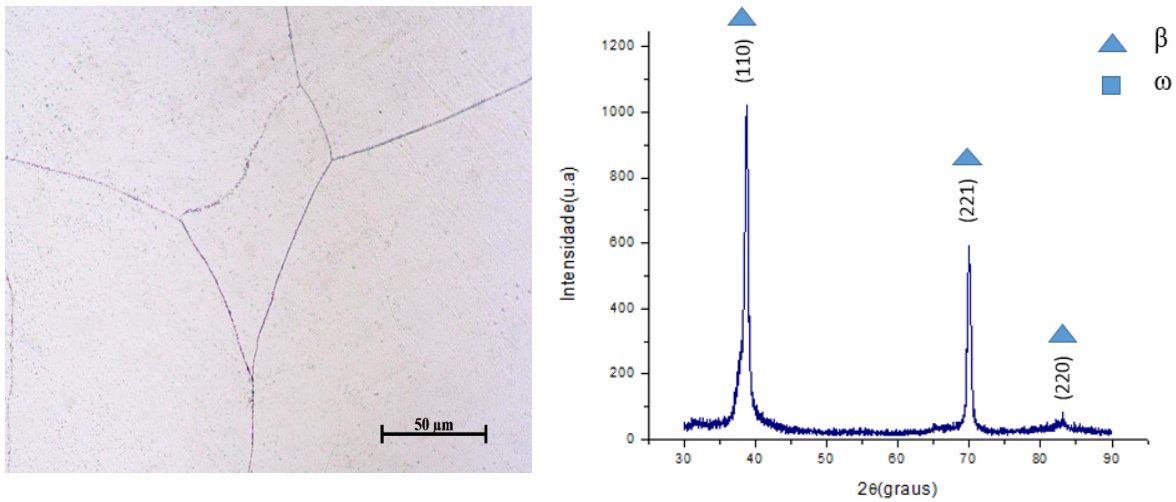


Figura 3- Micrografia e difração de raios x da liga Ti-35Nb-2,5Sn na condição homogeneizada.

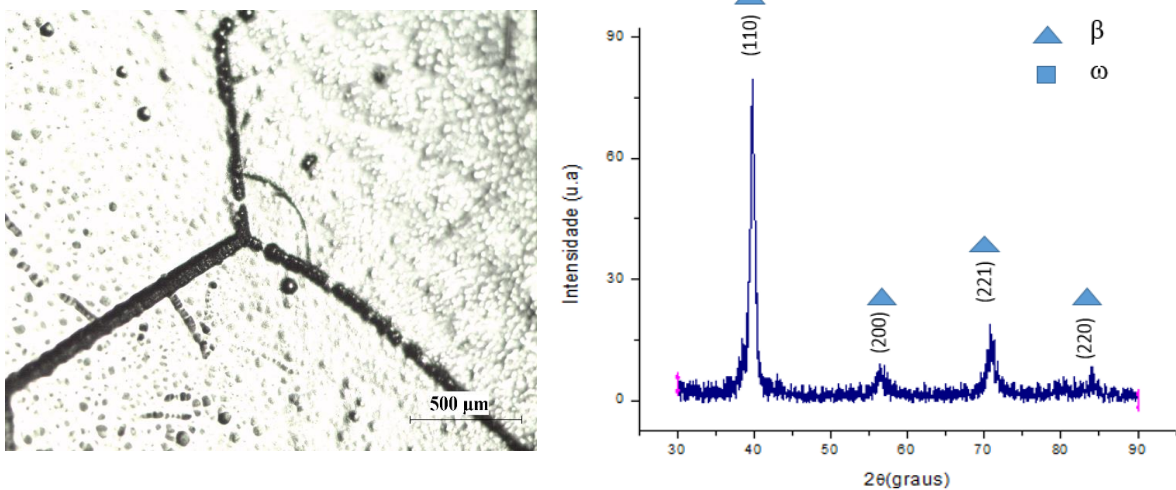


Figura 4- Micrografia e difração de raios x da liga Ti-35Nb-5Sn na condição homogeneizada.

A figura 5 apresenta os valores de microdureza Vickers na condição padrão sem deformação, pode-se observar, que a liga Ti-35Nb obteve o maior nível de dureza, pois nessa liga há a presença da fase  $\omega$ . A fase  $\omega$  proporciona um aumento da dureza, a diminuição da mesma permite deduzir que houve uma diminuição da fração volumétrica da fase  $\omega$ , a exemplo da liga Ti-35Nb-2,5Sn e Ti-35Nb-2,5Sn sem deformação.

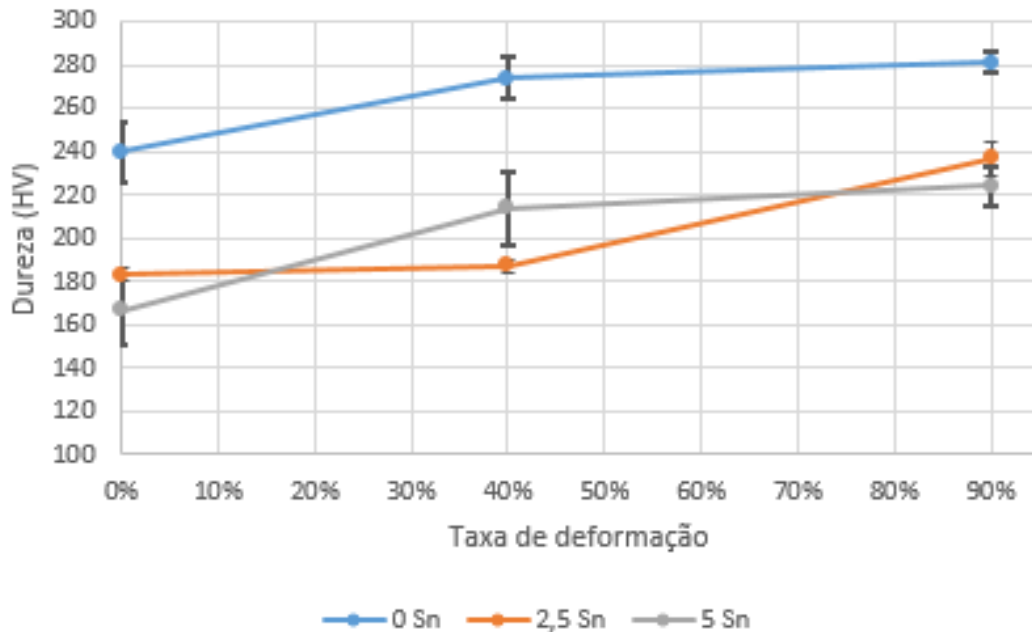


Figura 5- Dureza Vickers das ligas de titânio

Um aumento na dureza nas três ligas, com a taxa de deformação de 40% e 90%, foi observado na figura 5, esse aumento deve-se ao fato de que durante a deformação plástica das ligas há um movimento de discordâncias sobre os planos de deslizamento da estrutura cristalina e, portanto, há um endurecimento e um aumento da resistência quando são impostas barreiras a esse movimento.

Ressaltando que as medidas de dureza são resultados importantes, contudo o resultado obtido representa uma média da amostra, por exemplo, se a amostra possuir uma microestrutura com fases pequenas o suficiente para não acomodar as indentações, a medida representará a média entre as regiões com e sem a presença das fases. Por isso, faz-se necessário a utilização de outras técnicas para complementar os resultados obtidos no ensaio de dureza.

A figura 6 mostram as microestruturas padrões (0% de deformação) e as com níveis de deformação de 40% e 90%, observa-se que nas amostras padrões o grão



não possui um formato alongado, como os encontrados nas microestruturas deformadas. Na liga de Ti-35Nb-5Sn com 90% de deformação pode-se notar microestrutura diferente das encontradas nas demais ligas, permitindo inferir que a mesma apresenta um textura referente a deformação plástica direcionada pela matriz.

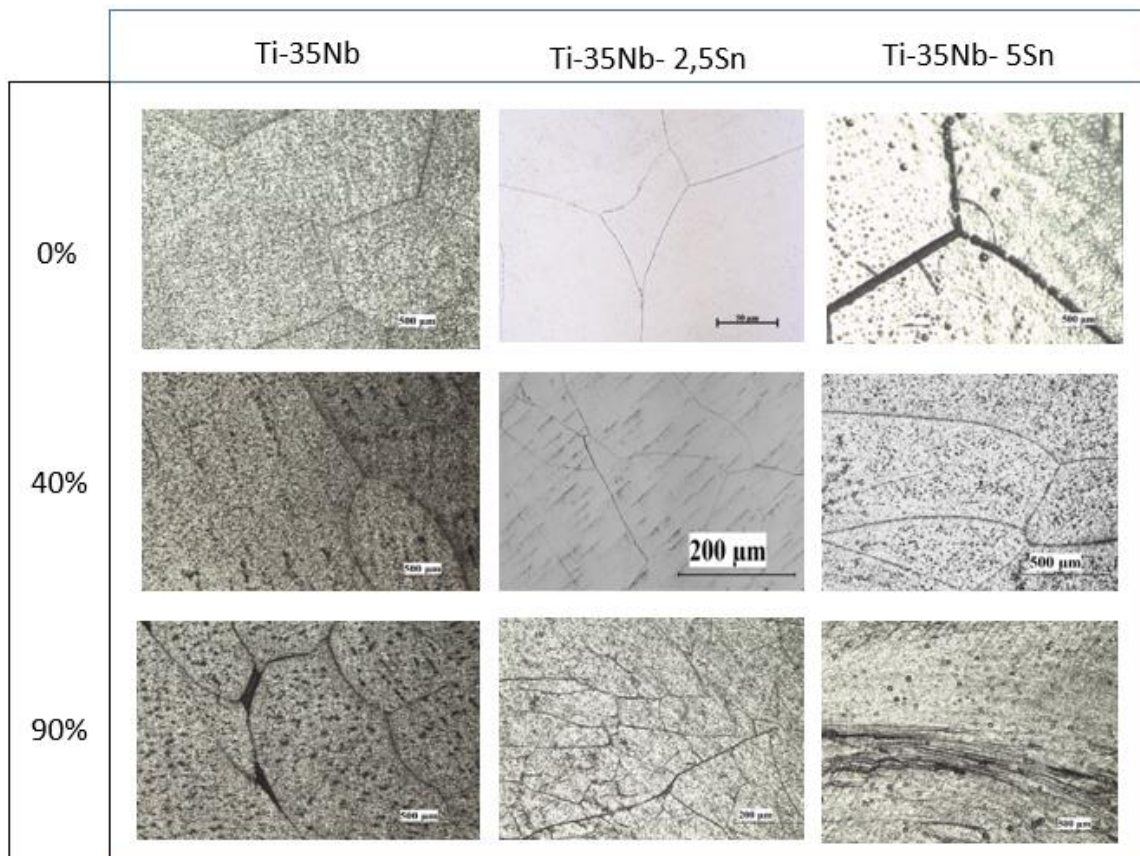


Figura 6- Microestruturas das ligas com Ti-35Nb- xSn ( x= 0, 2,5 e 5 % em peso) em condição padrão e deformadas.

## CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste trabalho permitem concluir que a condição padrão da liga Ti-35Nb obteve o maior nível de dureza devido à presença da fase  $\omega$ . Houve também um aumento na dureza nas três ligas com a taxa de deformação de 40% e 90%, acredita-se que esse aumento ocorreu devido ao encruamento das ligas provenientes da deformação plástica.



Na liga de Ti-35Nb-5Sn com 90% de deformação ocorreu uma textura referente a deformação plástica direcionada pela matriz, entretanto para ratificar tal hipótese se faz necessário outras técnicas de caracterização.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a CAPES e CNPq pelo suporte financeiro.

## REFERÊNCIAS

- 1- HUSSEIN, A.H., GEPREEL, M.A.H., GOUDA, M.K., Biocompatibility of new Ti-Nb-Ta base alloys. *Materials Science and Engineering: C*, v. 61, pp.574-578, 2016.
- 2- GUO, S., ZHANG, J., CHENG, X., ZHAO, X., A metastable  $\beta$ -type Ti-Nb binary alloy with low modulus and high strength”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 644, pp. 411-415, 2015.
- 3- KARREA, R., NIRANJAN, M. K., DEYA, S.R., First principles theoretical investigations of low Young's modulus beta Ti-Nb and Ti-Nb-Zr alloys compositions for biomedical applications, *Materials Science and Engineering: C*, v.50, pp 52-58, 2015.
- 4- BAI, Y., DENG, Y., ZHENG, Y., LI, Y., ZHANG, R., LV, Y., ZHAO, Q., WEI, S., Characterization, corrosion behavior, cellular response and in vivo bone tissue compatibility of titanium-niobium alloy with low young's modulus. *Materials Science and Engineering C*, v.59, pp. 565-576, 2016.
- 5- TOBE, H., KIM, H.Y., INAMURA, T., HOSODA, N., NAM, T.H., MIYAZAKI, S., Effect of Nb content on deformation behavior and shape memory properties of Ti-Nb alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 577, pp.435-438, 2013.
- 6- GRIZA, S., SÁ, D.H.G.S., BATISTA, W.W., BLAS, J.C.G., PEREIRA, L.C., Microstructure and mechanical properties of hot rolled TiNbSn alloys, *Journal of alloys and Compounds*, v. 5775, pp. 5435-5438, 2013.
- 7- CALLISTER, W. D. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*, 7ª edição, Rio de Janeiro, LTC, 2008.

- 8- DIETER, G. E., Metalurgia Mecânica, 2ª edição, Guanabara Koogan, Rio de Janeiro, 1981.
- 9- ASM Handbook. V9. Metallography and Microstructures. ASM International. Materials Park. OH. 2004.
- 10-Hao, Y.L., Li, S.J., Sun, S.Y.; Yang, R. Effect of Zr and Sn on Young's modulus and superelasticity of Ti-Nb-based alloys. Materials Science and Engineering A, v. 441, pp. 112-118, 2006.

## **EFFECTS OF STRAIN IN MECHANICAL PROPERTIES IN TITANIUM ALLOYS FOR BIOMEDICAL APPLICATIONS**

### **ABSTRACT**

Titanium alloys have been elected for biomedical implants due to its excellent mechanical properties and elastic modulus values close to the bone of the module, which justifies the use of new alloys and new processing techniques to optimize properties. In this context, this work aims to use the deformation process to evaluate the mechanical properties after deformation. Samples were deformed with the aid of an Instron deformation rates and 40% and 90%, the alloys were used: Ti-35Nb, Ti-35Nb-5Sn and Ti-35Nb-2,5Sn (Wt%). Following were performed Vickers hardness tests and microstructural characterization were made analysis of X-ray diffraction (XRD) and optical microscopy. The XRD analyzes confirmed that the samples prepared having the  $\beta$  phase, since the element Niobium serves as a  $\beta$ -stabilizer. Already in the homogenized sample it is observed that the Ti-35Nb alloy had the highest hardness value.

Key-words: titanium alloys, deformation and biomaterials