

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO ACIMA DA TRANSIÇÃO β NA MICROESTRUTURA DO Ti (TITÂNIO) GRAU 4

José Claudio Lopes^{1*}, Fábio Bossoi Vicente², Luciano Monteiro da Silva³, Cesar Renato Foschini⁴

1. Estudante de IC do Instituto de Ciências Exatas e Tecnologia da UNIP

2. Pesquisador do Instituto de Ciências Exatas e Tecnologia da UNIP

3. Pesquisador do Instituto de Ciências Exatas e Tecnologia da UNIP

4. Pesquisador da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNESP

Resumo:

No decorrer do desenvolvimento tecnológico, a ampla necessidade de atender as demandas biomédicas constituiu das ligas mais utilizadas na manufatura de próteses serem divididas em três grupos: aços inoxidáveis, ligas a base de Cr-Co (Cromo-Cobalto) e ligas a base de Ti (Titânio). Dentre estas, os biomateriais com melhor resposta clínica são aqueles à base de Ti, por conta da biocompatibilidade, boas propriedades mecânicas e elevada resistência à corrosão. Suas inúmeras aplicações deve-se as combinações de propriedades mecânicas muitas vezes encontradas apenas nesse material, o que faz indispensável utilizar-se de tratamentos térmicos específicos para realizar transformações alotrópicas no material e conseqüentemente adequá-lo aos fins necessários, podendo haver sua aplicação tanto para utilização como biomateriais ou para os meios industriais.

Palavras-chave: Titânio, Tratamentos Térmicos, Propriedades mecânicas.

Apoio financeiro: PIBITI/CNPq.

Trabalho selecionado para a JNIC pela instituição: Universidade Paulista - UNIP.

Introdução:

O titânio é o nono elemento mais abundante da Terra, estando presente em 0,8% da crosta terrestre, sendo desta forma o quarto metal existente mais abundante, atrás do alumínio, ferro e magnésio [1] e [2].

Na natureza, o titânio não é encontrado de forma pura, os minérios que apresentam interesse econômico são: ilmenita, leucóxeno, rutilo, anatásio, perovskita e rutilo sintético. O Brasil é detentor das maiores reservas de titânio na forma de anatásio, concentrados nos Estados de Minas Gerais e Goiás, representando cerca de 6% das reservas mundiais de titânio [3].

A Tabela 1 apresenta algumas das principais características do titânio.

Tabela 1 - Característica do Titânio [4]

Nome do elemento	Titânio
Símbolo	Ti
Número Atômico	22
Peso Atômico (u.m.a)	47,88
Densidade do Sólido (g/cm ³)	α : 4,51 a 20°C β : 4,35 a 885°C
Estrutura Cristalina	HCP, para T<882°C CCC, para T>882°C
Raio Atômico (nm)	0,145
Raio Iônico (nm)	0,068
Valência mais comum	+4
Ponto de Fusão	1670±5 °C

As plausíveis empregabilidades do titânio nos setores como o biomédico e aeronáutico deve-se às suas propriedades mecânicas diferenciadas no quesito de tração, resistência à penetração (dureza), alto ponto de fusão (1668 °C) e densidade baixa (4,507 g/cm³) [6] em comparação ao aço (aproximadamente 7,8 g/cm³). O titânio é muito utilizado nesses setores industriais quando há extrema necessidade de alto desempenho e resistência superior aos aços.

O tratamento térmico é fundamental para determinar o conjunto de propriedades apresentadas pelo material, podendo alterar a microestrutura de uma liga, alterando de maneira significativa as propriedades mecânicas da mesma. A têmpera, por exemplo, tende a aumentar ou diminuir (dependendo de adição de elementos intersticiais e/ou substitucionais) a dureza e conseqüente resistência dos mesmos [5], [6] e [7].

Esse trabalho visa estudar os efeitos do tratamento térmico de têmpera, a fim de analisar a influência no Ti-CP Grau 4. Para tal estudo, foi realizado tratamento térmico acima de 900° (acima da transição β), medidas de densidade, difração de raios X, microscopia com M.E.V. e ensaio de microdureza.

Metodologia:

Amostras

Para a pesquisa o material foi adquirido em formato cilíndrico de aproximadamente 100 mm de comprimento e 10 mm de diâmetro, com

composição química informado na Tabela 2.

Tabela 2 - Componentes químicos das amostras de Ti-CP Grau 4

Elemento Químico	Peso (%)
Nitrogênio	0,05
Carbono	0,08
Hidrogênio	0,02
Ferro	0,50
Oxigênio	0,40
Titânio	Base

O tratamento térmico foi realizado acima da zona de transição β , por meio de um forno pertencente ao Laboratório de Anelasticidade e Biomateriais da UNESP de Bauru, aplicando os seguintes métodos:

- Tratamento realizado numa temperatura de 1000°C (1832°F) (acima da transição β) durante 120 minutos, com resfriamento rápido.

Para efeito de comparação das possíveis alterações ocasionada pelo tratamento térmico, estabeleceu-se uma amostra denominada recebida, sem quaisquer tratamentos.

Densidade

A mensuração das amostras seguiu utilizando-se uma balança analítica, juntamente com seu kit de determinação de densidade pertencente ao Laboratório de Anelasticidade e Biomateriais - UNESP de Bauru. Os corpos de prova foram medidos em ar e em água. O procedimento foi realizado 10 vezes visando dar maior confiabilidade estatística aos resultados. As densidades foram obtidas utilizando a equação (1).

$$\rho_{amostra} = \frac{m}{(m - m_{liq})} \rho_{liq} \quad (1)$$

O erro em relação aos valores esperados foi calculado utilizando a equação (2).

$$Erro(\%) = \left| \frac{(ValorExperimental) - (ValorEsperado)}{(ValorEsperado)} \right| \times 100 \quad (2)$$

Difração de Raio-x

As medições foram realizadas em um difratômetro Rigaku D/Max-2100PC, do Departamento de Física - UNESP de Bauru. Os difratogramas foram obtidos pelo método do pó, utilizando-se os seguintes parâmetros: radiação Cu-K α = 1,544Å, corrente de 20 mA, potencial de 40kV, no modo de tempo fixo, com 0,0125°/s, no intervalo de 10° a 100°.

Microscopia M.E.V.

As amostras foram embutidas à quente com pressão de 110 kgf/cm², usando uma embutidora semi-automática modelo PRE 30Mi da Arotec. Após esse procedimento, foi realizado a preparação metalográfica com um lixamento com lixas d'água (360, 400, 500, 600, 1200 e 1500). Posteriormente, foi realizado polimento nas amostras com suspensão de diamante de 1 μ m. As amostras foram atacadas quimicamente utilizando um composto de H₂O, HNO₃ e HF. A microscopia eletrônica de varredura foi realizada em microscópio modelo EVO LS15, da marca Carl Zeiss, com *software* SmartSEM. Ambos os equipamentos são pertencentes ao Laboratório de Anelasticidade e Biomateriais - UNESP de Bauru.

Microdureza Vickers

O microdurômetro utilizado foi um Shimadzu HMV-2 acoplado a um microcomputador, que fornece o valor conferido através do software Newage Testing Instruments C.A.M.S. Testing System. O equipamento é pertencente ao laboratório de Bioquímica da Faculdade de Odontologia da USP, *campus* de Bauru. Para cada amostra, foram realizadas 10 endentações distribuídas aleatoriamente, com carga de 1,961 N (0,20 kgf) durante 60s.

Resultados e Discussão:

Densidade

As medidas de densidade foram realizadas utilizando água como fluido, cuja densidade, a 22°C (temperatura no momento das medições), consiste em 0,9978 g/cm³ [8].

Na Figura 1 são mostrados os valores de densidade para cada amostra com seu respectivo tratamento.

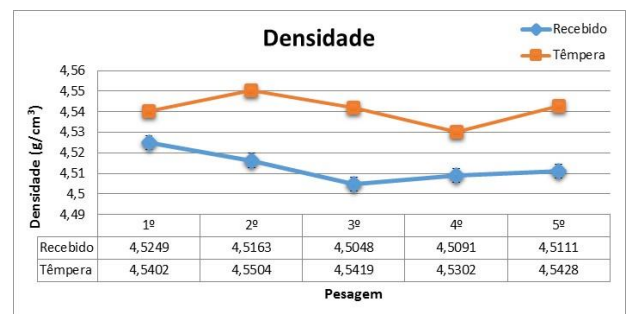


Figura 1 - Densidade das amostras de Ti-CP Grau 4

Percebe-se que há uma variação entre os valores das densidades das amostras. Tendo como valor teórico a densidade do Titânio (Ti-

CP) de aproximadamente $4,5070 \text{ g/cm}^3$, e considerando como valor experimental a média das densidades de cada amostra, utiliza-se a equação 2 para realização dos cálculos, a fim de estabelecer um desvio percentual médio decorrente desses valores e dos respectivos tratamentos térmicos. A tabela 3 faz um comparativo entre os valores encontrados.

Tabela 3 - Comparação dos valores da densidade

Amostra	$\rho_{\text{experimental}}$ (g/cm^3)	ρ_{esperado} (g/cm^3)	Erro (%)
Recebido	4,5315	4,5070	0,1385
Têmpera	4,5411	4,5070	0,7587
		Média	0,4486

De acordo com os dados obtidos, pode-se afirmar que não houve mudanças drásticas na densidade do material devido ao processo térmico realizado, ou seja, conclui-se com as medidas de densidade do material estudado que o mesmo não foi submetido a impurezas durante os processos de tratamento térmico, assim, não mudando seu respectivo valor de densidade.

Difração de Raio-x

Esse processo demonstra uma “impressão digital” do material, característico a um banco de dados que possui valores que quando comparados pode-se distinguir o material que está sendo analisado. A partir disso, o *software* consegue mostrar a estrutura correspondente. Na Figura 2 pode ser vista a comparação da estrutura de ambos os processos.

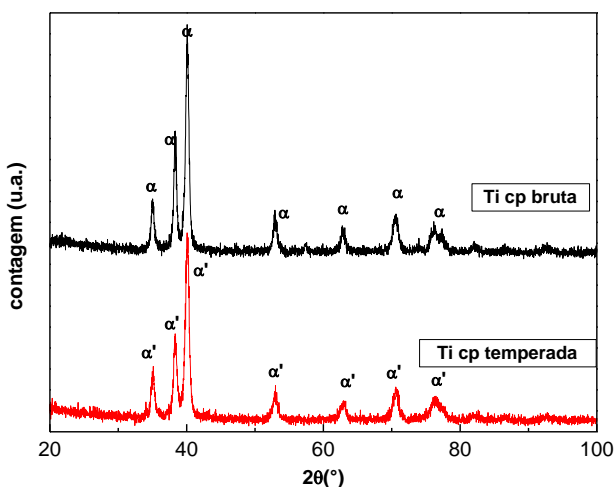


Figura 2 - Comparativo entre os espectros de Difração de Raio-X Ti-CP Grau 4

Com a análise pode-se comprovar que houve uma alteração na estrutura cristalina do material, quando os espectros são comparados

notam-se pequenas diferenças entre suas amplitudes, caracterizadas pelo resfriamento rápido sofrido pelo material, assim incidindo partes de fase β em sua estrutura, o que originou a fase α' (alfa linha), característica da formação martensítica do material.

Outro aspecto a ser levado em conta é que apesar de haver a estrutura α' (alfa linha) tem-se partes do material que estão com estrutura cristalina hexagonal compacta e outras partes que estão com estrutura cúbica de corpo centrado, em suma pode-se afirmar que a presença de fase β (beta) coexistindo com a fase α (alfa) favorece um aumento de resistência mecânica, pois o resfriamento rápido, a partir de uma temperatura elevada, 1000°C , por exemplo, na qual exista somente a fase beta, produz martensita. Entretanto, se os teores de elementos betágenos (estabilizantes da fase beta) forem muito elevados, pode-se formar uma fração de fase beta retida após o resfriamento rápido, reduzindo a resistência mecânica de modo similar ao que ocorre nos aços martensíticos nos quais se forma austenita retida [9].

Microscopia M.E.V.

A Figura 3-A com ampliação de 2000x corresponde a um aspecto mais bem definido da estrutura do material, podendo ser nitidamente visível os contornos de grãos e até mesmo sendo possível visualizar os picos e vales constituintes da superfície do mesmo, tais picos e vales são os aspectos responsáveis pela rugosidade, sendo para muitos processos industriais totalmente viáveis, pois a partir da rugosidade tem-se a possibilidade de uma maior fixação e/ou arraste de fluido e até mesmo fixação em outras superfícies, por exemplo.

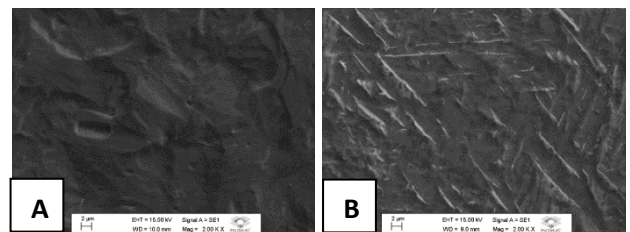


Figura 3 - Microscopia M.E.V. Ti-CP Grau 4 – Recebido e Têmpera

Na figura 3-B não se nota a presença de trincas e aspectos oriundos do processo de resfriamento rápido, pois por conta da agressividade do tratamento, pode surgir fissuras que ocasionariam uma inutilização do material para fins industriais, no entanto é visível a formação de agulhas na estrutura do Ti-CP Grau 4 no campo alfa, no caso de ligas α

(alfa), geralmente aparece uma estrutura de granulação fina com pouca ou nenhuma evidência do produto de transformação.

A aparência de agulhas da estrutura α' (alfa linha) é semelhante à martensita dos aços, mas difere no fato de reter a mesma estrutura da fase da qual se originou. Envelhecendo a fase α' (alfa linha) induzimos a formação de fases alfa e beta em equilíbrio e um aumento em dureza e resistência. A fase alfa linha envelhecida não pode ser distinguida da temperada através do microscópio.

No caso do titânio comercialmente puro, a microestrutura, incluindo o tamanho de grão, e as propriedades mecânicas só podem ser modificadas por sequências de encruamento e recozimento. O resfriamento rápido a partir do campo beta (1000°C, por exemplo) não suprime a formação de fase alfa, mas forma contornos mais irregulares, resultando em maior resistência mecânica [9].

Microdureza Vickers

A estrutura cristalina de um material é um dos fatores mais relevantes no quesito de resistência e aplicação de um material, diz respeito à dureza do mesmo, pois quanto maior o fator de empacotamento (acomodação dos átomos em uma estrutura) maior será a resistência quanto à penetração.

A fim de análise dos resultados, foi aplicada a escala de microdureza Vickers, que consiste em verificar a influência do tratamento nessa propriedade, conforme mostra a Figura 4.

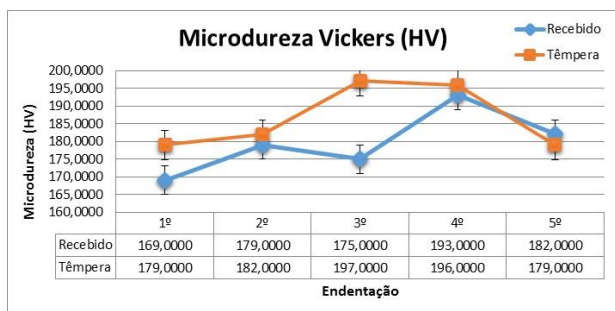


Figura 4 - Microdureza Vickers Ti-CP Grau 4 - Recebido e Têmpera

Tal fenômeno pode ser remetido ao fato de o mesmo ter sido tratado termicamente em forno submetido a quantidades incontroláveis de oxigênio em sua estrutura, quantidade estas que ocasionariam a não transformação de estrutura hexagonal compacta para cúbica de corpo centrado.

Quando há uma perfeita transformação alotrópica, o aumento de dureza pode chegar a cerca de 250 HV em uma amostra controlada e submetida ao processo de têmpera.

Conclusões:

O estudo se comportou de forma a entender como o tratamento térmico de têmpera pode mudar os aspectos micrográficos do material, surgimento da fase α' (alfa linha), por exemplo, bem como sua estrutura cristalina. Houve a partir da caracterização microestrutural a possibilidade de comprovar de forma científica a transformação de fase conforme é trazido na literatura e suas consequências, como melhora nas propriedades de dureza e a constatação de não alteração dos valores de densidade.

Ademais, foi possível através das micrografias visualizar as mudanças da microestrutura do material, bem como a formação das agulhas oriundas do processamento acima da transição β seguido de resfriamento rápido, sendo de plena constatação na amplitude dos valores de difração de raios-x que houveram modificações em sua estrutura.

Referências bibliográficas

[1] LÜTJERING, G.; Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α + β) titanium alloys. Materials Science and Engineering A, 1998.

[2] TITANIUM TECHNOLOGIES LLC Disponível em: <<http://www.titaniumllc.com>> último acesso em 5 de fevereiro de 2015.

[3] DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL Disponível em: <<http://www.dnpm.gov.br>> último acesso 5 de fevereiro de 2015.

[4] CALLISTER Jr, W. D. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução. 3ª edição, Editora LTC, Rio de Janeiro, 2002.

[5] ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN L.; REED-HILL, R. E.; Physical Metallurgy Principles, 4 ed., Cengage Learning, 2009.

[6] ASM HANDBOOK, 10ª edição, 1993.

[7] SHACKELFORD, JAMES F. Ciência dos Materiais, 6ª Edição, Editora Pearson Education - Br, São Paulo, 2008.

[8] LIDE, D.R. Handbook of Chemistry and Physics, 80th Edition 1999-2000, CRC Press, 1999.

[9] INFORMAÇÕES BRITADAS, FUNDIDAS E LAMINADAS – INFOMET, disponível em:<<http://www.infomet.com.br>> último acesso em 22/08/2015.