

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA Ti-6Al-4V COMERCIAL UTILIZADA COMO BIOMATERIAL

A. A. Couto^{1,2}; S. B. Faldini²; G. F. C. Almeida²; T. S. Sekeres²; C. T. Kuniyoshi³;
A. E. Morcelli⁴; N. B. Lima¹.

Endereço: Av. Lineu Prestes, 2242, Cidade Universitária – São Paulo – SP
CEP: 05508-090, e-mail: acouto@ipen.br

(1) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares; (2) Universidade
Presbiteriana Mackenzie; (3) Escola Politécnica da Universidade de São Paulo;
(4) Instituto de Criminalística-SP

RESUMO

O objetivo deste trabalho é a caracterização microestrutural da liga Ti-6Al-4V, visando um melhor entendimento sobre a formação das fases α , hexagonal, e β , cúbica de corpo centrado. Neste trabalho são utilizadas técnicas de microscopia ótica, eletrônica de varredura e de transmissão, difração de raios-X e de elétrons retroespalhados. A fase β na liga recozida a 800 C/2h aparece distribuída homoganeamente na matriz α , geralmente nos contornos de grão α . O tratamento térmico a 1000 C/1 h e resfriamento em água originou numa microestrutura quase que totalmente martensítica acicular, orientada ortogonalmente, com crescimento preferencialmente em cinco direções e com alguma retenção da fase β entre as plaquetas da martensita. O tratamento térmico a 1000 C/1 h e resfriamento no forno (20 C/min) resultou na presença de uma estrutura lamelar α primária no interior de grãos β . Regiões de fase β são formadas nos contornos das lamelas da fase α .

Palavras-chave: Ti-6Al-4V, biomaterial, titânio, microestrutura.

INTRODUÇÃO

Em aplicações como biomaterial, o titânio e a liga Ti-6Al-4V tem sido usados desde 1960, com Ti-6Al-4V gradualmente substituindo o titânio comercialmente puro devido à resistência mecânica superior. A temperatura ambiente, o titânio tem estrutura hexagonal representada como fase α . Essa estrutura transforma-se em cúbica de corpo centrado, fase β a aproximadamente 883°C. Esta temperatura de

transformação pode ser alterada através da adição de elementos de liga. Os elementos estabilizadores da fase α , dentre os quais se destacam Al, Sn, Ga, C, O e o N, aumentam esta temperatura, ao passo que elementos estabilizadores da fase β , como V, Mo, Ni, Cu, Fe, Cr e o Ta, diminuem esta temperatura. A manipulação das fases presentes através de adições de elementos de liga e de tratamentos termomecânicos constitui a base para o desenvolvimento de diversas ligas com diferentes propriedades ⁽¹⁻⁵⁾.

As propriedades mecânicas da liga Ti-6Al-4V dependem da sua microestrutura. Como um exemplo deste fato é a variação das propriedades mecânicas desta liga em função da direção que se está analisando, uma vez que tanto a fase α como a fase β possui tendência em recristalizar com microestrutura texturada. Um controle microestrutural por meio de tratamentos térmicos, processamentos termomecânicos ou termoquímicos têm sido realizados na tentativa de aumentar a resistência e a tenacidade de ligas de titânio ^(6,7).

Diante do exposto anteriormente, o objetivo deste trabalho é investigar características microestruturais da liga Ti-6Al-4V, um dos materiais que vêm sendo extensivamente investigado em aplicações como biomaterial. A caracterização microestrutural da liga Ti-6Al-4V foi feita por meio de técnicas de microscopias óptica, eletrônica de varredura e de transmissão, difração de raios-X e difração de elétrons retroespalhados. Com este estudo pretendeu-se contribuir com o entendimento sobre a formação das fases α , hexagonal compacta, e β , cúbica de corpo centrado, na liga Ti-6Al-4V além das suas características.

MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado neste trabalho foi a liga de Ti-6Al-4V. O material foi adquirido na forma de barras de 6 mm de diâmetro. O estado do material na condição como recebido encontra-se conformado mecanicamente e recozida a 800 C por 2 horas. A seguir, foram feitos tratamentos térmicos na liga Ti-6Al-4V como recebida, na temperatura de 1000 °C por 1 hora e resfriamento na água e dentro do forno (velocidade de resfriamento de 20 C/minuto), visando a obtenção de diferentes microestruturas. As amostras das ligas nas condições como recebida e tratadas termicamente, com velocidade de resfriamento variável, tiveram suas microestruturas caracterizadas.

Na preparação das amostras para observação por microscopia óptica foram utilizadas técnicas convencionais de embutimento, lixamento, polimento e ataque químico. Na observação das amostras foi utilizado um microscópio óptico Olympus BX40 acoplado a um sistema de digitalização e análise de imagens. As amostras foram também observadas num microscópio eletrônico de varredura Philips acoplado com sistema de análise química utilizando energia dispersiva de raios X.

As análises por difratometria de raios-X foram feitas num difratômetro de raios-X Rigaku, utilizando radiação $K\alpha$ do cobre. Folhas finas da liga Ti-6Al-4V foram preparadas por polimento eletrolítico para observação num microscópio eletrônico de transmissão JEOL 200C. A análise por difração de elétrons retroespalhados foi feita num microscópio eletrônico de varredura, da marca Phillips, modelo XL30, no qual está acoplado um dispositivo de difração de elétrons retroespalhados (EBSD), da marca TSL, instalado na Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na figura 1 é apresentado o difratograma de raios-X da amostra da liga Ti-6Al-4V na condição como recebida (recozida a 800 C/2 h). Nota-se nesta figura uma dificuldade em identificar, por difratometria de raios-X, a presença da fase β nas ligas de titânio quando a fase α também está presente. O plano de reflexão mais intenso da fase da fase β (110) tem posição coincidente a um plano de reflexão da fase α (002), mascarando o resultado. Como a quantidade de fase β na liga é relativamente pequena e as outras reflexões não coincidentes são de baixa intensidade, fica praticamente impossível garantir a presença da fase β somente pela análise por difração de raios-X.

As micrografias típicas, observadas por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, da amostra de Ti-6Al-4V na condição como recebida, são apresentadas na figura 2. Nota-se nestas micrografias a presença de duas fases: α (hexagonal compacta) e β (cúbica de corpo centrado). Portanto, a microestrutura presente nesta liga é uma mistura de $\alpha+\beta$, com a fase β distribuída homogeneamente na matriz α . Na figura 3 é apresentada uma micrografia desta mesma amostra, observada por microscopia eletrônica de transmissão, confirmando a presença das duas fases $\alpha+\beta$. O padrão de difração da região da fase β e sua

indexação também estão incluídos na figura 3. Está evidente na figura 3 que a fase β localiza-se preferencialmente nos contornos de grão α .

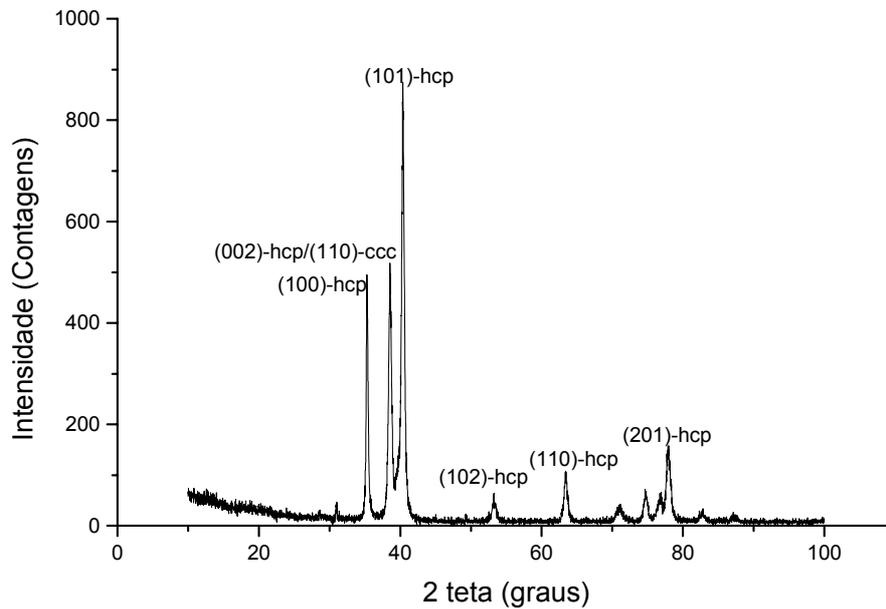
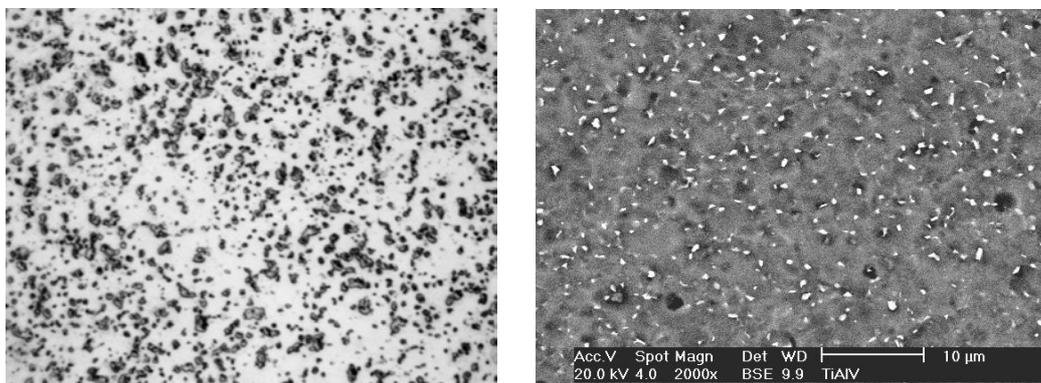


Figura 1: Difratoograma de raios-X da amostra da liga Ti-6Al-4V nas condições como recebida (recozida a 800 C por 2 horas).



(A)

(B)

Figura 2: Micrografias típicas das amostras da liga Ti-6Al-4V na condição como recebida, observadas por (A) microscopia óptica e (B) eletrônica de varredura.

Na figura 4 são apresentadas as micrografias por imagem de orientação, relativa às fases α e β , da amostra de Ti-6Al-4V na condição como recebida. Nota-se pelo código de cores dos grãos da fase α que, mesmo sem fazer uma análise quantitativa, não parece ter ocorrido uma orientação preferencial pronunciada dos grãos. As cores estão distribuídas relativamente de acordo com as intensidades encontradas nas fichas JCPDS para esta fase e com as intensidades observadas no

difratograma de raios-X da figura 1. Com relação à fase β , figura 4(B), a análise por difração de elétrons retroespalhados confirmou a localização preferencial nos contornos de grão da fase α . Algumas das regiões coloridas na figura 4(B) podem não ser da fase β , devido ao tamanho reduzido desta fase e à análise ter sido feita por exclusão, ou seja, o que não foi identificado como sendo a fase α .

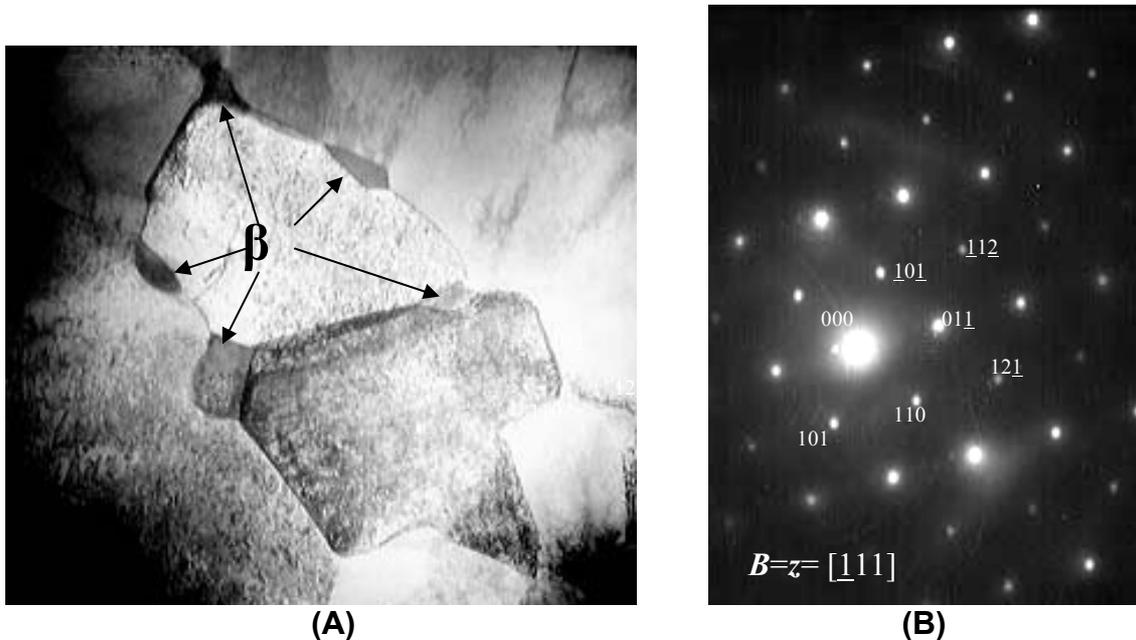


Figura 3: (A) Micrografia observada por microscopia eletrônica de transmissão da amostra de Ti-6Al-4V, na condição como recebida, evidenciando regiões da fase β . (Aumento: 12.000X). (B) Padrão de difração eletrônica de uma região da fase β com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado, conforme indexação.

Os difratogramas de raios-X das amostras da liga Ti-6Al-4V tratadas termicamente a 1000 C por 1 hora e resfriadas na água e no forno (20 C/minuto) são apresentados na figura 5. Como já foi dito anteriormente, existe uma dificuldade na análise da fase β por difração de raios-X. Na análise por microscopia das amostras da liga Ti-6Al-4V tratadas termicamente a 1000 C por 1 hora e resfriadas na água verifica-se a formação quase total de uma microestrutura martensítica acicular, como pode ser observado em baixo aumento na figura 6(A). Detalhes desta microestrutura, observados nas figuras 6(B) e 7, evidenciaram que as plaquetas (estrias) de martensita de morfologia acicular estão orientadas ortogonalmente. Além disto, nota-se também na figura 6(B) uma quantidade da fase β retida entre as plaquetas de martensita, indicado pelas setas na figura. A retenção da fase β ocorre devido ao resfriamento rápido a partir da temperatura de 1000 C, onde a fase β é

estável. A imagem em campo escuro desta amostra pode ser observada na figura 8, evidenciando, em contraste os grãos β primários.

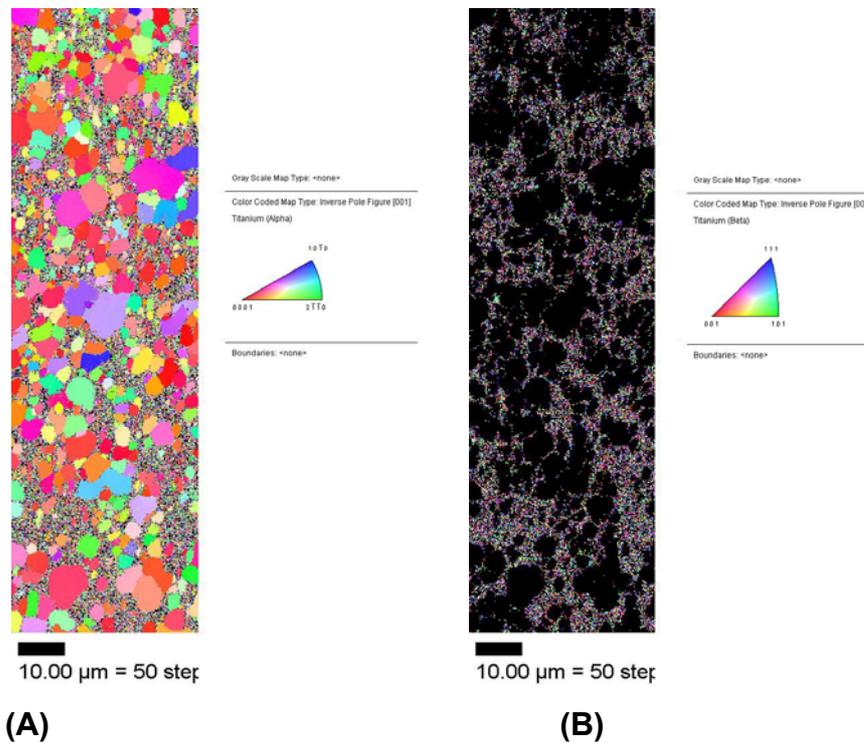


Figura 4: Micrografias por imagem de orientação da amostra da liga Ti-6Al-4V na condição como recebida, com o código de cores definindo as orientações de cada região da fase α (A) e da fase β (B).

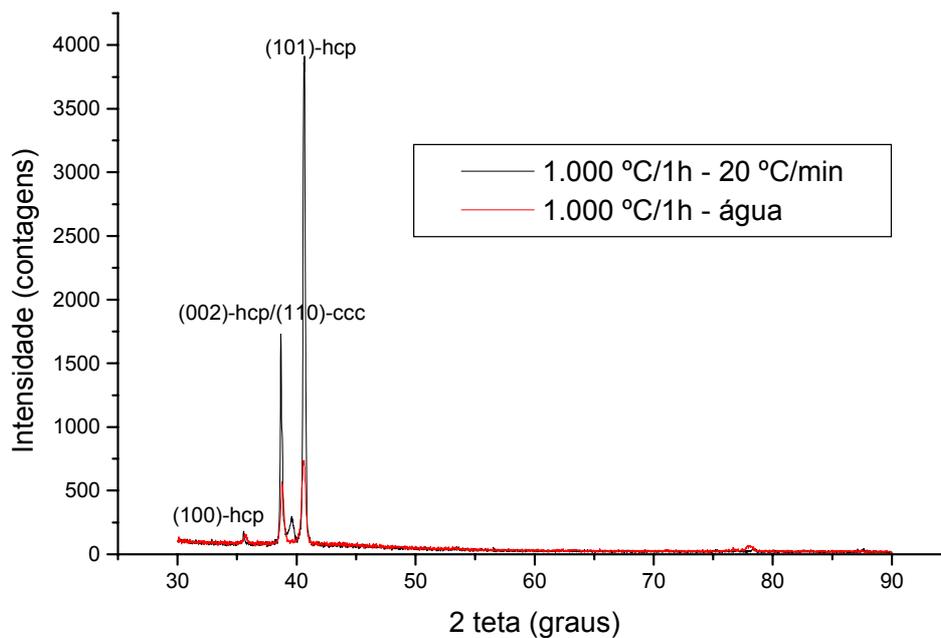


Figura 5: Difratogramas de raios-X das amostras da liga Ti-6Al-4V tratadas termicamente a 1000 C por 1 hora e resfriadas na água e no forno (20 C/minuto).

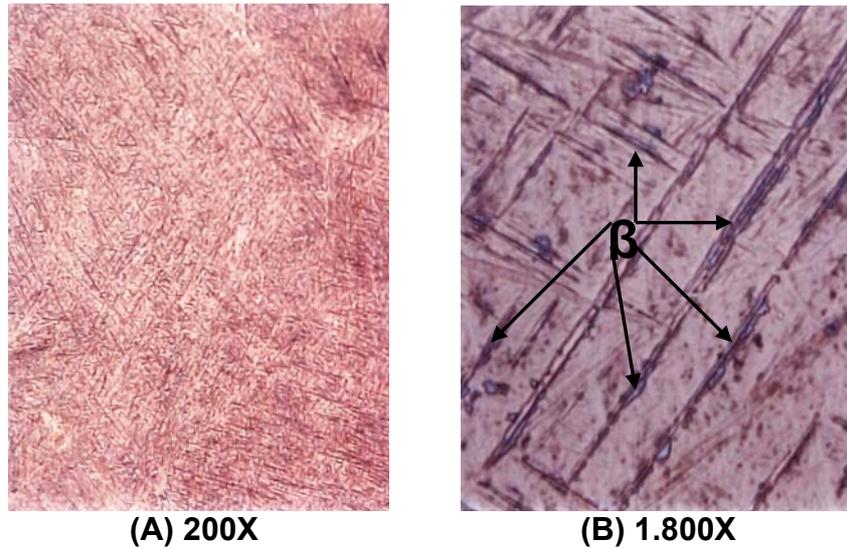


Figura 6: Micrografias da amostra da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente a 1000 C por 1 hora e resfriada na água, observada por microscopia óptica.

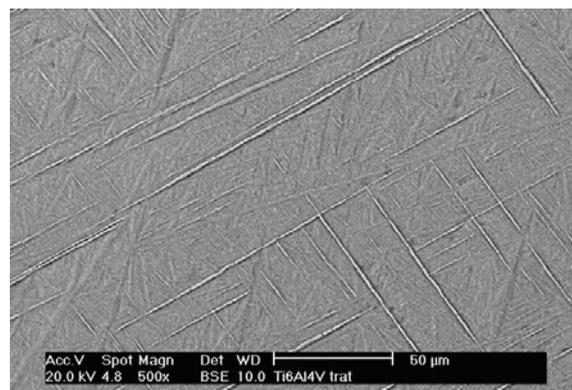


Figura 7: Micrografia da amostra da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente a 1000 C por 1 hora e resfriada na água, observada por microscopia eletrônica de varredura.



Figura 8: Imagem em campo escuro da amostra da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente a 1000 C por 1 hora e resfriada na água, evidenciando grãos β primários (aumento 450X).

Na figura 9 é apresentada a micrografia por imagem de orientação da amostra da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente a 1000 C por 1 hora e resfriada na água, com a indicação das orientações de formação de cada plaqueta de martensita. Nota-se nesta figura que existem algumas cores predominantes de crescimento das plaquetas de martensita. Como por exemplo, as regiões avermelhadas representam, no código de cores, praticamente a direção de crescimento normal ao plano basal, (002) ou (0001), da estrutura cristalina hexagonal. Nota-se nitidamente que as cores que mais aparecem, além do vermelho, são rosa-lilás-rosa, intermediárias entre o vermelho e o azul, e também o azul claro, intermediário entre o verde e o azul. A micrografia por imagem de orientação desta amostra com as orientações da fase β não apresentou definição suficiente para qualquer análise devido à pequena quantidade da fase β presente estar retida nas regiões entre as plaquetas de martensita, dificultando a sua identificação e observação.

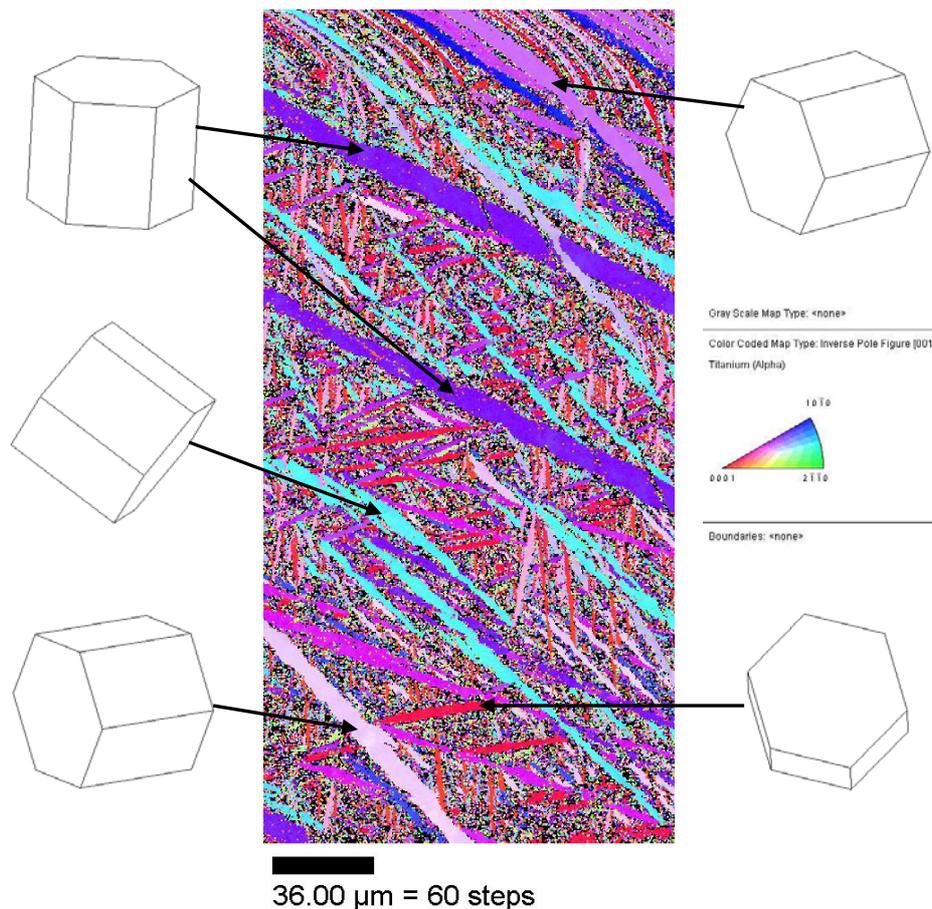


Figura 9: Micrografia por imagem de orientação da amostra da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente a 1000 C por 1 hora e resfriada na água, com a indicação das orientações de formação de cada plaqueta de martensita e código de cores.

As observações por microscopia das amostras da liga Ti-6Al-4V tratadas termicamente a 1000 C por 1 hora e resfriamento no forno, com taxa de resfriamento de 20 C/min, são apresentadas nas figuras 10 a 12. Nota-se a uma microestrutura de grãos grosseiros, com a presença de uma subestrutura no interior dos grãos. Esta subestrutura é formada lamelas da fase α dentro de grãos originariamente β . As lamelas α também estão presentes nos contornos de grãos, como observado principalmente na figura 11(A). Além das lamelas da fase α , formadas na transição $\beta \rightarrow \alpha$, podemos observar regiões da fase α formadas devido à permanência do material por longo tempo (resfriamento lento) no campo de fases $\beta + \alpha$. A fase α de morfologia lamelar, formada de maneira heterogênea, é primária, enquanto que a fase α formada posteriormente e indicada com setas na figura 10 é secundária ou “formado novamente”.

Na figura 11(A) nota-se mais claramente a presença de placas da fase α do tipo Widmanstätten, com morfologia clássica do tipo “cesto trançado”. Além disto, podemos verificar que os contornos escuros ao longo das placas da fase α são regiões de fase β , como pode ser melhor observado nas micrografias das figuras 11(B) e 12. Uma análise mais detalhada por microscopia eletrônica de transmissão, da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente a 1000 C por 1 hora, será necessária para complementação deste estudo.

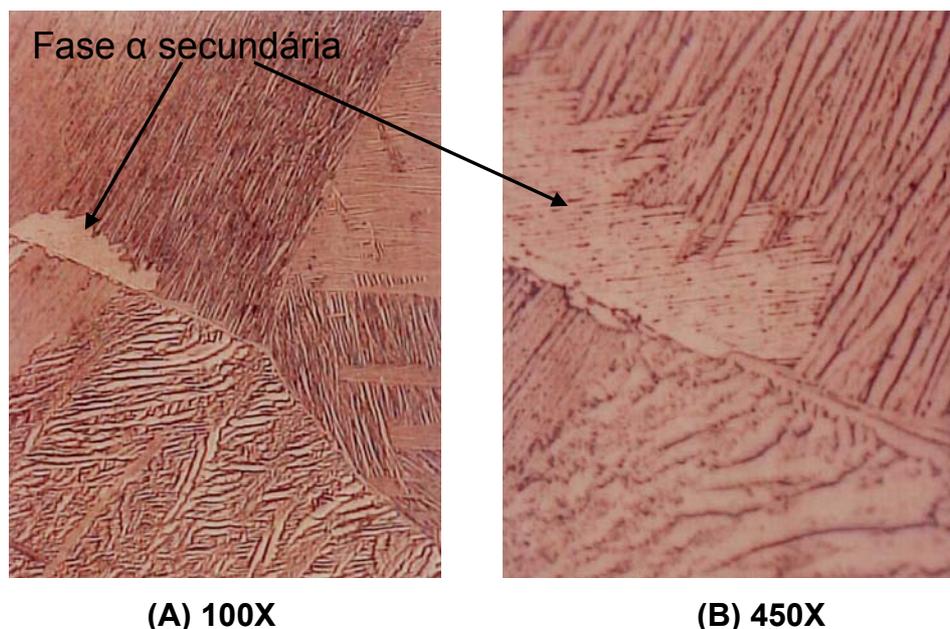


Figura 10: Micrografia da amostra da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente a 1000 C por 1 hora e resfriada no forno (20 C/min), observada por microscopia óptica.

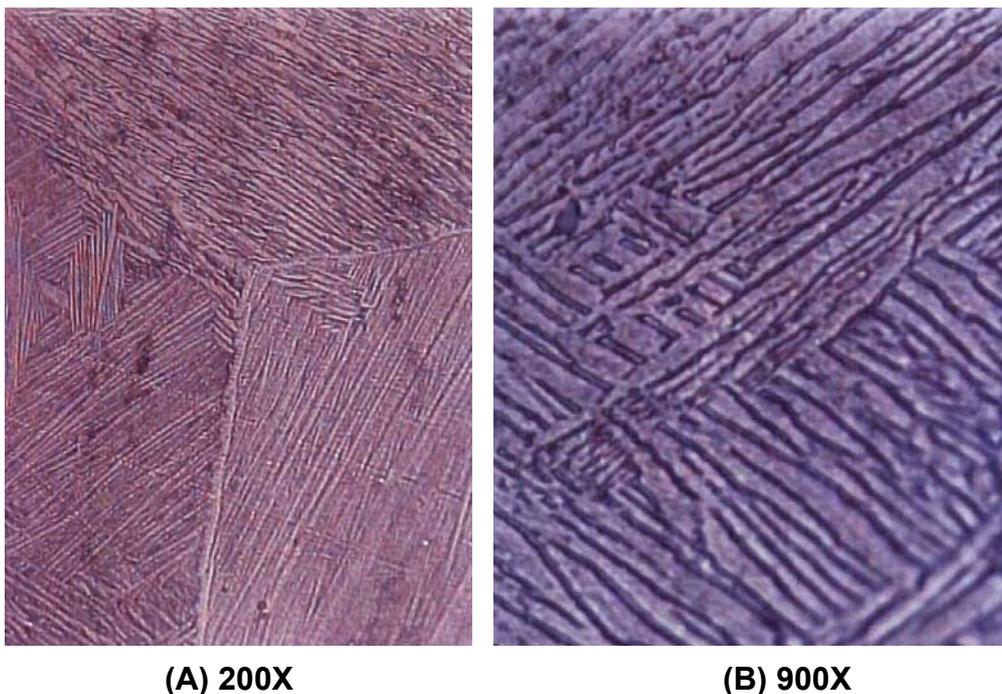


Figura 11: Micrografia da amostra da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente a 1000 C por 1 hora e resfriada no forno (20 C/min), observada por microscopia óptica.

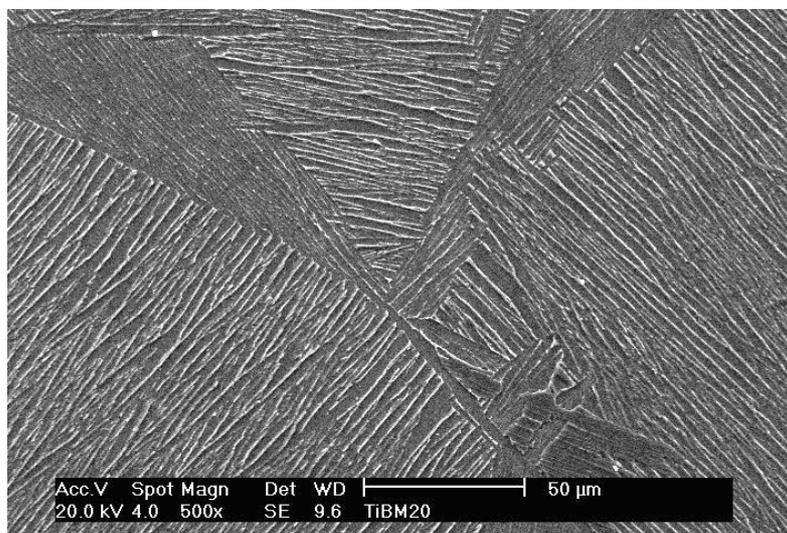


Figura 12: Micrografia da amostra tratada termicamente a 1000 C por 1 hora e resfriada no forno (20 C/min), observada por microscopia eletrônica de varredura.

CONCLUSÕES

Amostras da liga Ti-6Al-4V em diferentes condições de tratamento térmico foram caracterizadas utilizando as técnicas de difratometria de raios-X, microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e de transmissão e difratometria de

elétrons retroespalhados. De acordo com o obtido experimentalmente, as seguintes conclusões podem ser evidenciadas:

- Na condição como recebida, tratada termicamente a 800 C por 2 horas, a liga apresentou duas estruturas cristalinas: α (hcp) e β (bcc). A fase β aparece distribuída homogeneamente em α , principalmente nos contornos de grão α .
- O tratamento térmico a 1000 C/1 hora e resfriamento na água induz á formação quase total de uma microestrutura martensítica acicular orientadas ortogonalmente. A formação das plaquetas de martensita obedece algumas orientações predominantes.
- Em decorrência do tratamento térmico a 1000 C/1 hora e resfriamento na água, uma quantidade da fase β fica retida entre as plaquetas de martensita.
- O tratamento térmico a 1000 C/1 hora e resfriamento na forno, com velocidade de resfriamento de 20 C por minuto, induz a formação de uma estrutura lamelar da fase α dentro de grãos originariamente da fase β . Nos contornos das lamelas da fase α permanece a fase β .
- A fase α primária tem morfologia lamelar e é formada de maneira heterogênea, na transição $\beta \rightarrow \alpha$, enquanto que a fase α secundária, formada posteriormente no resfriamento no campo $\alpha + \beta$, são regiões homogêneas, sem presença de lamelas.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Pesquisa (CNPq) e à Universidade Presbiteriana Mackenzie (UPM) pelas bolsas de Iniciação Científica concedidas ao Thiago S. Sekeres e à Gisele F. C. Almeida, respectivamente.

REFERÊNCIAS

1. AMERICAN SOCIETY FOR METALS (ASM) Metals Handbook, Ohio, 9 ed., p.458-475, 1980; v.9
2. AHMED, T.; RACK, H.J. Phases transformations during cooling in $\alpha + \beta$ titanium alloys. Materials Science and Engineering, v.243, p. 206-211, março/1998.
3. LUTGERING, G. Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ($\alpha + \beta$) titanium alloys. Materials Science and Engineering, v. 243, p. 32-45, 1998.

4. DING, R., GUO, Z. & WILSON, A. Microstructural evolution of a Ti-6Al-4V alloy during thermomechanical processing. *Materials Science and Engineering*, v. 327, p. 233-245, 2002.
5. MARTIN, P. Effects of hot working on the microstructure of Ti alloys. *Materials Science and Engineering*, v. 243, p. 25-31, 1998.
6. WEISS, I.; SEMIATIN, S.L. Thermomechanical processing of beta titanium alloys- an overview. *Materials Science and Engineering*, v.243, p.46-65, março/1998.
7. ANKEM, S.; GREENE, C A. Recent developments in microstructure/property relationships of beta titanium alloys. *Materials Science and Engineering*, v. 263, p.127-131, maio/1999.

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF COMMERCIAL Ti-6Al-4V ALLOY USED AS BIOMATERIAL

ABSTRACT

The aim of this work is the microstructure characterization of the Ti-6Al-4V alloy to understand better the formation of the α phase, hexagonal, and the β phase, body-centered cubic. On this work were used optical, scanning and transmission electron microscopy, X ray diffraction and electron back scattering diffraction. The β phase on the alloy annealed at 800 °C/2h shows homogeneously distributed on the α matrix, generally on the α grain boundaries. The heat treatment at 1000 °C/1h and water-cooled originated one microstructure almost totally acicular martensite, orthogonally oriented, with a preferential growing in five directions and with some β phase retention between the martensite plates. The heat treatment at 1000 °C/1h and cooling into a furnace (20 °C/min) resulted in a α prime lamellar structure at inside the β grains. The β phase regions are formed onto boundaries of the α phase lamellas.

Key-words: Ti-6Al-4V, biomaterial, titanium, microstructure.