



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e dos Materiais -
PPGEM

ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA Ti-Nb SINTERIZADA PARA
APLICAÇÃO NA ÁREA BIOMÉDICA

Joeci Casagrande
Engenheiro Mecânico

Porto Alegre – 2011



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e dos Materiais -
PPGEM

ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA Ti-Nb SINTERIZADA PARA
APLICAÇÃO NA ÁREA BIOMÉDICA

Joeci Casagrande

Engenheiro Mecânico

Trabalho realizado no Centro de Tecnologia da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós – Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Processos de Fabricação

Porto Alegre - 2011

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração Processos de Fabricação e aprovada em sua forma final, pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Ing. Lírío Schaeffer

Banca Examinadora:

Dr. Eng. Peterson Luiz Ferradini

Prof. Dr. Jovani Castelan

Prof. Dr. Eng. Marcio Roberto da Rocha

Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker
Coordenador do PPGE3M

Dedico a minha esposa e aos meus filhos pela paciência, apoio e motivação

AGRADECIMENTOS

A todos que colaboraram direta ou indiretamente na elaboração deste Trabalho, o meu reconhecimento.

Ao Professor Dr. Ing. Lírio Schaeffer, pelo estímulo, dedicação e atenção.

Ao LdTM e à Faculdade SATC pelo apoio logístico e tecnológico.

Ao Eng. Wilson Corrêa Rodrigues pelas sugestões e observações valiosas e pela contribuição técnica no processo de compactação e sinterização.

Ao CNPq pelo apoio ao projeto de metalurgia do pó no Laboratório de Transformação Mecânica – LdTM/UFRGS.

A CBMM - Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração por fornecer o material Nióbio.

E aos colegas, Daniel Fritzen, Jovani Castelan, Vilson Gruber, Gilda de Souza Rodrigues Silva, Kelli Savi e em especial ao colega Anderson Daleffe pelo apoio técnico, pelas sugestões e observações que muito contribuíram para a realização desse projeto.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	VIII
LISTA DE TABELAS	XII
LISTA DE ABREVIATURAS.....	XIII
RESUMO	XV
ABSTRACT	XVI
1 INTRODUÇÃO.....	XVII
2 METALURGIA DO PÓ - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1 Descrição do processo	22
2.1.1 Pó metálico – método de obtenção.	22
2.1.2 Características do Pó Metálico	25
2.2 Compactação.....	27
2.2.1 Lubrificantes usados para compactação.....	31
2.2.2 Matrizes para compactação.....	32
2.3 Sinterização	34
2.3.1 Influencia das atmosferas na sinterização	37
2.3.2 Estágios da sinterização.....	38
2.3.3 Sinterização por fase sólida.....	39
2.3.4 Técnicas de sinterização	41
2.3.5 Técnicas tradicionais de sinterização	42
2.3.6 Novas técnicas de sinterização	43
2.3.7 Fornos de sinterização	44
2.3.8 Densidade	44
3 BIOMATERIAIS	46
3.1 Titânio e ligas	46
3.2 Titânio	48
3.3 Nióbio.....	50
3.3.1 Propriedades Físicas	51
3.4 Aplicação de Titânio e suas ligas na medicina.....	51
3.5 Descrição dos ensaios utilizados nos experimentos.....	59

3.5.1	Ensaio de compressão	60
3.5.2	Ensaio de Microdureza por Penetração	63
3.5.3	Microestrutura MEV	64
3.5.4	Metalografia	65
4	PROCEDIMENTOS PRELIMINARES	67
4.1	Experimento Preliminar	68
4.1.1	Pós metálicos usados nos experimentos preliminares.....	68
4.1.2	Ferramental Usado Para Compactar a Peça	71
4.1.3	Máquina utilizada para mistura do pó	72
4.1.4	Sinterização das amostras do ensaio preliminar.....	72
4.1.5	Resultado dos ensaios preliminares.....	73
4.2.	Preparação das amostras do experimento prático.....	74
4.3	Análise dos Materiais Sinterizados	76
4.3.1	Ensaio de compressão do corpo de prova Ti-Nb sinterizado	77
4.3.2	Ensaio de microdureza	79
4.3.3	Análise da microestrutura (MEV) da liga de Ti-Nb.....	79
4.3.4	Ensaio Metalográfico da liga de Ti-Nb	80
4.3.5	Determinação da densidade.....	81
4.3.6	Análise química do Titânio e Nióbio	82
5	RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES	83
6	CONCLUSÃO.....	86
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	88
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	89

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Processo convencional de metalurgia do pó (KNEWITZ, 2009)	20
Figura 2.2: Peças produzidas através da metalurgia do pó (MORO; AURAS, 2007)	20
Figura 2.3: Engrenagens fabricadas pela metalurgia do pó (SCHAERER, 2006)	21
Figura 2.4: Acetábulo e cabeça femoral (SCHAERER, 2006)	21
Figura 2.5: Moinho de bolas (MORO; AURAS, 2007)	23
Figura 2.6: Atomização por ASEA-STORA- jato de argônio ou nitrogênio (MORO; AURAS, 2007)	24
Figura 2.7: Morfologia de partículas metálicas: a) Esférica b) Arredondada, c) Aglomerada, d) Irregular, e) Angular, f) Com picos, g) Dendrítica, h) Porosa (KNEWITZ, 2009).....	25
Figura 2.8: Curvas tensão deformação nominal de Ti35Nb amostras com diferentes porosidades (CASAGRANDE, et al., 2010).....	26
Figura 2.9: Comportamento das partículas na compressão (PEREIRA, 2010).....	27
Figura 2.10: Gráfico esquemático da pressão de compactação pela densidade (PEREIRA, 2010).....	27
Figura 2.11: Evolução de uma certa quantidade de pó (1), para a sua correspondente quantidade densificada (2) (DELFORGE et al., 2007).....	28
Figura 2.12: Compactação realizada com simples ação (GRUPO SETORIAL DA METALURGIA DO PÓ, 2009).....	28
Figura 2.13: Compactação realizada com dupla ação (GRUPO SETORIAL DA METALURGIA DO PÓ, 2009).....	29
Figura 2.14: Formação da linha neutra em compactação de duplo efeito (SEEBER, 2008) e (SAVI, 2011).	29
Figura 2.15: Formação de poros alongados durante a compactação (SEEBER, 2008) e (SAVI, 2011)	30
Figura 2.16: Matriz simples de compactação de pós metálicos com seus diversos componentes (CHIAVERINI, 1986)	32
Figura 2.17: Matriz de compactação e punções fabricados para obtenção dos corpos de prova de 13mm diâmetro (ESPINOZA et al., 2010).....	33

Figura 2.18: Exemplo de compactação de peças complexas (GRUPO SETORIAL DA METALURGIA DO PÓ, 2009).....	33
Figura 2.19: Etapas do processo de sinterização convencional (GRUPO SETORIAL DA METALURGIA DO PÓ, 2009).....	34
Figura 2.20: Mecanismo de transformação da massa durante a sinterização (GERMAN; BOSE, 1997).....	35
Figura 2.21: Curva de temperatura do forno (GRUPO SETORIAL DA METALURGIA DO PÓ, 2009).....	39
Figura 2.22: Estágios de sinterização (SEEBER, 2008).....	40
Figura 2.23: Tipo comum de forno de sinterização empregado em metalurgia do pó (MORO; AURAS, 2007).....	44
Figura 3.1: Diagrama de fases no equilíbrio do sistema binário Nb-Ti (OLIVEIRA, 2006)...	47
Figura 3.2: Pó de titânio comercialmente puro (WIKIPÉDIA, 2011).....	49
Figura 3.3: Micrografia do pó de titânio. Aumento: 1000X (M.E.V.) (ESPINOZA et al., 2010).....	50
Figura 3.4: 1 Columbita, 2 Pirocloro (LUZ et al., 2010).....	50
Figura 3.5: Esquema de tecidos duros do corpo humano (LIU et al., 2005).....	52
Figura 3.6: MEV dos pós de Ti, com três tamanhos diferentes em pó (WEN, 2001).....	53
Figura 3.7: Desenho esquemático da articulação do quadril artificial (LIU et al., 2005).	53
Figura 3.8: Esquema do dente artificial em forma de parafuso (LIU et al., 2005).....	55
Figura 3.9: a) Micro parafuso ortodôntico, b) Conjunto micro parafuso ortodôntico (RODRIGUES et al., 2009).	55
Figura 3.10: (a) placa de metal para prótese total, (b) placa de metal para prótese parcial, (c) prótese parcial, (d) radiografia de placa de metal para prótese parcial, (e) TiN-ion-plated prótese parcial, (f) e coroa ponte. (OKAZAKI, 2001).....	56
Figura 3.11: Implantes: (a), do quadril artificial conjunta do tipo cimentado (b) e da raiz dos dentes artificiais (c) pinos dentais, feitos de liga de Ti-15Zr-4Nb-4Ta. (OKAZAKI, 2001).	56
Figura 3.12: Válvula do coração (LIU et al., 2005).	57
Figura 3.13: Stents vasculares artificiais (LIU et al., 2005).....	58
Figura 3.14: Próteses de placas e parafusos de osso (LIU et al., 2005).	59
Figura 3.15: (a) Prótese de quadril, (b) prótese de joelho, (c) haste intramedular e (d) implante odontológico (LOPES, 2009).	59

Figura 3.16: Ensaio de compressão em (a) metal dúctil, deformação sem ruptura, e (b) metal frágil, ruptura sem deformação lateral (SOUZA, 2000).	61
Figura 3.17: Regiões não-deformadas devido ao atrito entre o corpo de prova e as placas da máquina (SOUZA, 2000).	61
Figura 3.18: Tipos de ensaio e curva característica do ensaio de compressão (GARCIA et al., 2000).	63
Figura 3.19: Microdureza por penetração Vickers, (a) impressão da microdureza, (b) Microdurometro (SCALET et al., 2010).	64
Figura 3.20: Exemplo de fratura em materiais metálicos com porosos (MALISKA, 2011).	65
Figura 3.21: Exemplo de polimento com lixa. Laboratório de Metalografia – SATC.	66
Figura 3.22: Exemplo de polimento com pano e pasta diamantada (abrasivo). Laboratório de Metalografia – SATC.	66
Figura 4.1: Fluxograma do procedimento experimental.	68
Figura 4.2: Planilha do Excel para cálculo da porcentagem da composição.	69
Figura 4.3: Balança de precisão.	70
Figura 4.4: Croqui dos corpos de prova ensaio preliminar.	70
Figura 4.5: Compactado verde de Ti-Nb, nas proporções conforme tabela 1.	70
Figura 4.6: Conjunto matriz fechada para obtenção de corpo de prova de 13mm de diâmetro, nos experimentos preliminares, LDTM/UFRGS.	71
Figura 4.7: Croqui da Matriz e Punções.	71
Figura 4.8: Misturador giratório excêntrico da SATC.	72
Figura 4.9: Forno Jung mufla Modelo 2713 – 1300 °C – 6,5 kw – 30 A, sem controle da atmosfera do IMG, usado nos experimentos preliminar.	73
Figura 4.10: Resultado dos ensaios preliminares após a sinterização.	74
Figura 4.11: Detalhe do misturador tipo “Y” utilizado.	75
Figura 4.12: Matriz utilizada para a compactação das amostras.	75
Figura 4.13: Foto do forno tubular de sinterização.	76
Figura 4.14: Ciclo de sinterização utilizado – 1450°C.	76
Figura 4.15: Gráfico Tensão x Deformação da liga Ti40Nb.	77
Figura 4.16: Gráfico Tensão x Deformação da liga Ti35Nb.	78
Figura 4.17: Gráfico Tensão x Deformação da liga Ti30Nb.	78
Figura 4.18: Partículas de pó titânio (1000x).	80
Figura 4.19: Partículas de pó de nióbio (1500x).	80

Figura 4.20: Amostra A com Ti40Nb aumentado 500x.....	80
Figura 4.21: Amostra B com Ti35Nb aumentado 500x.	80
Figura 4.22: Amostra C com Ti30Nb aumentado 500x.	81
5.1: Partículas da mistura Ti-30Nb (1000x).....	83
5.2: Partículas da mistura Ti-35Nb (1000x).....	83
Figura 5.3: Partículas da mistura Ti-40Nb (1000x).....	84
Figura 5.4: (A) amostra à verde - (B) amostra de Ti-Nb sinterizada à 1450 °C.....	85

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1: Dimensões dos corpos-de-prova ensaiados em compressão. [segundo ASTM E9-89 ^a .] (GARCIA et al., 2000).	62
Tabela 4.1: Porcentagem de pó de Ti-Nb na composição dos corpos de prova dos ensaios preliminares (dados para corpos de prova com diâmetro 10 mm e altura 10 mm).....	69
Tabela 4.2: características dos experimentos prático.	74
Tabela 4.3: Amostras usadas nos ensaios de compressão.	77
Tabela 4.4: Tensão, Módulo de Elasticidade e Deformação.	78
Tabela 4.5: Microdureza das amostras sinterizadas.	79
Tabela 4.6: Resultado da análise química.	82
Tabela 5.1: Valores de densidade à verde para as composições estudadas.	84
Tabela 5.2: Densidade, Contração Volumétrica e Microdureza das amostras sinterizadas.	85

LISTA DE ABREVIATURAS

SATC	Associação Beneficente da Indústria Carbonífera de Santa Catarina
UFRGR	Universidade Federal do Rio Grande do Sul
M/P	Metalurgia do pó
DNPM	Departamento Nacional de Produção Mineral
R-Z	Roheisen-Zunder
CSC	Centrifugal Shot Casting
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	American Society for Testing and Materials
HRc	Unidade de Dureza
°C	Temperatura em Grau Celsius
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
LDTM	Laboratório de Transformação Mecânica
PPGE3M	Programa de Pós-Graduação em Eng. de Minas, Metalúrgica e de Materiais
HV	Escala de Dureza Vickers
PF	Perda ao Fogo
M/P	Metalurgia do Pó
DNPM	Departamento Nacional de Produção Mineral
CSC	Centrifugal Shot Casting
ABNT	Associação Brasileira Normas Técnicas

LISTA SÍMBOLOS

Símbolo	Explicação	Unidade
ρ	Densidade	g/cm^3
p	Pressão	N/mm^2
GPa	Giga Pascal	10^9N/m^2
MPa	Mega Pascal	10^6N/m^2
v	Velocidade de varredura	mV/min
μm	Micrometro	10^{-6} m
T	Temperatura Celsius	$^{\circ}\text{C}$
Nb	Elemento químico chamado de nióbio	
Ti	Elemento químico chamado de titânio	
m_{Nb}	Massa do elemento Nb	g \% Percentual
m_{Ti}	Massa do elemento Ti	g \% Percentual
gf	grama força	
CCC	Cúbico de corpo centrado	
CFC	Cúbico de face centrado	
HC	Hexagonal Compacto	
Mm	Medidas em milímetros	mm
α	Alfa	
β	Beta	
Al	Elemento químico chamado de Alumínio	
V	Elemento químico chamado de Vanádio	
Zr	Elemento químico chamado de Zircônio	
Mo	Elemento químico chamado de Molibdenio	
Ta	Elemento químico chamado de Tantaló	
v	Volume do fluido	
Co	Elemento químico chamado de Cobalto	
Cr	Elemento químico chamado de Cromo	
M_{Ti}	Volume Molar de Titânio	
M_{Nb}	Volume Molar de Nióbio	
σ	Tensão	N/m^2

RESUMO

O Titânio e suas ligas possuem uma grande aplicação na área biomédica devido à combinação de suas propriedades mecânicas, físicas e químicas, como baixa densidade, alta resistência mecânica, baixo módulo de elasticidade, alta resistência à corrosão e boa biocompatibilidade. O presente trabalho estudou o processo de metalurgia do pó, descrevendo suas ferramentas, máquinas e processos. Pesquisa bibliográfica e análises experimentais foram feitas para obtenção de materiais biocompatíveis, através da mistura de pós metálicos, compactação e sinterização. Foram realizadas mistura dos pós de titânio (Ti) e nióbio (Nb) em proporções distintas para viabilizar a aplicação deste produto na área da medicina. Foram feitos testes para obter as características mecânicas do material, já compactado e sinterizado, com o objetivo principal de aplicar este material em implantes humanos. Além dos implantes a liga de Ti-Nb também pode ser usada na fabricação de prótese de reabilitação e testes de implantes em animais. A compactação da mistura dos pós metálicos foi realizada em uma prensa hidráulica ferramentada com dois punções e uma matriz fechada, dando origem a um material denominado compactado verde. Com os materiais já compactados, a próxima etapa foi levá-los ao forno para sinterização, de acordo com as respectivas temperaturas para cada grupo de corpo de prova. Os resultados mostraram que as amostras, sinterizadas pelo processo da metalurgia do pó, levaram à obtenção de peças de alta porosidade (de acordo com a densidade teórica). A microestrutura predominante encontrada em amostras sinterizadas a 1450 °C consiste em partículas de titânio e nióbio bastante irregulares e com tamanhos desproporcionais, devido à diferença do tamanho das partículas dos pós, como mostrou o ensaio metalográfico. O ensaio de compressão mostrou um baixo módulo de elasticidade em função da porosidade alta, e os resultados foram considerados baixos se comparados à resistência óssea. A dureza também não foi considerada ideal, em função da alta porosidade.

Palavras-chave: Titânio, Nióbio, Metalurgia do Pó, Compactação e Sinterização.

ABSTRACT

Titanium and its alloys have a wide application in biomedical field due to the combination of its mechanical, physical and chemical properties such as low density, high mechanical strength, low elasticity modulus, high corrosion resistance and good biocompatibility. This work studied the process of powder metallurgy, describing their tools, machines and processes. Bibliographical research and experimental analyses were made to obtain biocompatible materials, by mixing metal powders, compacting and sintering. Titanium (Ti) powder mixtures with Niobium (Nb) powder were performed in distinct proportions to enable the application of this product in medical field. Tests were made to obtain the mechanical characteristics of the material, already compacted and sintered, with the main objective of applying this material in human implants. Besides the implants Ti-Nb alloy can also be used in the manufacture of prosthetic rehabilitation and testing of implant in animals. The compaction of the metal powders mixture was performed in a hydraulic press with two punches and a closed die giving rise to a material called compacted green. With the materials already compressed, the next step was to take them to the oven for sintering, in accordance with their respective temperatures for each group of specimen. The results showed that the samples, sintered by powder metallurgy process, led to obtain parts of high porosity (according to the theoretical density). The predominant microstructure found in samples sintered at 1450 °C consist in particles of Titanium and Niobium very irregulars and disproportionate in size, due to powders particles size difference, as shown by metallographic test. The compression test showed a low elasticity modulus due to high porosity and the results were considered low when compared to bone resistance. The hardness was not considered ideal, due to the high porosity.

Keywords: Titanium, Niobium, Powder Metallurgy, Compaction and Sintering.

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de biomateriais mostra-se fundamentalmente importante, no sentido que desse desenvolvimento prescreve-se uma melhoria no nível de vida das pessoas, representada por um aumento na expectativa de vida, na saúde em geral e no bem estar da população.

A metalurgia do pó (M/P) é o processo metalúrgico de fabricação de peças metálicas, que se distingue dos processos metalúrgicos convencionais por utilizar pós metálicos como matéria-prima para produção de componentes com características estruturais e físicas que dificilmente podem ser obtidas por qualquer outro processo metalúrgico (SOUZA, *et al*, 2010).

Titânio puro e suas ligas são os materiais mais atrativos para aplicações biomédicas. No entanto, pesquisas recentes estão direcionadas às ligas Ti- β , por apresentarem menor módulo de elasticidade (SILVA *et al*, 2003).

A liga Ti-6Al-4V (do tipo $\alpha+\beta$) tem sido a principal liga de titânio utilizada com este propósito. Entretanto, outras ligas foram desenvolvidas, devido ao problema de toxicidade dos elementos Al e V, além do valor do módulo de elasticidade (110 a 114 GPa), ainda alto comparado ao osso (17 a 35 GPa) (GEETHA *et al*, 2001).

Apesar de possuírem mais vantagens que desvantagens, as ligas titânio β ainda têm uma participação inexpressiva no mercado de ligas de titânio, do qual a liga Ti-6Al-4V($\alpha+\beta$) responde por 65%. As razões para isso são diversas, mas provavelmente inclui o custo relativamente mais elevado e a insuficiência de dados para projetos das ligas titânio β (SILVA *et al*, 2003).

Verifica-se que, para o sistema Ti-Zr, a variação da adição de Nb não causa uma alteração significativa no limite de resistência, no limite de escoamento, no alongamento e na redução em área. Verifica-se, também, como esperado, que os elementos Nb e Ta atuam como estabilizadores da fase β e formam soluções sólidas homogêneas, enquanto que Zr atua como elemento neutro para formar soluções sólidas homogêneas nas fases α (SILVA *et al*, 2003).

Uma das aplicações dos materiais biocompatíveis é o implante dentário, e está consolidado como um recurso na reabilitação oral. A chave para o sucesso dos implantes

dentários é a osseointegração, fenômeno que acontece em mais de 90% dos casos (ANDRADE JUNIOR *et al.*, 2007). Sabe-se que o contato entre a camada superficial bioativa do implante e o osso não é estático, pois superfícies de titânio distintas modificam o comportamento celular. Por isso, a busca por uma rugosidade ideal tem sido intensa, pois o índice de sucesso em algumas situações (tipo de osso do local desfavorável, aplicação precoce de cargas mastigatórias e alvéolos de dentes recém-extraídos) tem sido aquém ao esperado (ROSA; BELOTI, 2003).

Dentre as ligas de titânio apropriadas para uso como biomaterial ortopédico e odontológico destacam-se as do tipo β . Essas ligas são basicamente constituídas por Ti acrescido de elementos betagênicos como, Mo, Ta e Nb. Dados do Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM) apontam o Brasil como auto-suficiente na produção de Nb atingindo 96,6% da produção mundial no ano de 2007, o que torna esse elemento de liga atraente do ponto de vista comercial, visto que esses números permitem a produção de ligas de titânio β no país com custos reduzidos (LOPES, 2009).

O objetivo desta dissertação é formar materiais biocompatíveis de uma liga Ti-Nb com características biomecânicas adequadas para aplicação na área da medicina.

Para isso, foram produzidos corpos de prova em caráter experimental para análises, definidos as propriedades mecânicas do material obtida através da análise do corpo de prova da liga de Ti e Nb, variado a mistura nas três proporções Ti40Nb, Ti35Nb e Ti30Nb e efetuado testes de metalografia, compressão e microdureza nos corpos de prova.

A importância deste estudo é justificada pela sua contribuição social, já que procura melhorar a qualidade de vida das pessoas que necessitam de implantes biocompatíveis, evitando a rejeição.

2 METALURGIA DO PÓ - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Embora pesquisas arqueológicas mostrem que o homem já produzia armas, lanças e ferramentas a partir de aglomerados de ferro, há cerca de 6000 anos a.C., somente no século XIX foram dados os primeiros passos para o desenvolvimento da moderna metalurgia do pó. O ano de 1829 representa um marco na história deste processo, pois data desse período a produção de peças de platina maleável, material que até então não podia ser processado por fundição normal, em razão do seu alto ponto de fusão de 1.770°C (MORO; AURAS, 2007).

No início do século XX, foram desenvolvidos processos para obtenção de peças de tungstênio (fusão = 3410°C) e de molibdênio (fusão = 2610°C) por metalurgia do pó. Mas a produção só se expandiu mesmo após a Segunda Guerra Mundial, para atender à demanda da florescente indústria automobilística. Hoje são inúmeras as aplicações industriais de peças produzidas por este processo. Esta tecnologia, comparada à metalurgia convencional, tornou-se competitiva tanto por razões tecnológicas quanto por razões econômicas. Onde for preciso produzir grandes quantidades de peças, de formas complexas ou com material base de alto ponto de fusão, sempre haverá espaço para a metalurgia do pó (MORO; AURAS, 2007). Veja exemplos nas figuras 2.2, 2.3 e 2.4.

A metalurgia do pó se distingue dos processos metalúrgicos convencionais pelas seguintes características (KNEWITZ, 2009):

- Utilização de pós metálicos e não-metálicos como matéria prima;
- Ausência da fase líquida ou presença principal dessa durante o processo;
- Produção de peças com forma definitivas ou praticamente definitivas, dentro Tolerâncias bastante estreitas, geralmente sem a necessidade de operação de usinagem ou outro tipo de acabamento;
- Produção de componentes com características estruturais e físicas impossíveis de se obter por qualquer outro processo metalúrgico;
- Obtenção de peças em grandes séries, tornando o processo altamente competitivo em relação aos outros processos convencionais.

A metalurgia do pó convencional envolve etapas de mistura dos pós: compactação e sinterização, conforme apresentado na figura 2.1. A compactação é a aplicação de pressão em matrizes para compactação de pós, já a sinterização pode ser definida como um físico,

termicamente ativado, fazendo com que um conjunto de partículas de determinado material, inicialmente em contato, adquira resistência mecânica (BRITO *et al*, 2007) e (CHIAVERINI, 2001).

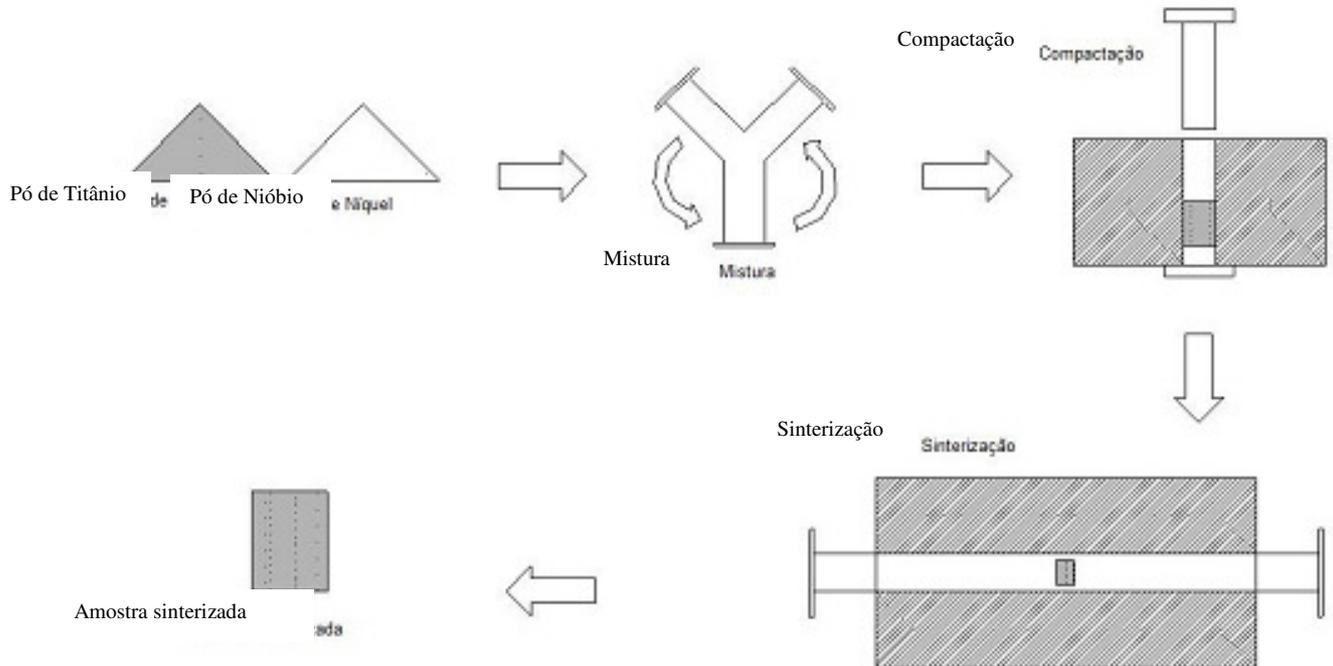


Figura 2.1: Processo convencional de metalurgia do pó (KNEWITZ, 2009)



Figura 2.2: Peças produzidas através da metalurgia do pó (MORO; AURAS, 2007)



Figura 2.3: Engrenagens fabricadas pela metalurgia do pó (SCHAERER, 2006)



Figura 2.4: Acetábulos e cabeça femoral (SCHAERER, 2006)

2.1 Descrição do processo

Metalurgia do pó é um processo de fabricação que produz peças tendo como matéria-prima pó metálico ou não. O processo consiste em compactar e/ou modelar a mistura e aquecê-la (etapa chamada de sinterização), com o objetivo de melhorar a coesão da estrutura interna. A característica específica do processo é que a temperatura permanece abaixo da temperatura de fusão do elemento constituinte principal (MORO; AURAS, 2007).

Consiste no processo em que a economia de material é levada ao extremo, com mínimas perdas de matéria-prima (as perdas na usinagem convencional, por exemplo, podem chegar a 50%). Certas ligas podem ser obtidas pela metalurgia do pó a custos várias vezes inferiores do que se fossem produzidas pela metalurgia convencional (MORO; AURAS, 2007).

O controle exato da composição química desejada do produto final, a redução ou eliminação das operações de usinagem, o bom acabamento de superfície, a pureza dos produtos obtidos e a facilidade de automação do processo produtivo, são alguns dos motivos que tornam a metalurgia do pó uma fonte produtora de peças para praticamente todos os ramos da indústria, como o automobilístico, de informática, aeroespacial, de material eletroeletrônico, de equipamentos e implementos agrícolas, têxtil e tantos outros (MORO; AURAS, 2007).

Deve ser levada em consideração a presença de porosidades no material, característica dos processos de metalurgia do pó, problema este que se pode ser minimizado se utilizado compressão isostática a quente, alta pressão na compactação convencional e/ou processamento mecânico que leve a uma diminuição deste inconveniente. Em alguns casos esta porosidade pode se mostrar interessante, como por exemplo, para algumas aplicações biomédicas, pois permite maior osteointegração, resultando numa fixação mecânica da prótese por tecido ósseo (KARAGEORGIU; KAPLAN, 2005).

2.1.1 Pó metálico – método de obtenção.

De acordo com a literatura existem vários processos para obtenção de pó metálico, sendo que sua escolha depende do conjunto de propriedades do material e das características que se quer para o pó, em função da aplicação pretendida. Dentre os principais métodos estão:

- **Métodos mecânicos:** (quebra e moagem): indicado para materiais frágeis ou fragilizados por algum processo anterior, consiste em fragmentar o material com o auxílio de martelos ou moinhos até um determinado tamanho de partícula. Os moinhos mais comuns são de bolas, conforme mostrado na figura 2.5, vibratórios e de atrito (MORO; AURAS, 2007).

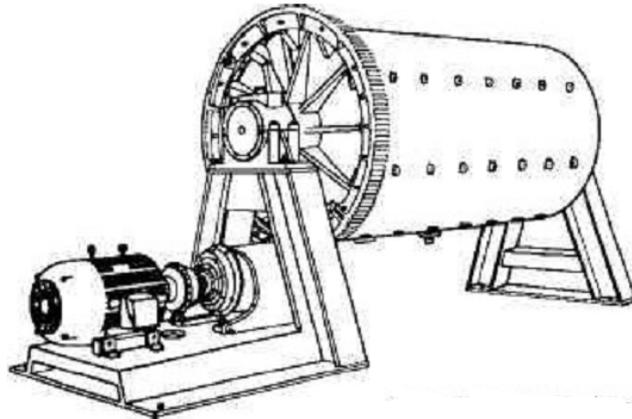


Figura 2.5: Moinho de bolas (MORO; AURAS, 2007)

- **Cold-stream:** aumenta a fragilidade dos metais em temperaturas baixas para sua transformação em pó. O pó ainda grosseiro é arrastado por um fluxo de gás sob alta pressão, através de um tubo, alcançando uma câmara grande, que é mantida sob vácuo. Ao atingir a câmara, o gás sofre uma expansão com conseqüente diminuição brusca de temperatura. O pó em alta velocidade colide com um alvo instalado dentro da câmara, e como se encontra relativamente frágil por causa da baixa temperatura, parte-se em partículas menores. O pó que já apresenta um tamanho suficientemente pequeno é separado da fração gasosa, a qual é novamente reconduzida ao processo (MORO; AURAS, 2007).
- **Atomização:** neste processo o metal fundido é vazado através de um orifício apropriado a essa operação, formando um filete líquido que é atacado por jatos de ar (processo R-Z / Roheisen-Zunder), gás (processo ASEA-STORA que utiliza o argônio e o nitrogênio, conforme mostrado na figura 2.6 ou processo CSC / Centrifugal Shot Casting) ou água, esses jatos provocam a pulverização do filete e seu imediato resfriamento. O pó recolhido é reduzido e peneirado, estando pronto para ser usado. O tamanho e a forma das partículas variam em função de vários parâmetros, entre os quais se destacam: a espessura do filete,

a pressão do fluido, a geometria do conjunto de pulverização e evidentemente, o tipo de atomização. A atomização a água normalmente conduz a partículas irregulares e angulosas, enquanto que a atomização ao ar produz partículas mais esferoidais (MORO; AURAS, 2007).

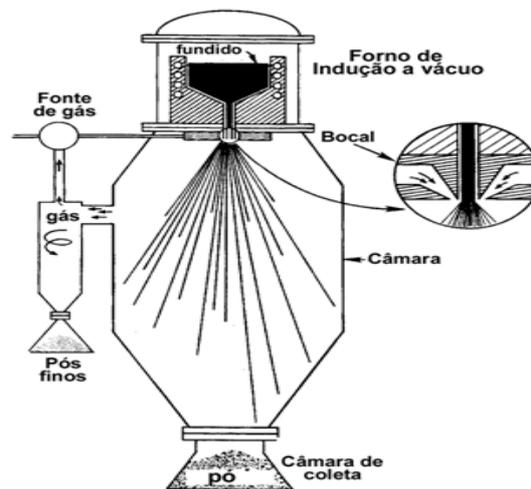


Figura 2.6: Atomização por ASEA-STORA- jato de argônio ou nitrogênio (MORO; AURAS, 2007)

- **Processo de redução química:** Os processos de redução de compostos de metais com agentes redutores gasosos ou sólidos representam o grupo de processos mais significativos para obtenção de pós. Os agentes redutores mais utilizados são o carbono e o hidrogênio. A redução com o carbono só é utilizável para elementos metálicos que não formam carbonetos muito estáveis a não ser que se deseja obter pó de carboneto como produto final e não o pó metálico, como no caso o carboneto de tungstênio, que pode ser reduzido e carbonetado num só tratamento. A redução com carbono é principalmente utilizada para o ferro, no caso pelo processo Höganäs (MORO; AURAS, 2007).
- **Processo de eletrólise:** Os pós produzidos por esse processo, apresentam elevada pureza, baixa densidade aparente e tem grãos de estrutura nitidamente dendrítica. Após **recolhido** dos tanques de eletrólise, a massa de pó sob a forma de uma lama é secada e classificada por peneiramento (MORO; AURAS, 2007).

2.1.2 Características do Pó Metálico

A caracterização dos pós empregados, é de grande importância na metalurgia do pó visto que sua morfologia, tamanho, densidade, composição química e compressibilidade afetam o seu posterior processamento (KNEWITZ, 2009).

Tamanho e distribuição de tamanhos das partículas possui significativa relevância no processo de metalurgia do pó, sendo responsável em grande parte pelas propriedades finais da peça obtida (ASM, 1990).

Diferentes técnicas são utilizadas para avaliar o tamanho de uma partícula, entre as mais comuns estão: peneiramento, dispersão de luz, análise por microscopia óptica e análise por microscopia eletrônica de varredura (CHIAVERINI, 2001) e (KNEWITZ, 2009). A figura 2.7 mostram tamanhos e formas de diferentes partículas, analisadas por microscopia eletrônica de varredura.

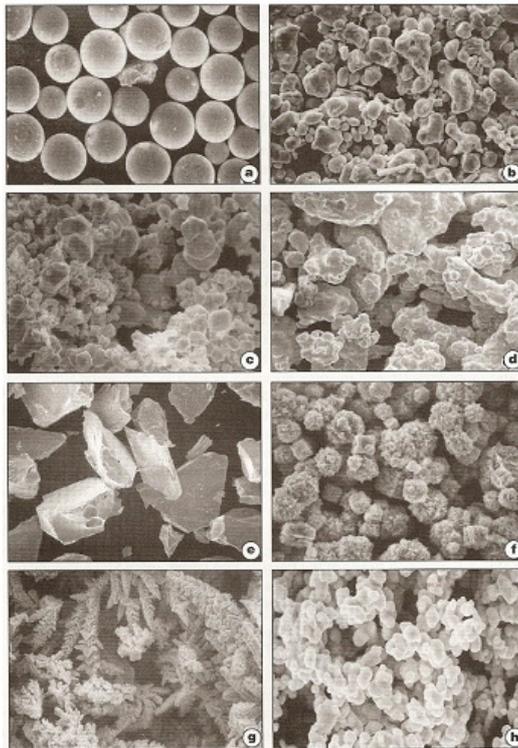


Figura 2.7: Morfologia de partículas metálicas: a) Esférica b) Arredondada, c) Aglomerada, d) Irregular, e) Angular, f) Com picos, g) Dendrítica, h) Porosa (KNEWITZ, 2009)

Em grande parte dos casos, a caracterização do tamanho de uma partícula é complexa devido à morfologia irregular apresentada pela maioria dos pós comerciais. Para

determinar o tamanho de uma partícula, é utilizada uma medição indireta, tal como: determinação de massa, área superficial ou velocidade de sedimentação (ASM, 1990).

Certa massa de partículas, pequena em tamanho, mas grande em área superficial específica, adsorve um grande volume de gases e outras impurezas. A inclusão ou liberação destas impurezas têm grande importância prática no processo de sinterização. A distribuição do tamanho das partículas (granulometria) também afeta o comportamento na sinterização e as propriedades da peça sinterizada (KNEWITZ, 2009).

A forma de uma partícula é vinculada ao processo de obtenção do pó, como por exemplo, processo de atomização de metais fundidos, deposição eletrolítica e processamento mecânico de materiais sólidos (CHIAVERINI, 2001).

O processo de sinterização do material é influenciado pela área superficial e de contato entre as partículas e estas, diretamente ligadas à forma e ao tamanho do pó (KNEWITZ, 2009).

Quando ocorre a deformação de um corpo é porque sobre o mesmo atuam tensões. As curvas de tensão nominal das amostras porosas com diferentes porosidades são mostradas na Figura 2.8 e são compostas por três fases. A primeira fase é a fase elástica, em que as paredes celulares são elasticamente comprimidas, a segunda fase é um platô região, em que os espécimes deformar-se uma constante fluxo de stress (stress planalto) e a terceira fase é densificada. (CASAGRANDE *et al.*, 2010).

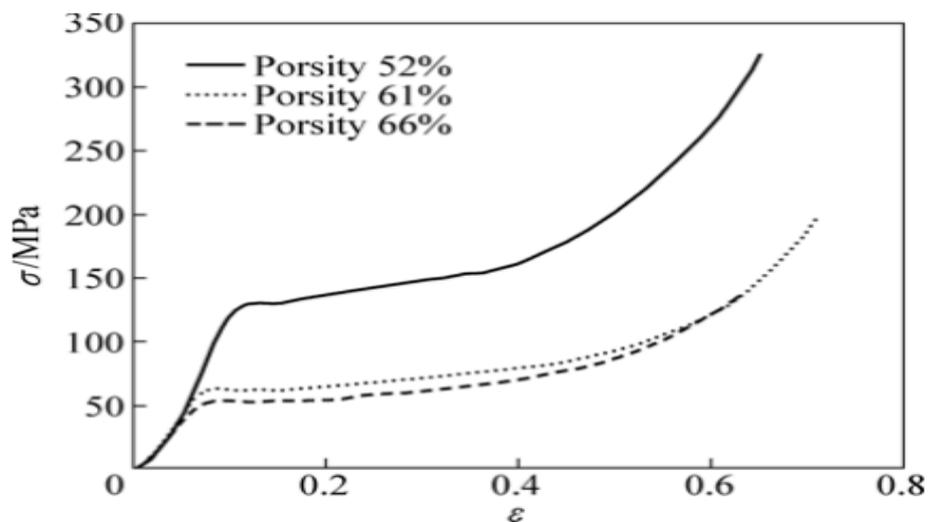


Figura 2.8: Curvas tensão deformação nominal de Ti35Nb amostras com diferentes porosidades (CASAGRANDE, *et al.*, 2010).

2.2 Compactação

Nesta etapa, uma quantidade predeterminada de pó é colocada na cavidade de uma matriz montada em uma prensa de compressão, que pode ser mecânica ou hidráulica. A compactação ocorre por deslocamentos simultâneos dos punções superiores e inferiores, à temperatura ambiente (MORO; AURAS, 2007).

As figuras 2.9 e 2.10, mostram que nos primeiros movimentos do punção, a compactação causa apenas o adensamento ou repacotamento do pó, sem deformação das partículas e sem produzir adesão entre elas. Já Com o aumento da pressão, que varia de 1,6 a 9,3 t/cm² ocorre deformação plástica das partículas, formando uma espécie de “solda fria” (MORO; AURAS, 2007).

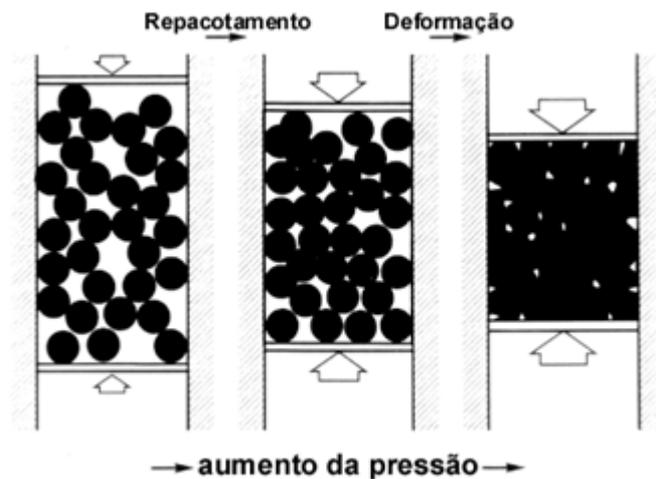


Figura 2.9: Comportamento das partículas na compressão (PEREIRA, 2010)

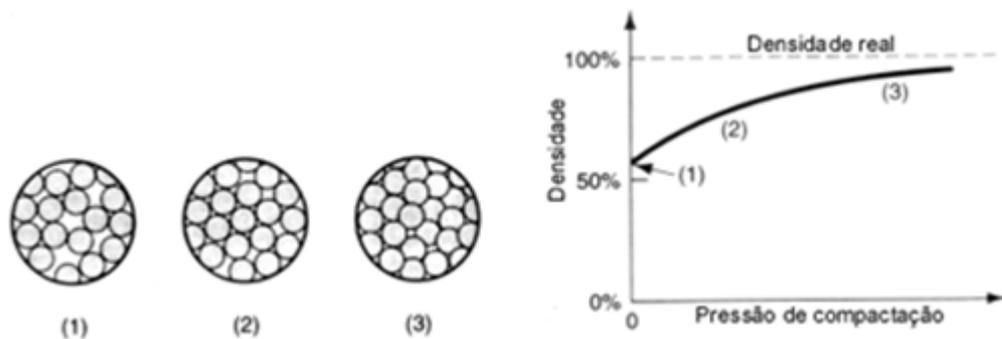


Figura 2.10: Gráfico esquemático da pressão de compactação pela densidade (PEREIRA, 2010)

A compactação gera uma peça com formato final ou aproximado à peça a ser fabricada, chamada de compactado verde figura 2.11. É muito frágil, e o manuseio inadequado pode “esfarelar” a peça (MORO; AURAS, 2007).

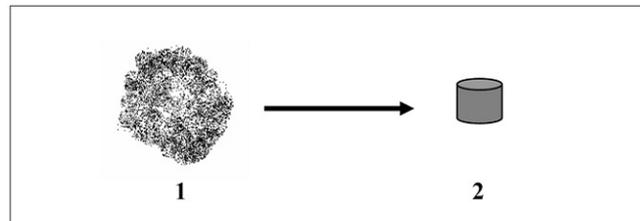


Figura 2.11: Evolução de uma certa quantidade de pó (1), para a sua correspondente quantidade densificada (2) (DELFORGE et al., 2007)

O pó é colocado em cavidades de matrizes montadas em prensas de compressão, especialmente fabricadas para a técnica da metalurgia do pó, onde é comprimido a pressões determinadas, de acordo com o tipo de pó usado e com as características finais desejadas nas peças sinterizadas (CHIAVERINI, 1986).

As etapas da compressão podem ser descritas como: enchimento, compressão e extração, conforme figura 2.12.

Ainda na figura 2.12 é descrito a compactação de simples ação, onde a força de compactação é exercida apenas por um dos dois punções. Esta estratégia gera a linha neutra deslocada para baixo.

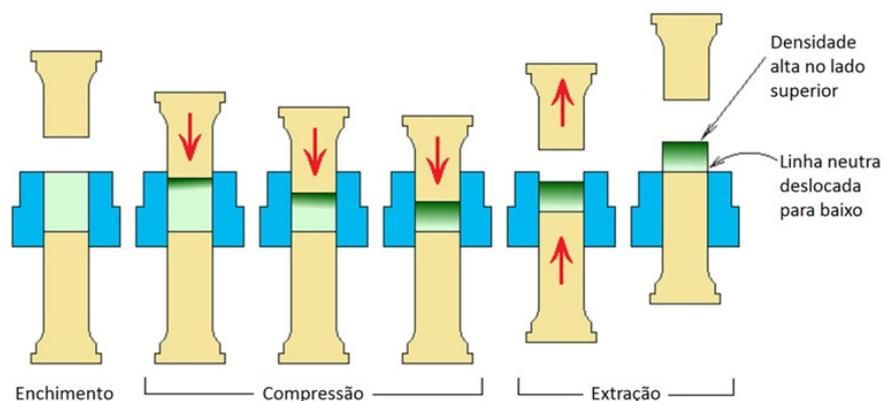


Figura 2.12: Compactação realizada com simples ação (GRUPO SETORIAL DA METALURGIA DO PÓ, 2009)

Na figura 2.13 é demonstrada uma compactação com dupla ação onde a força é exercida pelos dois punções. Isso garante que a linha neutra fique no centro da peça a ser compactada.

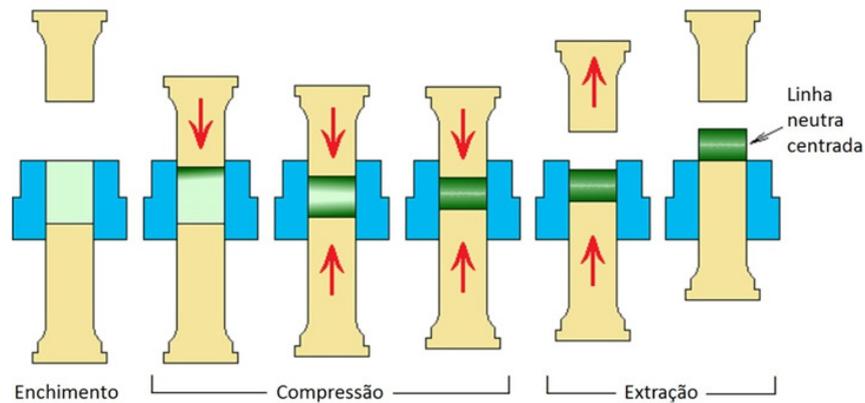


Figura 2.13: Compactação realizada com dupla ação (GRUPO SETORIAL DA METALURGIA DO PÓ, 2009)

Durante a compactação uniaxial a densidade e a tensão interna variam localmente, criando gradientes de densidade e regiões de concentração de tensões. Quando uma força externa é aplicada ao pó por meio dos punções superior e inferior, o atrito entre as partículas e a parede da matriz aumenta. Assim, se for considerado que a pressão axial é constante, é possível encontrar que a tensão gerada pelo atrito com a parede será dada pelo produto entre o coeficiente de atrito e a pressão radial (GERMAN, 1994).

Na compactação em matriz de duplo efeito a pressão axial é simétrica em relação à seção central do compactado. Esse plano central é denominado “linha neutra” e representa o plano de menor densidade no compactado figura 2.14. Essa distribuição de densidade pode gerar defeitos no elemento sinterizado (SEEBER, 2008).

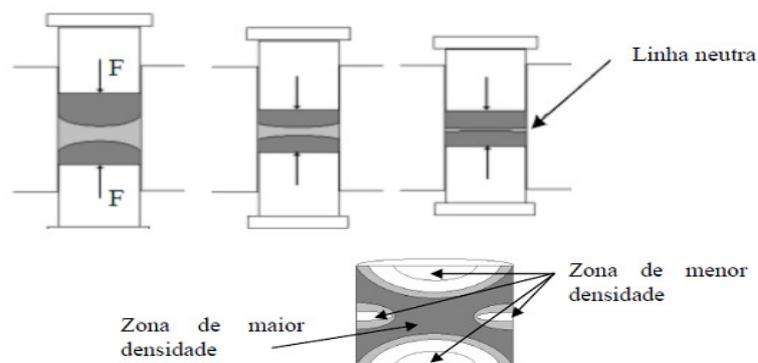


Figura 2.14: Formação da linha neutra em compactação de duplo efeito (SEEBER, 2008) e (SAVI, 2011).

Gradientes de densidade são introduzidos no compactado devido ao atrito com as paredes da matriz, o que resulta em retração anisotrópica durante a sinterização. Devido ao processo, os compactados podem apresentar poros achatados em relação à direção de compactação, porém alongados na direção perpendicular, conforme mostra a figura 2.15 (GERMAN; BOSE, 1997).

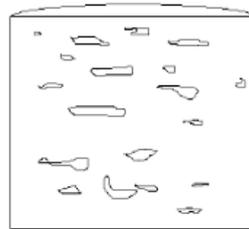


Figura 2.15: Formação de poros alongados durante a compactação (SEEBER, 2008) e (SAVI, 2011)

O projeto da peça é muito importante, porque pode acarretar nessa etapa a formação da zona neutra. Esta zona é uma região em que as partículas sofreram menos forças de compactação, que irá gerar uma peça final heterogênea, com zonas de propriedades distintas. Certos tipos de geometria de peça são inviáveis justamente devido à formação de zonas neutras (MORO; AURAS, 2007).

A compactação a frio em matriz fechada é um processo relativamente simples de se aplicar na prática, mas difícil de analisar teoricamente (AL-QURESHI *et al.*, 2005).

Pode-se dividir o comportamento dos pós, quando submetidos à compressão, em três estágios (CHIAVERINI, 2001) e (KNEWITZ, 2009):

- As partículas de pó são re-arranjadas de modo a eliminar parcialmente a formação de vazios;
- Deformação plástica das partículas, etapa que depende de características do pó como ductilidade e porosidade da partícula;
- Fratura das partículas devido à sua fragilização pelo encruamento imposto na deformação.

A compressibilidade de um pó é afetada por diversos fatores (CHIAVERINI, 2001) e (KNEWITZ, 2009):

- Dureza do metal ou da liga metálica sob compactação;

- Forma da partícula: geralmente quanto mais irregular for a partícula, menor a sua compressibilidade;
- Porosidade: se for caracterizada por possuir poros internos finos, durante a compactação elas podem reter ar no seu interior, prejudicando a compressibilidade; desse modo, pós isentos de poros possuem maior compressibilidade;
- Uma boa composição granulométrica favorece a compressibilidade dos pós metálicos;
- Substâncias não-metálicas, tais como óxidos não reduzidos, reduzem a compressibilidade, devido sua dureza e baixa gravidade específica;
- A compressibilidade é igualmente afetada pela presença de lubrificantes sólidos, devido seu baixo peso e o volume que ocupam na massa de pó;
- A adição de elementos de liga tais como grafita e enxofre geralmente prejudicam a compressibilidade.

2.2.1 Lubrificantes usados para compactação

O processo de compactação envolve o rearranjo e a deformação das partículas, produzindo, desta forma, ligações entre elas. Para aumentar a eficiência de compactação, o pó deve passar por um processo de condicionamento. Neste processo são utilizados lubrificantes e aglomerantes. Os lubrificantes são utilizados na parede da matriz de compactação para minimizar o atrito entre as partículas do pó e a parede da matriz, facilitando a ejeção do compactado e visando diminuir gradientes de densidade. Os aglomerantes são também utilizados para melhorar as propriedades de empacotamento e facilitar o manuseio da peça a "verde". Os aglomerantes são compostos orgânicos, formados por longas cadeias de carbono, que volatilizam a temperaturas relativamente baixas. Os lubrificantes e aglomerantes mais utilizados são: estearato de zinco, de lítio e polietilenoglicol. O estearato de zinco é um dos lubrificantes mais utilizados, possuindo ponto de fusão de 126 °C e tem como vantagens o aumento a densidade aparente da mistura comparado com a cera, boa compressibilidade em comparação com a cera, bom desempenho em termos de lubrificação, incluindo a etapa de extração do compactado, boa escoabilidade da mistura e custo baixo . Apresenta também

algumas desvantagens podendo causar manchas na superfície da peça, deixa resíduos no interior do forno e restrições devido a presença do zinco (SAVI, 2011).

2.2.2 Matrizes para compactação

A figura 2.16 representa esquematicamente uma matriz simples de compactação. Ela é constituída essencialmente do corpo, do punção superior, do punção inferior e no caso de peças com furos passantes, do macho (CHIAVERINI, 1986).

Um dos problemas mais importantes a considerar na confecção das matrizes de metalurgia do pó está relacionado com as tolerâncias dimensionais. Tolerâncias estreitas podem ser conseguidas em formas relativamente simples, por exemplo, para peças até 5 cm de dimensão maior, conseguem-se tolerâncias de mais ou menos 0,025 mm na direção radial e mais ou menos 0,127 mm na direção da pressão. Em casos especiais, pode-se chegar a mais ou menos 0,0127 mm na direção radial (CHIAVERINI, 1986).

As matrizes são confeccionadas com aço indeformável de alto carbono e alto cromo, temperado e revenido. Frequentemente, são revestidas de cromo duro ou são fabricadas com núcleo de metal duro (CHIAVERINI, 1986).

Devido ao seu elevado custo, a duração das matrizes e dos respectivos componentes deve corresponder a dezenas ou, se possível, a centena de milhares de peças compactadas (CHIAVERINI, 1986).

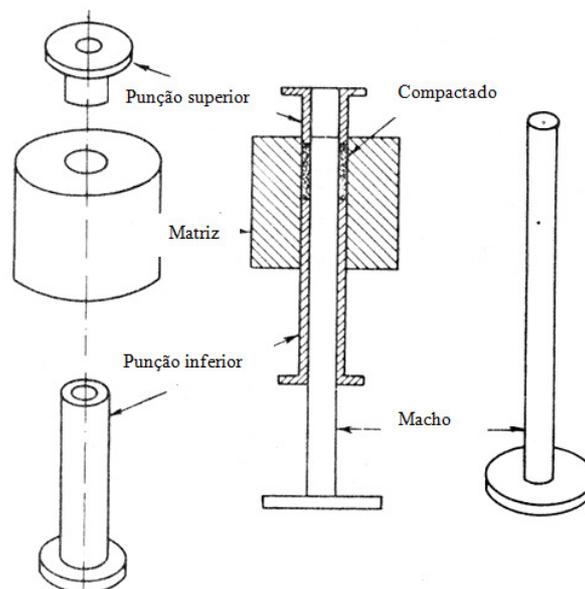


Figura 2.16: Matriz simples de compactação de pós metálicos com seus diversos componentes (CHIAVERINI, 1986)

Para Espinoza *et al.*, (2010) o ferramental usado para compactar pó de titânio, consiste em uma matriz unidirecional de duplo efeito. Na figura 2.17, a cavidade, bem como os punções foram construídos a partir do ABNT D6, com dureza final entre 58 HRC e 60 HRC. Posteriormente, os componentes da ferramenta foram temperados, revenidos e retificados de modo que os corpos de prova resultantes obedecessem a razão de altura/diâmetro de 1:1,5. Estas especificações são condições necessárias para o ensaio de compressão, conforme norma (ASTM, 2000), (ESPINOZA *et al.*, 2010).



Figura 2.17: Matriz de compactação e punções fabricados para obtenção dos corpos de prova de 13mm diâmetro (ESPINOZA *et al.*, 2010).

A figura 2.18 mostra as etapas da compressão em matriz fechada de uma peça complexa.

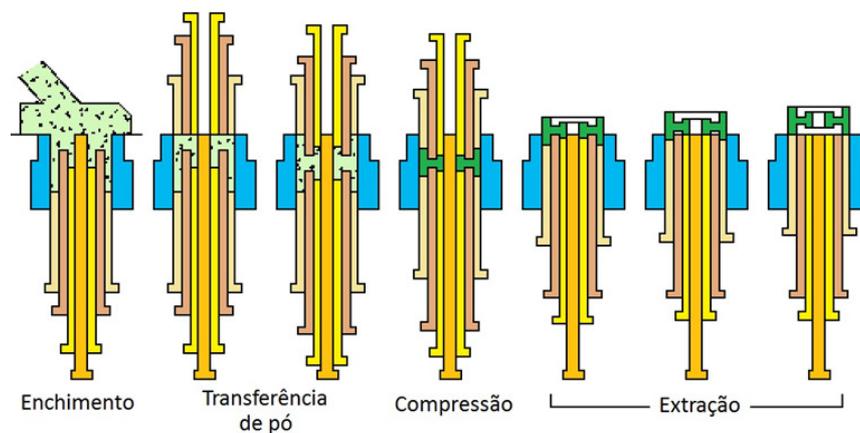


Figura 2.18: Exemplo de compactação de peças complexas (GRUPO SETORIAL DA METALURGIA DO PÓ, 2009)

2.3 Sinterização

Sinterização pode ser definida como um processo físico, termicamente ativado, que faz com que um conjunto de partículas de determinado material, inicialmente em contato mútuo, adquira resistência mecânica. Sua força motora é o decréscimo da energia livre associado a superfície do conjunto de partículas, conseguido pela diminuição da superfície total do sistema (SILVA; JÚNIOR, 1998). Em muitas ocasiões, isto traz como consequência a eliminação do espaço vazio existente entre as partículas, resultando em um corpo rígido e completa ou parcialmente denso (BRITO *et al.*, 2007).

A integridade estrutural de uma peça obtida por metalurgia do pó é resultante da sinterização, onde por aquecimento em temperaturas abaixo do ponto de fusão as partículas são unidas de forma coerente, numa massa sólida. Poros são eliminados enquanto as partículas se unem durante a sinterização a alta temperatura, esta temperatura normalmente corresponde a 2/3 da temperatura de fusão do material (GERMAN & BOSE, 1997).

A sinterização é dividida basicamente em três etapas distintas, conforme apresentado abaixo, na figura 2.19.

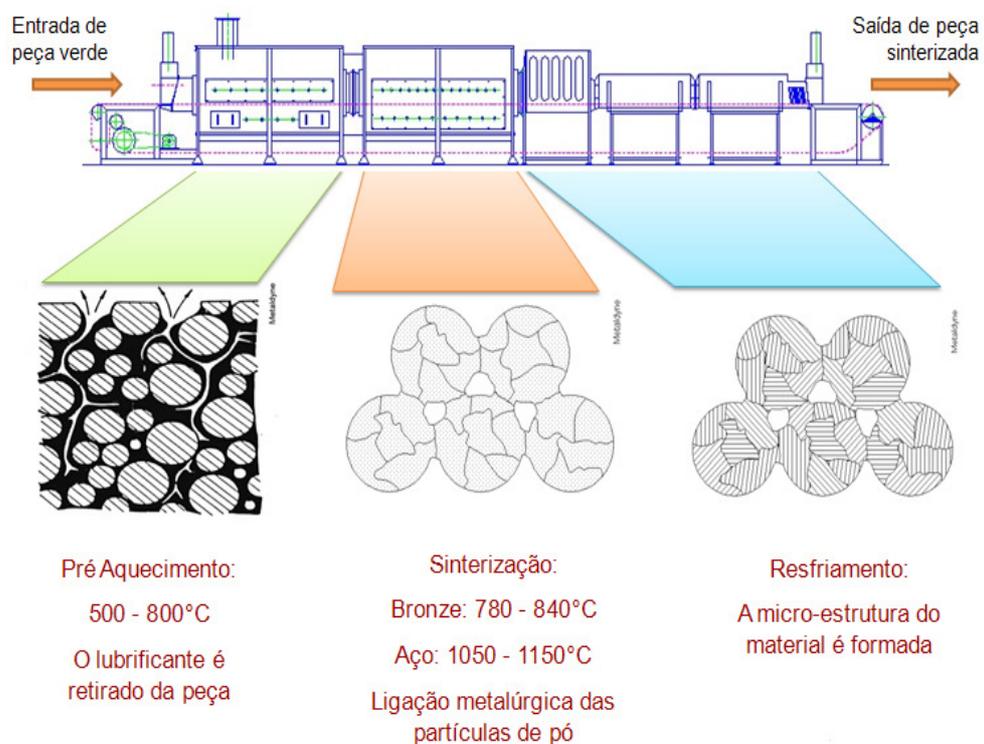


Figura 2.19: Etapas do processo de sinterização convencional (GRUPO SETORIAL DA METALURGIA DO PÓ, 2009)

A sinterização é um processo de difusão no estado sólido, onde os movimentos atômicos e conseqüentemente a difusão ocorre mais rapidamente com o aumento da temperatura (KNEWITZ, 2009).

Existe a possibilidade de realizar a sinterização com a presença de uma fase no estado líquido, isto favorece a ligação das partículas metálicas entre si e diminui a porosidade do material (CHIAVERINI, 2001).

O processo de sinterização está relacionado com a diminuição da energia superficial da partícula, logo uma alta área inicial promove uma sinterização mais rápida (GERMAN; BOSE, 1997). Poros podem ser interpretados como grandes acúmulos de vacâncias, sendo assim, a compreensão da sinterização são elucidados pela sua movimentação e conseqüentemente pela difusão. Basicamente ocorrem quatro mecanismos de movimento atômico na sinterização: difusão superficial, difusão ao longo do volume, do contorno de grão e por evaporação-condensação, como pode ser visto na figura 2.20 (KNEWITZ, 2009).

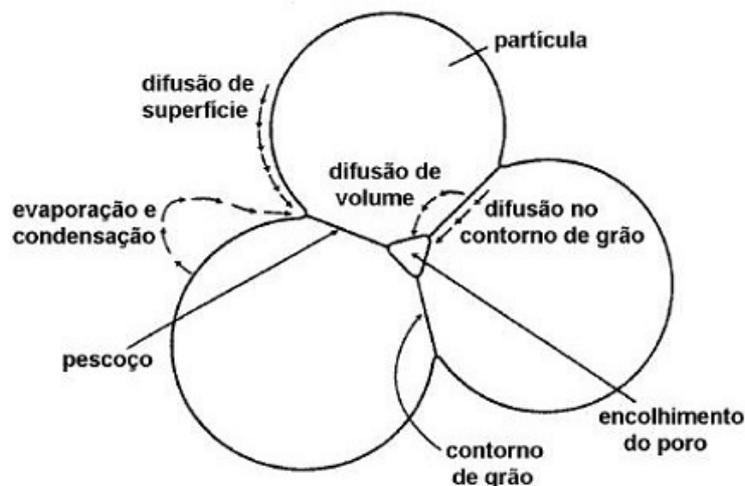


Figura 2.20: Mecanismo de transformação da massa durante a sinterização (GERMAN; BOSE, 1997)

Existem diversas teorias que procuram explicar a sinterização. Estas teorias podem ser resumidas pela presença dos seguintes estágios (CHIAVERINI, 2001) e (KNEWITZ, 2009):

- a) Ligação inicial entre as partículas e formação de um pescoço: ocorre quando o material é aquecido levando a formação de contornos de grãos devido à difusão, ocorrendo quando existe contato íntimo entre as partículas adjacentes.

Esta etapa inicial não provoca nenhuma alteração dimensional da peça, mas lhe confere grande coesão.

- b) Crescimento do pescoço: corresponde a um maior grau de ligação no interior da massa sob sinterização. Nesta etapa não ocorre o decréscimo na quantidade de poros (contração do material), embora este crescimento exija o transporte de material do interior da massa sinterizada.
- c) Fechamento dos canais que integram os poros: etapa que resulta na diminuição considerável da porosidade. A causa deste fechamento é o crescimento do pescoço e a contração dos poros.
- d) Arredondamento dos poros: é uma etapa que pode ser considerada consequência natural do crescimento do pescoço. Esta etapa é promovida a temperaturas elevadas, e com tempo suficiente pode tornar os poros perfeitamente esféricos.
- e) Contração dos poros ou densificação: é freqüentemente considerada a etapa mais importante da sinterização. Esta etapa só se observa pela densificação da massa sinterizada. Essa densificação pode levar a fenômenos tanto de contração como de expansão. A contração implica movimento de massa para os poros.
- f) Crescimento dos poros: corresponde a tendência de poros pequenos migrarem para porosidades maiores, fazendo estas aumentarem de volume. A quantidade de poros diminui, mas seu volume permanece inalterado.

Outros fenômenos podem ocorrer na massa sob sinterização, e também estão relacionados a diminuição da energia total do sistema. Entre eles pode-se citar (CHIAVERINI; 2001) e (KNEWITZ, 2009):

- **Crescimento de Grão:** um material denso e encruado tende com o seu aquecimento sofrer três mudanças estruturais distintas: recuperação, recristalização e crescimento de grão.

A recuperação corresponde ao alívio de tensões do material, sem que existam mudanças estruturais sensíveis.

A recristalização corresponde à formação de novos grãos a partir de uma estrutura original encruada.

Ambas se relacionam com a redução de energia livre do sistema, resultante do re-arranjo ou remoção de defeitos cristalinos como discordâncias.

O crescimento de grãos na sinterização dependerá do controle da porosidade e impurezas (os lubrificantes algumas vezes interferem no processo) nas amostras compactadas.

- **Homogeneização ou formação da liga:** a sinterização promove a difusão no estado sólido dos átomos solutos na matriz solvente e a difusão de átomos solventes nas partículas ricas em soluto. A cinética da homogeneização é complexa, sendo que a mistura e o trabalho mecânico também influenciam no processo. Misturas inadequadas podem aumentar a distância de interdifusão, e exigirem, em consequência um tratamento mais prolongado de homogeneização.
- **Transformação de fase:** de acordo com a composição local de cada sítio, a temperatura e pressão que este se apresenta, novas fases podem se formar.

2.3.1 Influência das atmosferas na sinterização

As atmosferas empregadas na operação de sinterização têm diversos objetivos (KNEWITZ, 2009):

- Impedir a entrada do ar no forno, que reagiria com a atmosfera;
- Facilitar a remoção de lubrificantes ou cera nos compactados;
- Reduzir os óxidos presentes na superfície dos pós;
- Fornecer elementos químicos a amostra sinterizada;
- Transmitir de forma uniforme e eficiente o calor.

A utilização de atmosfera deve ser empregada levando-se em consideração as possíveis reações químicas que possam ocorrer entre esta e a amostra, em toda a gama de temperatura e pressões (KNEWITZ, 2009).

O forno e a atmosfera empregados também regem os mecanismos de transferência de calor, sendo estes: radiação, convecção e condução. A existência de vácuo dificulta a convecção e a condução de calor para a peça, visto que esta depende de matéria para atuar. Caso se faça a utilização de sinterização assistida por plasma o bombardeio iônico (caso a

peça esteja sobre o cátodo) provoca o aquecimento superficial da mesma, condição esta interessante visto que as peças produzidas por metalurgia do pó apresentam pequeno volume, não criando gradientes elevados de temperatura em seu interior (KNEWITZ, 2009).

Gases inertes são bastante utilizados na sinterização de espécies reativas como o titânio, criando uma atmosfera protetora sobre este, sem que ocorra nenhuma reação (desde que este possua pureza adequada) (KNEWITZ, 2009).

O hidrogênio é outro gás utilizado para materiais com afinidade ao oxigênio, pois este cria uma atmosfera redutora sobre a camada de óxido, facilitando a adesão e a máxima integridade da peça sinterizada (ASM, 1990) (KNEWITZ, 2009).

2.3.2 Estágios da sinterização

A aplicação de calor durante ou após a compactação é utilizada para aumentar a ligação entre as partículas. Este processo de aquecimento abaixo do ponto de fusão é conhecido como sinterização (BRITO *et al.*, 2007).

O processo de sinterização é utilizada para se fabricar peças metálicas, cerâmicas e compósitos metal-cerâmica, sendo parte integrante e principal de técnicas denominadas metalurgia do pó e cerâmica, que se incumbem justamente da fabricação de produtos metálicos e cerâmicos a partir dos pós dos constituintes. Esse aquecimento, chamado sinterização, normalmente confere à massa de pó aglomerada as propriedades físicas e mecânicas desejadas (BRITO *et al.*, 2007).

Para (SCHAEFFER, 2004) o processo de metalurgia do pó convencional inclui uma compactação do pó metálico em uma matriz contendo a forma desejada e posteriormente sinterização do compactado, a qual significa o aquecimento até uma temperatura abaixo do ponto de fusão do metal ou liga, para dar as propriedades físicas e químicas desejadas.

O processo de sinterização constitui-se de três etapas representadas numa típica curva tempo/temperatura, mostrada na figura 2.21. Na primeira etapa, “remoção de aglomerante”, ocorre a eliminação do lubrificante/aglomerante orgânico que é adicionado para facilitar a compactação e a redução do atrito entre as partes. A segunda etapa, “aquecimento”, prolonga-se até a temperatura de sinterização. O “patamar de sinterização” é atingido na terceira e última etapa e permanece na temperatura de sinterização, no qual é promovida uma total densificação (fechamento de porosidade), porém o uso de tempos elevados nesta etapa pode induzir o crescimento de grão (ALLIBERT, 2001).

O processo de sinterização pode ser descrito pela curva de temperatura do forno conforme figura 2.21.

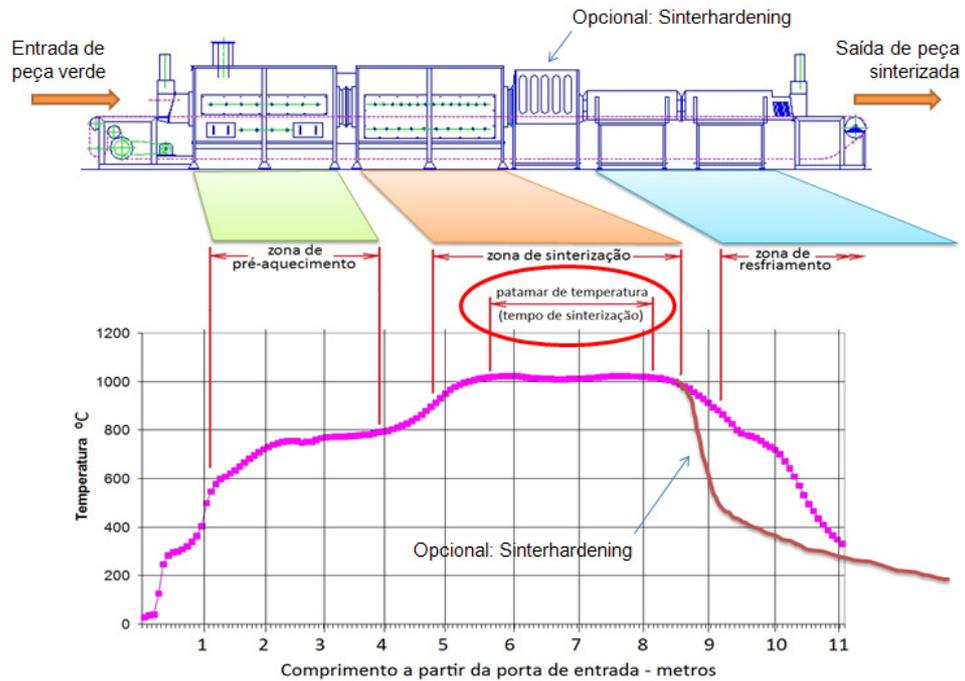


Figura 2.21: Curva de temperatura do forno (GRUPO SETORIAL DA METALURGIA DO PÓ, 2009)

2.3.3 Sinterização por fase sólida

Na sinterização por fase sólida, o material é transportado sem que haja qualquer tipo de líquido na estrutura. Existem diversas formas de transporte de material: por fluxo viscoso (caso dos vidros, materiais amorfos e também cristalinos, submetidos à pressão), por difusão atômica (os cristais) ou por transporte de vapor (materiais com alta pressão de vapor). Em todos esses casos, o material é transferido para a região de contato entre partículas vizinhas (SAVI, 2011).

Outras formas de transporte, até mais eficientes do que essas citadas, devem ser consideradas porque envolvem o deslocamento de partículas inteiras, como deslizamento e rotação de partículas, e o não deslocamento de átomos individuais (SAVI, 2011).

Sejam quais forem os mecanismos atuantes, rigidez e densificação são conseguidas pelo aumento da área de contato entre as partículas e o melhor empacotamento de matéria (SAVI, 2011).

A literatura descreve que a sinterização pode ser dividida em três estágios principais para o modelo de esferas, conforme mostra a figura 2.22. (SEEBER,2008)

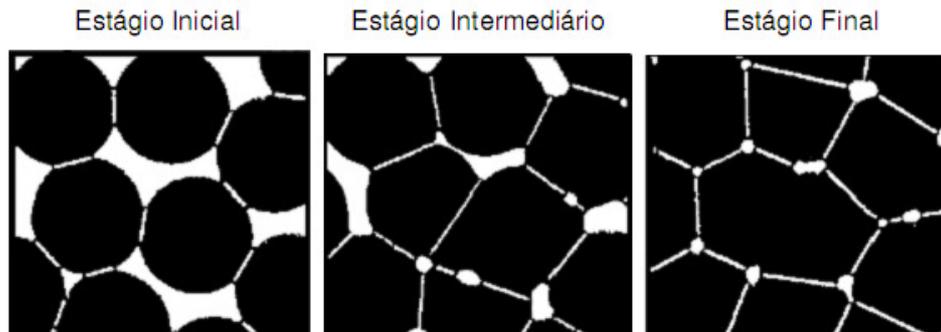


Figura 2.22: Estágios de sinterização (SEEBER, 2008)

No estágio inicial, os contatos entre partículas iniciam a formação da continuidade de matéria e transformam em pontes sinterizadas, denominadas *necks* ou pescoços, que são como micro soldas no contato entre as partículas, porém mantendo a identidade das partículas do pó (SAVI, 2011).

Durante este estágio ocorre o aquecimento e é caracterizado pelo crescimento rápido dos necks (pescoços). Nesta situação, o volume do *neck* é pequeno, sendo formado por uma pequena massa proveniente das partículas do pó. De acordo com um modelo experimental o pescoço cresce seguindo uma lei exponencial do tempo (THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

Esse estágio é caracterizado pela formação de contorno de grão na área de contato entre as partículas ou formação e crescimento de pescoço entre as partículas, a partir dos contatos estabelecidos durante os processos de compactação, conduzindo até os instantes onde estes começam a se interferir (SILVA, 2008).

Durante o estágio intermediário, ocorre o crescimento da relação raio do *neck*/raio da partícula, excede certo valor após um forte crescimento do pescoço, as partículas começam a perder suas identidades (SAVI, 2011).

Esse estágio é caracterizado pela densificação e pelo crescimento de grãos do material. Além disso, uma gradativa redução nos raios de curvatura dos poros faz com que muitos acabem entrando em contato e formem uma rede de poros comunicantes ao longo do volume da peça. Assim, devido ao fato de ocorrer um aumento da continuidade da matéria e, conseqüentemente, uma redução do volume dos poros, essa etapa é caracterizada como a que

produz a maior retração do volume do sinterizado. Persiste ainda a rede de poros formada na moldagem, embora diminuindo progressivamente, e ocorre o crescimento do grão que resulta em uma nova microestrutura. Os poros usualmente estão nos contornos de grão e são interconectados entre si e com a superfície (SAVI, 2011) e (GERMAN; BOSE, 1997).

Estágio final: ocorre o isolamento e o arredondamento dos poros, que são fechados, perdendo sua forma irregular, o que caracteriza uma densidade entre 90 a 95% da densidade teórica e a proporção relativa de poros fechados aumenta rapidamente. Os poros isolados tornam-se crescentemente esferoidizados. No entanto, nos casos em que os gases existentes no interior dos poros não apresentam difusibilidade no sólido, eles ficam presos na porosidade a qual não poderá mais ser reduzida, dificultando o aumento da densidade. Quando os poros são essencialmente vazios (sinterização a vácuo), ou os gases aprisionados difundem facilmente na matriz sólida, uma lenta densificação pode ocorrer posteriormente, especialmente em microestruturas de grãos refinados (SAVI, 2011).

O aumento da continuidade da matéria, desde o crescimento do *neck* até o coalescimento dos poros, acarreta o aparecimento de tensões ao longo do volume do material sinterizado. Muitas dessas tensões apresentam um comportamento mais evidente durante o primeiro estágio da sinterização, pois é afetado diretamente pelo processo de compactação e está associado à área de contato existente entre as partículas no início do processo (SEEBER, 2008).

2.3.4 Técnicas de sinterização

As técnicas de sinterização podem ser entendidas como o método usado na prática para se obter a sinterização de um dado sistema. Elas serão divididas em técnicas tradicionais e técnicas inovadoras. Inovadoras no sentido que elas são recentes e, aparentemente, vêm acompanhadas de efeitos não vistos nas técnicas tradicionais. Como técnicas tradicionais, pode-se citar a sinterização em forno resistivo, a sinterização com auxílio de pressão, e a sinterização reativa. Como exemplos de técnicas aqui consideradas inovadoras, que têm dado resultados interessantes, pode-se citar a sinterização por microondas, a sinterização por laser e a sinterização por plasma (BRITO *et al.*, 2007).

2.3.5 Técnicas tradicionais de sinterização

- **Sinterização em forno resistivo:** É a mais usada tanto em escala industrial como em escala de laboratório. Trata-se simplesmente de usar um forno resistivo. Em algumas ocasiões, o elemento aquecedor é a própria amostra. A estrutura sinteriza apenas com o auxílio da temperatura. Geralmente, trabalha-se com baixas taxas de aquecimento e resfriamento, devido "à inércia térmica dos fornos". Pode-se ainda manipular a atmosfera de sinterização. Os fornos resistivos são os de mais fácil fabricação e permitem o processamento de uma maior quantidade de amostras cada vez (SILVA; JÚNIOR, 1998).
- **Sinterização com auxílio de pressão:** Nesta técnica, dois fatores promotores de sinterização são usados simultaneamente: temperatura e pressão. A temperatura promove o aumento de transporte de material. A pressão intensifica ainda mais este transporte, por deformação plástica e deslizamento de partículas inteiras. Este método é recomendado quando se deseja sinterizar materiais que são dificilmente sinterizados somente por aquecimento, como as cerâmicas covalentes, ou quando se quer garantir o fechamento completo da porosidade de estruturas usualmente sinterizadas apenas por aquecimento (SILVA; JÚNIOR, 1998).
- **Sinterização reativa:** Esta técnica de sinterização diferencia-se das demais antes apresentadas por utilizar uma reação entre os componentes do material para auxiliar o processo de sinterização. Reações entre componentes podem criar novas fases, com diferentes molhabilidades, energias superficiais e difusividades; gradientes de composição, que promovem difusão atômica; e liberação de energia, se a reação é exotérmica, que aumenta a temperatura da amostra, aumentando conseqüentemente a difusão atômica sem que seja necessário maior gasto de energia no forno de sinterização (SILVA; JÚNIOR, 1998).

2.3.6 Novas técnicas de sinterização

- **Sinterização por microondas:** Talvez a principal diferença entre as técnicas de sinterização chamadas inovadoras é o modo de aquecimento. Nesta técnica, o aquecimento é gerado da dissipação de energia eletromagnética. A amostra é exposta à radiação na faixa de microondas e a interação destas microondas com o material produz o aquecimento. Tem-se um paralelo entre o aquecimento por microondas e o conhecido aquecimento por forno de indução, usado para materiais condutores. Este tipo de aquecimento possui uma característica que tanto as técnicas tradicionais aqui citadas quanto às inovadoras que serão tratadas não possuem: o aquecimento uniforme de toda a estrutura (SILVA; JÚNIOR, 1998).
- **Sinterização seletiva por laser:** Esta técnica de sinterização consiste em dirigir um feixe de laser sobre a amostra, provocando aquecimento. Ainda não é usada para sinterização em escala industrial, assim como as demais. Foi desenvolvida para o trabalho de prototipagem rápida com polímeros; entretanto, pesquisas estão sendo conduzidas para o trabalho com metais e cerâmicas (SILVA; JÚNIOR, 1998).
- **Sinterização por plasma:** O plasma é um gás que apresenta certo grau de ionização de seus constituintes, sendo portanto um gás condutor elétrico. O plasma pode ser gerado com o uso de energia que provoque ionização em certo nível que garanta sua estabilidade, a energia ionizante. A sinterização por plasma consiste em expor a amostra sob sinterização a um plasma inerte ou reativo. O aquecimento se dá por bombardeio dos íons do plasma sobre a superfície externa da amostra, principalmente, caso a amostra esteja em contato direto com o plasma, ou por radiação, caso a amostra esteja isolada (SILVA; JÚNIOR, 1998).

2.3.7 Fornos de sinterização

A figura 2.23 apresenta os fornos de sinterização que podem ser a gás ou elétrico, por resistência ou por indução (fornos a vácuo geralmente). São normalmente do tipo contínuo, com esteira, com empurradores ou com vigas moveíveis (CHIAVERINI, 1986).

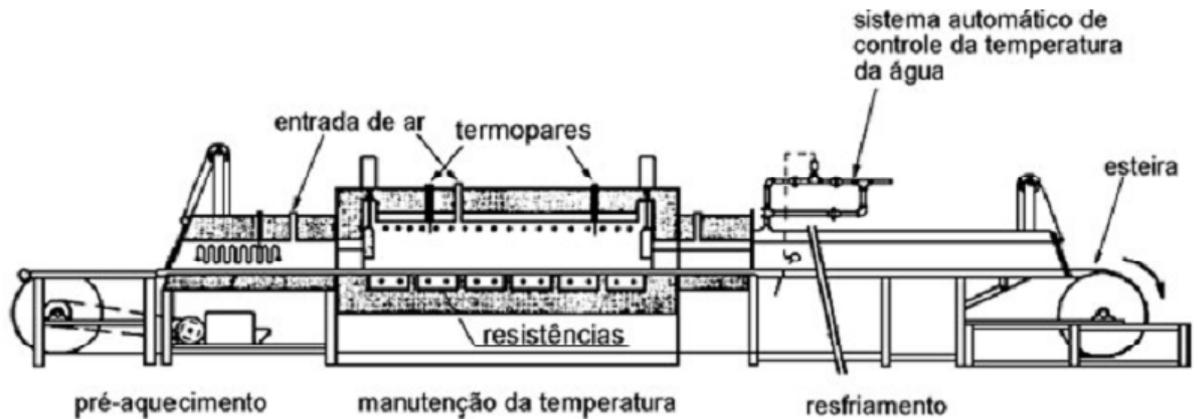


Figura 2.23: Tipo comum de forno de sinterização empregado em metalurgia do pó (MORO; AURAS, 2007)

Na sinterização é comum controlar a atmosfera interna do forno, proporcionando quatro funções no controle da atmosfera: previne ou minimiza reações químicas entre o compactado verde e os gases da atmosfera; evita oxidação; remove impurezas superficiais e internas existentes; e eventualmente, fornece um ou mais elementos químicos para se ligarem com o compactado verde (MORO; AURAS, 2007).

2.3.8 Densidade

As medidas foram efetuadas com base no princípio de Arquimedes, que afirma que todo corpo sólido imerso parcial ou totalmente em um fluido recebe deste uma força denominada empuxo, cujo módulo é igual ao peso do fluido deslocado pelo corpo (MAZALI, 2011).

O peso de um corpo qualquer é dado por:

$$P = m \cdot g$$

(equação 1)

Onde: m é a massa do corpo e g é a aceleração da gravidade

Ao emergir o corpo em um fluido, a resultante das forças que estarão agindo no corpo é dado pela expressão:

$$P = P_{liq} + Ep \quad (\text{equação 2})$$

Onde:

$$P_{liq} = m_{liq}g \quad (\text{equação 3})$$

$$Ep = P_{liq}v \quad (\text{equação 4})$$

$$v = \frac{m}{\rho_{amostra}} \quad (\text{equação 5})$$

Onde: P_{liq} é o peso do corpo imerso no líquido, m_{liq} é a massa do corpo medida com este imerso no fluido, Ep é o empuxo, ρ_{liq} é a densidade do fluido, v é o volume de fluido deslocado e $\rho_{amostra}$ é a densidade do corpo (MAZALI; 2011).

Assim, substituindo as equações teremos:

$$\rho_{amostra} = \frac{m \cdot \rho_{liq}}{(m - m_{liq})} \quad (\text{equação 6})$$

Essa equação nos fornece a densidade de um corpo sólido utilizando a massa do objeto no ar e imerso em um líquido e a densidade do líquido (MAZALI; 2011). Os valores de densidade teórico de cada liga foi calculada pela seguinte equação:

$$\rho_T = \frac{\left(\frac{\rho_{Ti} \cdot m_{Ti}}{M_{Ti}} + \frac{\rho_{Nb} \cdot m_{Nb}}{M_{Nb}} \right)}{\frac{m_{Ti}}{M_{Ti}} + \frac{m_{Nb}}{M_{Nb}}} \quad (\text{equação 7})$$

3 BIOMATERIAIS

3.1 Titânio e ligas

A utilização de implantes metálicos como os mostrados em artroplastia de quadril e de joelho, em osteossíntese de fraturas ou em implantodontia são por muitas vezes a última opção de tratamento e possibilitam significativa reparação das funções. A correta seleção de materiais para a fabricação desses dispositivos, que têm função estrutural, é de fundamental importância para o sucesso do tratamento (LOPES, 2009).

De modo geral, muito se avançou nas últimas décadas no desenvolvimento de biomateriais, principalmente em relação a materiais poliméricos e cerâmicos. Todavia, embora inúmeras pesquisas venham sendo conduzidas com o objetivo de produzir ligas metálicas, o mercado consumidor nacional de biomateriais restringe-se a utilização de aço inoxidável grau médico ASTM F138, de ligas Cr-Co, de Ti c.p. (comercialmente puro) e da liga aeroespacial Ti-6Al-4V. Com exceção do Ti c.p., que apresenta baixa resistência mecânica, todos os outros materiais citados apresentam em sua composição elementos com relatos de aspectos toxicológicos ou alergênicos, como é o caso dos elementos Ni, Cr, Fe, Co, Al e V (LONG; RACK, 1998), (WANG *et al.*, 2008).

A possibilidade de fabricação de biomateriais metálicos estruturais isentos de elementos tóxicos e alergênicos torna o titânio e algumas de suas ligas muito atraentes devido à elevada resistência mecânica específica, bem como a alta resistência à corrosão e excelente biocompatibilidade (AZIMZADEH; RACK, 1998).

Dentre as ligas de titânio apropriadas para uso como biomaterial ortopédico e odontológico destacam-se as do tipo β . Essas ligas são basicamente constituídas por Ti acrescido de elementos betagênicos como, Mo, Ta e Nb (LOPES, 2009).

A utilização das ligas de titânio é explicada pelo conjunto de propriedades atribuídas a este; no entanto, no desenvolvimento de ligas com alto grau de biocompatibilidade está a necessidade da obtenção de um material com módulo de elasticidade inferior aos valores das ligas tradicionais (tipo $\alpha+\beta$).

Estudos sugerem que próteses ortopédicas com menor rigidez seriam bem mais aceita pelo corpo humano.

O Nb é um elemento de liga do tipo beta-estabilizador muito eficiente. A figura 3.1 apresenta o diagrama de fases em equilíbrio do sistema binário Ti-Nb. Nesse diagrama, as fases sólidas no equilíbrio do sistema Ti-Nb são:

- (1) Fase β , com estrutura cúbica de corpo centrado
- (2) Fase α , com estrutura hexagonal compacta.

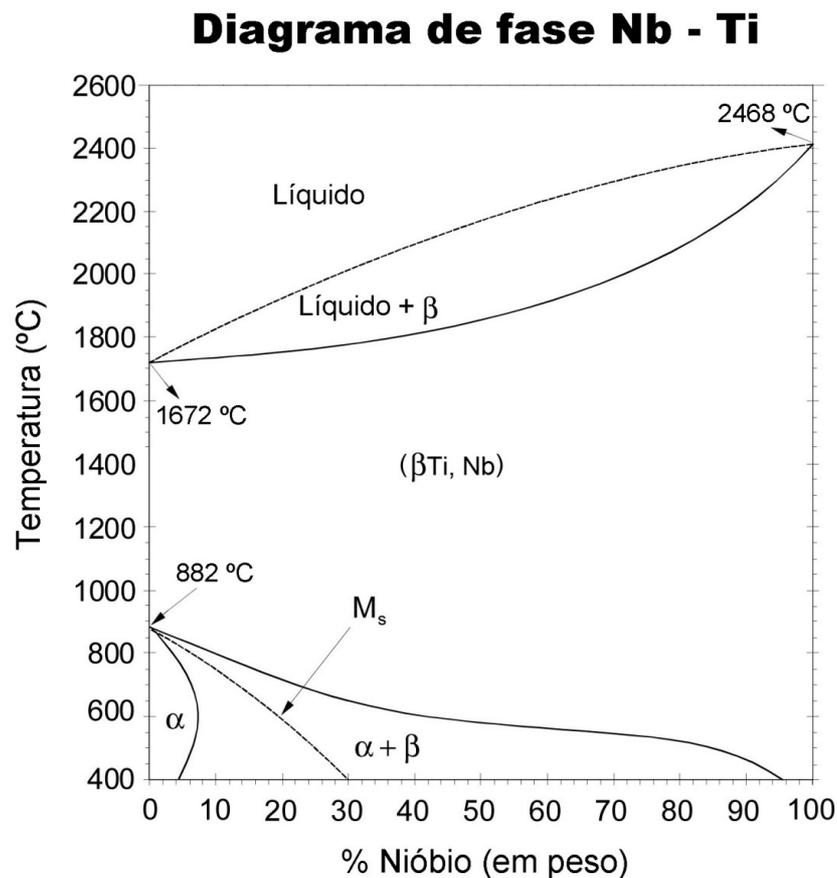


Figura 3.1: Diagrama de fases no equilíbrio do sistema binário Nb-Ti (OLIVEIRA, 2006).

O diagrama de equilíbrio de fases do sistema Ti-Nb é do tipo isomorfo, sem reações invariantes ou transformação congruentes. Observa-se que o aumento na concentração de nióbio provoca uma diminuição na temperatura β -transus da liga indicando o caráter β -estabilizador do nióbio, entretanto, devido ao nióbio possuir ponto de fusão muito maior que o titânio, a temperatura de fusão da liga será maior conforme se aumenta a concentração de nióbio. As condições de resfriamento que oferecem estruturas mais próximas do equilíbrio

que são aquelas obtidas por resfriamento em forno. Utilizando esse tipo de resfriamento em ligas Ti-Nb, tem-se que para quantidades de Nióbio acima de 35% em peso a microestrutura seja inteiramente constituída pela fase β metaestável. (SILVA, 2010)

As ligas de titânio com até 15% Nb em peso e submetidas a resfriamento brusco permitem obter estrutura essencialmente martensítica do tipo α' (hexagonal) acicular. Junto à faixa de valores entre 17,5% a 35% Nb, o resfriamento rápido conduz à formação de martensita do tipo α'' (ortorrômbica). Em adição à fase β , o resfriamento rápido de ligas de Ti contendo Nb pode formar pequenas quantidades de fase ω quando o teor de Nb encontra-se entre 15% e 30%. (OLIVEIRA, 2006)

3.2 Titânio

O titânio é um metal de transição, de número atômico 22 e símbolo Ti, bastante abundante na crosta terrestre, ocupa a nona posição em abundância é leve, duro e muito resistente se comparado ao aço, antialérgico pode ser utilizado no interior do corpo humano em implantes cirúrgicos ósseos, possui coloração branca prateada metálica. O titânio pode ser produzido comercialmente, reduzindo o tetracloreto de titânio com magnésio. Ele tem baixa densidade, alta resistência à tração e à compressão e excelente resistência à corrosão.

Na indústria o titânio é utilizado numa gama relativamente grande de ligas com diferentes composições e propriedades. Essas ligas tem como base a alta relação resistência/peso, boa resistência à corrosão, combinada com baixo coeficiente de expansão térmica. O titânio puro pode apresentar resistência a tração que varia de 240 MPa, para alta pureza obtida no processo de redução com iodo, a 690 MPa, no metal produzido a partir do pó esponjoso. A resistência máxima a tração das ligas de titânio alcançam 1582 MPa e dividindo este valor pela densidade resulta na maior resistência específica entre os metais de engenharia. Portanto, as ligas de titânio possuem elevada relação entre resistência mecânica e peso, podendo ser tão resistente quanto o aço, mas 43% mais leve e 60% mais pesado que o alumínio, porém duas vezes mais resistente. Além disso, o titânio é muito resistente aos diversos mecanismos de fadiga, tais com fadiga térmica, fadiga associada à corrosão e fluência. Por outro lado, o titânio tem alto ponto de fusão 1672 °C e mantém sua resistência mecânica para altas temperaturas de serviço. No entanto, esse material apresenta um alto custo. Além disso, o titânio tem grande afinidade pelo oxigênio e pelo nitrogênio. O hidrogênio apresenta elevada difusividade e mobilidade no titânio e isso afeta fortemente a

cinética de transformação de fase e a formação da microestrutura. Uma pequena quantidade desses elementos nos interstícios do titânio pode alterar dramaticamente as propriedades mecânicas e produzir fragilidade do material (SEEBER; 2008).

A descoberta do titânio aconteceu na Inglaterra, por Willian Gregor, em 1791, quando ele percebeu a presença desse elemento na ilmenita. Em 1795, o químico alemão Klaproth, analisando o rutilo, nomeou o novo elemento com a mesma palavra latina para terra, a qual também se refere a um dos deuses da mitologia grega. Em função das dificuldades tecnológicas da época, a extração do titânio era muito difícil. Em 1910, Matthew Hunter desenvolveu um processo para obter o metal com 99,9% de pureza, aquecendo o tetracloreto de titânio com sódio entre 700 e 800 °C (SAVI; 2011).

O titânio pode ser encontrado na forma de pó metálico, conforme figura 3.2.



Figura 3.2: Pó de titânio comercialmente puro (WIKIPÉDIA, 2011).

A figura 3.3 mostra uma micrografia MEV de uma amostra de pó de titânio, utilizada em um estudo para aplicação na área da medicina por (ESPINOZA *et al.*, 2010).

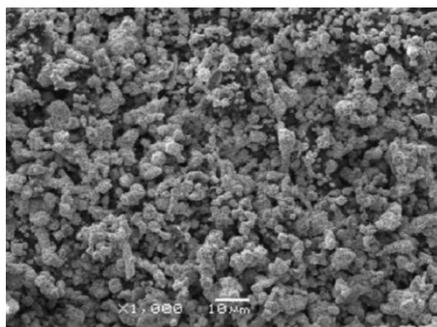


Figura 3.3: Micrografia do pó de titânio. Aumento: 1000X (M.E.V.) (ESPINOZA *et al.*, 2010)

3.3 Nióbio

O nióbio é um metal de alto ponto de fusão (2.468 °C) do grupo dos metais ditos refratários, que se destaca pelas seguintes características: densidade pouco superior à do ferro, elevada resistência ao ataque por certos ácidos e metais líquidos, baixa resistência à oxidação e supercondutividade a temperaturas inferiores a menos 264°C (LUZ *et al.*, 2010).

O nióbio é o elemento de número atômico 41 e símbolo químico Nb, pertence ao grupo 5 e ao 5º período da tabela periódica. Descoberto em 1801, por Charles Hatchett, o nióbio deve este nome a Níobe, filha de Tântalo (cujo nome foi dado ao elemento imediatamente abaixo do nióbio na tabela periódica), ambas as personagens da mitologia Grega. Em seu estado puro, é um metal cinzento de aspecto brilhante, figura 3.4, e ocorre na natureza na forma de sais complexos, sendo que, os minérios de maior interesse são a Columbita, que é um sal onde ocorre o Nb e o Tântalo e o Pirocloro, sendo estes os minérios de maior interesse comercial (LUZ *et al.*, 2010).



Figura 3.4: 1 Columbita, 2 Pirocloro (LUZ *et al.*, 2010)

São extraídas, anualmente, cerca de 25 mil toneladas deste metal, sendo o Brasil o seu principal produtor. As aplicações são variadas, mas a sua adição a ligas metálicas é um uso comum (LUZ *et al.*, 2010).

Na década de 1950, com o início da corrida espacial, aumentou muito o interesse pelo nióbio, o mais leve dos metais refratários. Ligas de nióbio, como Nb-Ti, Nb-Zr, Nb-Ta-Zr, foram desenvolvidas para utilização nas indústrias espacial e nuclear, e também para fins

relacionados à supercondutividade. Os tomógrafos de ressonância magnética para diagnóstico por imagem, utilizam magnetos supercondutores feitos com a liga NbTi (LUZ *et al.*, 2010).

3.3.1 Propriedades Físicas

Segundo (LUZ *et al.*, 2010) as propriedades físicas em condições de pressão e temperatura normais são:

- Estado físico: Sólido;
- Estrutura cristalina: Cúbica de corpo centrado;
- Cor e aparência: Cinzento metálico;
- Ponto de fusão: 2468°C;
- Ponto de ebulição: 4744°C;
- Condutividade térmica: 54,2W/mK;
- Densidade: 8,570g/cm³;
- Volume molar: 10,83/cm³mol;
- Capacidade calorífica: 24,62 J/molK.

3.4 Aplicação de Titânio e suas ligas na medicina

Titânio e ligas de titânio são amplamente utilizados em dispositivos biomédicos e componentes, especialmente como substitutos de tecidos duros, assim como em aplicações cardíacas e cardiovasculares, devido às suas propriedades desejáveis, tais como o módulo relativamente baixo, boa resistência à fadiga, formabilidade, usinabilidade, resistência à corrosão, e biocompatibilidade. No entanto, o titânio e suas ligas não pode atender todos os requisitos clínicos (LIU *et al.*, 2005).

Titânio puro e algumas de suas ligas têm sido amplamente utilizados como "de suporte de carga" em implantes para aplicações biomédicas, devido à sua elevada resistência à-peso, resistência à corrosão em meio fisiológico, resistência à fadiga e baixo módulo de elasticidade (MÜLLER, *et al.*, 2008).

Um diagrama esquemático de tecidos duros em um corpo humano é mostrado na figura 3.5. Tecidos duros são freqüentemente danificadas devido a acidentes, envelhecimento

e outras causas. É uma prática comum na cirurgia de substituir os tecidos danificados duro com substitutos artificiais. Dependendo da região em que os implantes são inseridos e as funções a serem fornecidos, os requisitos de diferentes materiais de endoprótese são diferentes (LIU *et al.*, 2005).

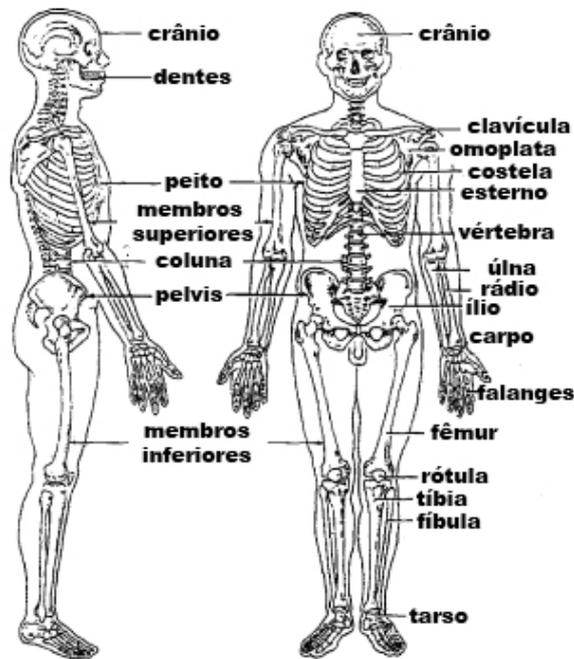


Figura 3.5: Esquema de tecidos duros do corpo humano (LIU *et al.*, 2005)

Um dos principais problemas relativos implantes metálicos em cirurgia ortopédica é a incompatibilidade do módulo de Young entre o osso (10-30 GPa) e implantes metálicos (110 GPa para Ti e 105 GPa para o Nb). O osso é insuficientemente carregado, devido à incompatibilidade, com a chamada "*stress shielding*". Em geral, o módulo de Young da maioria dos metais é de pelo menos 10-20 vezes superiores aos de tecidos duros. Muitos pesquisadores têm demonstrado que o *stress shielding*, remodelação óssea, retarda a cura, o que resulta em aumento da porosidade do osso.

Uma forma de atenuar o problema e, portanto, para reduzir o módulo de Young de materiais metálicos através da introdução de poros, minimizando danos aos tecidos adjacentes ao implante e, eventualmente, prolongar o tempo de vida útil do dispositivo (WEN, 2010).

A figura 3.6 mostra três tipos de tamanho diferentes de grãos de pó de Ti.

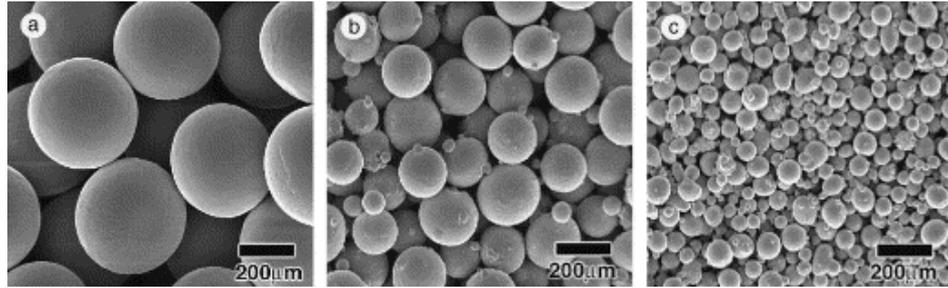


Figura 3.6: MEV dos pós de Ti, com três tamanhos diferentes em pó (WEN, 2001)

Devido às propriedades acima desejáveis, titânio e ligas de titânio são amplamente utilizados como substitutos de tecidos duros dos ossos artificiais, articulações e implantes dentários, figura 3.6. Uma das aplicações mais comuns de titânio e suas ligas são as articulações do quadril artificial que consiste de um rolamento de articulação (cabeça femoral e da taça) e da haste, conforme ilustrado nas figuras 3.7. Os mancais de articulação devem ser posicionadas de tal forma que possam reproduzir o movimento natural dentro das articulações do quadril enquanto posicionamento seguro da cabeça femoral em relação aos outros componentes do conjunto é feito usando o tronco. A haste do quadril é ancorado permanentemente para o canal intramedular do fêmur. A taça, que é o parceiro articular da cabeça do fêmur, é utilizado para fixação de fresagem para fora do acetábulo natural para se adequar ao design. Titânio e ligas de titânio também são muitas vezes usados em substituição da articulação do joelho, que consistem em um componente femoral, componente tibial e patela (LIU *et al.*, 2005).

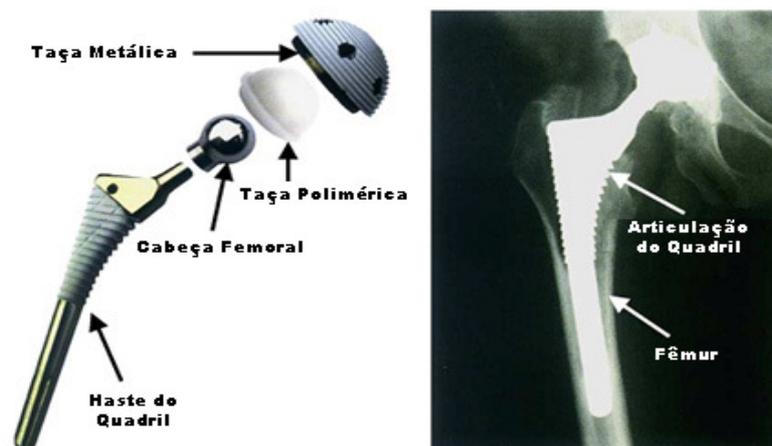


Figura 3.7: Desenho esquemático da articulação do quadril artificial (LIU *et al.*, 2005).

Além disso, titânio e ligas de titânio são comuns em implantes dentários, que podem ser classificados como subperiosteal, transosteal e protéticos de acordo com sua posição e forma. Implantes subperiosteal consistem de uma estrutura de molde personalizada que repousa sobre a superfície do osso abaixo do mucoperiósteo. A prótese é fixada em postes ou pilares que penetram na mucosa na cavidade oral. Transosteal implantes só podem ser colocados no maxilar inferior frontal, enquanto os implantes osseointegrados podem ser colocados em ambos o maxilar superior e inferior através de uma incisão mucoperiosteal (LIU *et al.*, 2005).

Eles são os tipos mais comumente usados de implante e podem ser usados em quase todas as situações como implantes para substituir um único dente, bem como nos casos de edentulismo parcial e total (LIU *et al.*, 2005).

Os implantes osseointegrados mais comumente utilizados são os análogos de raízes formadoras. As figuras 3.8, 3.9, 3.10 mostram alguns dos projetos populares, tais como os dispositivos em forma de parafuso e cilindros (LIU *et al.*, 2005), (RODRIGUES *et al.*, 2009).

Estes implantes dentários são colocados de acordo com a osseointegração conceito que permite implantes dentários para fundir-se com os ossos. Tecnologias de modificação de superfície, tais como a explosão da munição, ataque químico, e pulverização de plasma são muitas vezes utilizadas para melhorar a capacidade de osseointegração de implantes dentários de titânio (LIU *et al.*, 2005).

Encontram-se outras aplicações das ligas de titânio em próteses bucais conforme nos mostra (OKAZAKI, 2001). A figura 3.11 mostra uma placa de metal para prótese total fixada, uma prótese parcial, coroas e pontes feitas de ligas de Ti-15Zr-4Nb-4Ta. Uma placa de metal para prótese total, placa de metal para prótese parcial, próteses parciais e radiografia de placa de metal para prótese parcial



Figura 3.8: Esquema do dente artificial em forma de parafuso (LIU et al., 2005).



Figura 3.9: a) Micro parafuso ortodôntico, b) Conjunto micro parafuso ortodôntico (RODRIGUES et al., 2009).

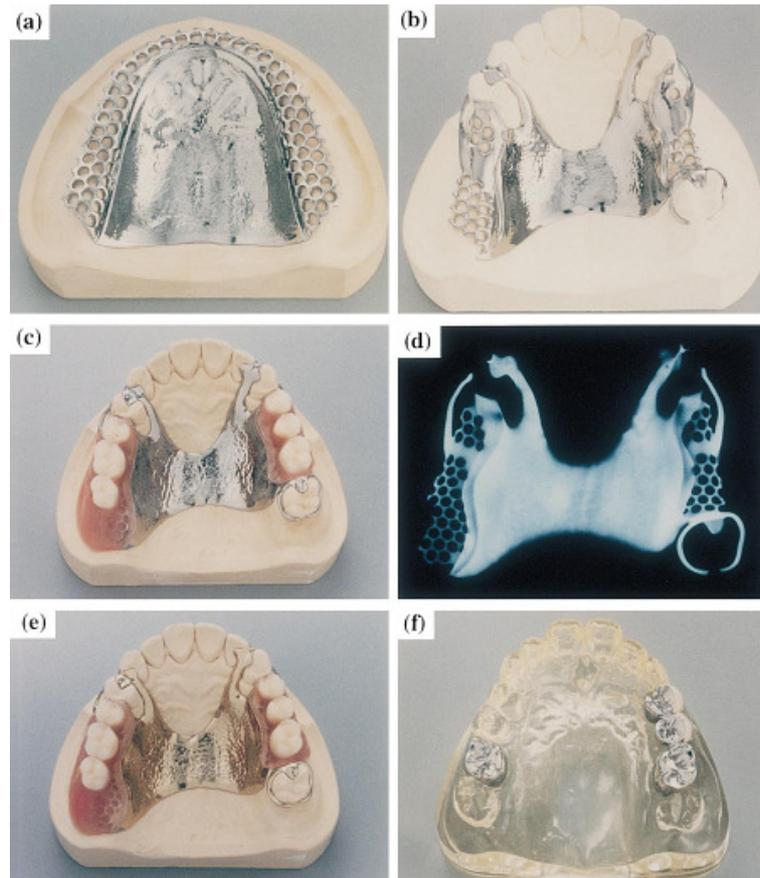


Figura 3.10: (a) placa de metal para prótese total, (b) placa de metal para prótese parcial, (c) prótese parcial, (d) radiografia de placa de metal para prótese parcial, (e) TiN-ion-plated prótese parcial, (f) e coroa ponte. (OKAZAKI, 2001).

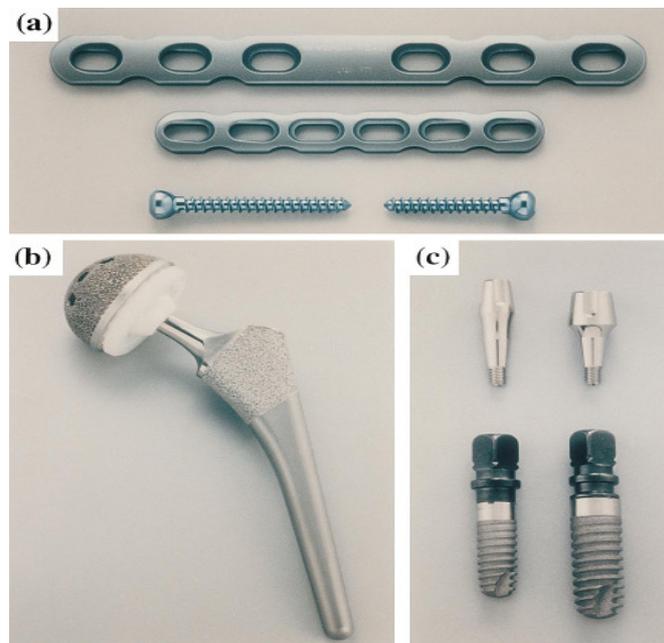


Figura 3.11: Implantes: (a), do quadril artificial conjunta do tipo cimentado (b) e da raiz dos dentes artificiais (c) pinos dentais, feitos de liga de Ti-15Zr-4Nb-4Ta. (OKAZAKI, 2001).

Muitos tipos de próteses valvares têm sido utilizados clinicamente. O desenho comum é mostrado na figura 3.12 (LIU *et al.*, 2005).

O anel e os suportes são feitos de titânio e ligas de titânio enquanto o disco é feito de carbono pirolítico. Ao redor do anel é um anel de costura em tecido de malha de teflon, onde as suturas de fixação da prótese para o coração é colocado. Os metais em próteses valvares são frequentemente revestidas com uma película de carbono para melhorar a compatibilidade do sangue (LIU *et al.*, 2005).

Atualmente, os stents figura 36 são normalmente usados no tratamento de doenças cardiovasculares. Elas se dilatam para manter os vasos sanguíneos estreitos abertos. Stents são normalmente montados em cateteres de balão ou dobradas no interior de cateteres de entrega especial. Níquel e ligas de titânio são os materiais mais comuns usados em próteses vasculares devido aos seus efeitos especiais de memória de forma (LIU *et al.*, 2005).



Figura 3.12: Válvula do coração (LIU et al., 2005).



Figura 3.13: Stents vasculares artificiais (LIU *et al.*, 2005).

Além de ossos artificiais, articulações e implantes dentários, titânio e ligas de titânio são frequentemente utilizados em osteossíntese, como fixação de fraturas ósseas. A fratura de osso desativa a função do membro lesado. A rápida restauração completa pode ser alcançada através de osteossíntese, um método de tratamento da fratura óssea por ligas de titânio meios cirúrgicos (LIU *et al.*, 2005).

Titânio e suas ligas são materiais atraentes para implantes por suas propriedades especiais que atendam às exigências das aplicações de osteossíntese. Implantes típicos incluem os parafusos para osteossíntese de ossos, placas ósseas figura 3.13 e 3.14, os implantes maxilofaciais, são utilizados com um único parafuso para fixação óssea direta e principalmente aplicada com parafusos "lag", exercendo compressão sobre a diferença da fratura ou eles são usados para a fixação de placas ou outros dispositivos para os ossos (LIU *et al.*, 2005).

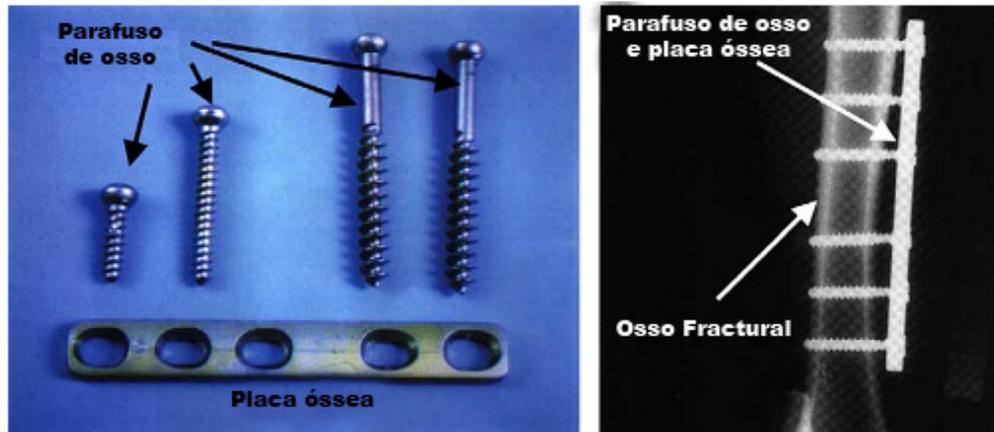


Figura 3.14: Próteses de placas e parafusos de osso (LIU et al., 2005).

A figura 3.15 apresenta mais exemplos da aplicação dos materiais biomecânicos, em artroplastia de quadril e de joelho, em osteossíntese de fraturas ou em implantodontia.

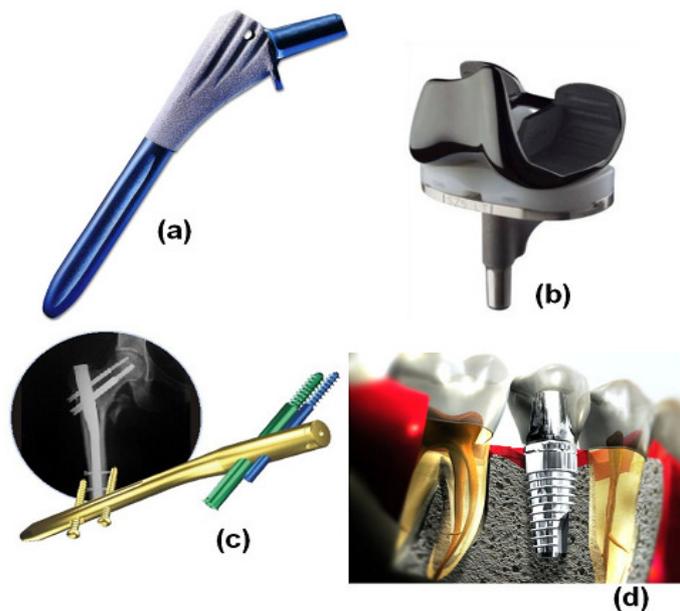


Figura 3.15: (a) Prótese de quadril, (b) prótese de joelho, (c) haste intramedular e (d) implante odontológico (LOPES, 2009).

3.5 Descrição dos ensaios utilizados nos experimentos.

O módulo de elasticidade do osso varia entre, (17 a 35 GPa) (GEETHA et al., 2001), este dado é muito importante para comparação em experimentos com materiais biomecânicos para determinar um módulo de elasticidade mais adequado nos materiais

destinados a fabricação de implante. Para determinar o módulo de elasticidade e outras propriedades biomecânicas foram utilizados os seguintes ensaios:

- Ensaio de compressão;
- Ensaio de Micro Dureza;
- Microestrutura MEV;
- Metalografia.

3.5.1 Ensaio de compressão

O ensaio de compressão é usado para obtenção de propriedades mecânicas dos mais diversos materiais metálicos. Os métodos para a obtenção das propriedades mecânicas cabíveis a cada tipo de metal são em essência os mesmos usados no ensaio de tração. Para o traçado do diagrama tensão-deformação, há a necessidade de uma perfeita centralização da amostra entre as placas da máquina, para que a carga de compressão atue exatamente na direção de seu eixo. Para qualquer ensaio de compressão, as placas da máquina devem ser paralelas, afim de garantir essa axialidade (SOUZA, 2000).

Conforme o material a ser ensaiado seja dúctil ou frágil, as condições de ensaio variam muito. No primeiro caso, só se pode determinar com certa precisão as propriedades referentes a zona elástica, sendo impossível medir a carga máxima atingida ou de ruptura. Um corpo de prova cilíndrico de um metal dúctil sujeito a um esforço axial de compressão tende, na zona plástica, a aumentar a sua secção transversal (aumento do diâmetro e diminuição do comprimento) com o acréscimo da carga. Se considerar a tensão real (carga dividida pela área instantânea), com o aumento da carga, essa tensão diminui, aumentando assim a resistência do material. Por essa razão, um metal dúctil não se rompe, ficando cada vez mais achatado até se transformar num disco figura 3.16(a). Por outro lado, um metal frágil, não tem deformação lateral apreciável e a ruptura ocorre por cisalhamento e escorregamento ao longo de um plano inclinado de aproximadamente 45° conforme mostra a figura 3.16(b) (SOUZA, 2000).

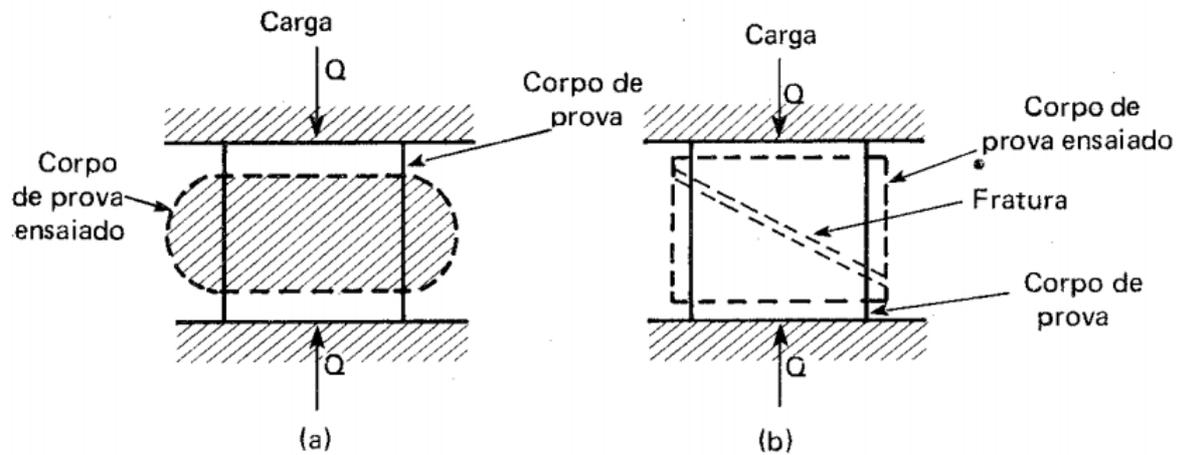


Figura 3.16: Ensaio de compressão em (a) metal dúctil, deformação sem ruptura, e (b) metal frágil, ruptura sem deformação lateral (SOUZA, 2000).

A flambagem é sensível principalmente à uniformidade da aplicação da carga, a qual é controlada pelo paralelismo das placas da máquina, e a heterogeneidade do corpo de prova. Qualquer excentricidade na aplicação do esforço de compressão tende a favorecer a flambagem (SOUZA, 2000).

O atrito existente entre as placas da máquina e as extremidades dos corpos de prova de secção uniforme produz tensões que tendem a retardar o escamento nas regiões próximas aos contatos figura 4.17 (SOUZA, 2000).

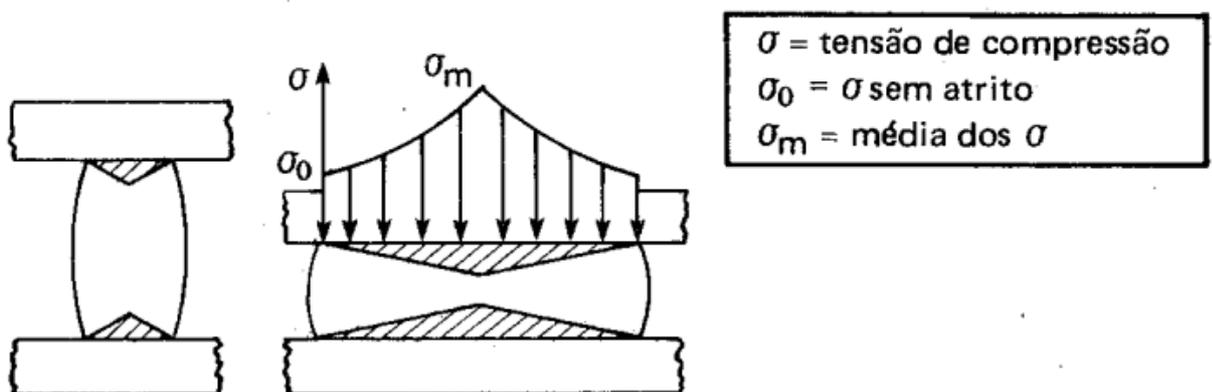


Figura 3.17: Regiões não-deformadas devido ao atrito entre o corpo de prova e as placas da máquina (SOUZA, 2000).

Os corpos-de-prova utilizados deverão ser confeccionados na forma cilíndrica e divididos em três categorias, para o caso de materiais metálicos: curtos, médios e longos, conforme apresentado na tabela 1 (GARCIA *et al.*, 2000).

Tabela 3.1: Dimensões dos corpos-de-prova ensaiados em compressão. [segundo ASTM E9-89^a.] (GARCIA *et al.*, 2000).

Corpo-de-prova	Diâmetro (mm)	Comprimento (mm)
Pequeno	30 ±0,2	25 ±1,0
	13 ±0,2	25 ±1,0
Médio	13 ±0,2	38 ±1,0
	20 ±0,2	60 ±3,0
	25 ±0,2	75 ±3,0
Longo	30 ±0,2	85 ±3,0
	20 ±0,2	160 ±3,0
	32 ±0,2	320

Os resultados numéricos obtidos no ensaio de compressão são similares aos obtidos no ensaio de tração. Os resultados dos ensaios são influenciados pelas mesmas variáveis do ensaio de tração (temperatura, velocidade de deformação, anisotropia do material, tamanho de grão, porcentagem de impurezas e condições ambientais) (GARCIA *et al.*, 2000).

Os resultados numéricos obtidos no ensaio de compressão são similares aos obtidos no ensaio de tração. Os resultados dos ensaios são influenciados pelas mesmas variáveis do ensaio de tração (temperatura, velocidade de deformação, anisotropia do material, tamanho de Grão, porcentagem de impurezas e condições ambientais) (GARCIA *et al.*, 2000). O gráfico mostrado na figura 3.18 mostra a curva gerada no ensaio de tração e no ensaio de compressão.

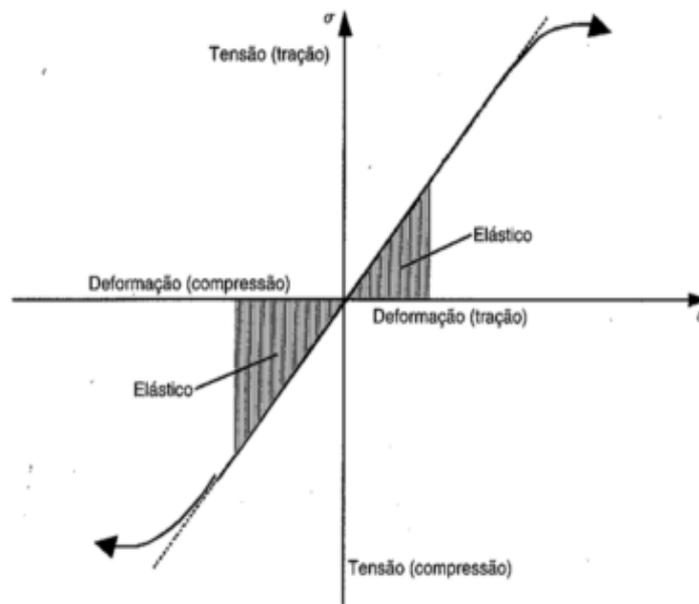


Figura 3.18: Tipos de ensaio e curva característica do ensaio de compressão (GARCIA et al., 2000).

Segundo (Schaeffer, 2004) para ensaios de compressão a frio quando se deseja efetuar um ensaio uniaxial de tensões é comum o uso de parafina e em função da temperatura são empregados outros lubrificantes:

- Teflon – até aprox. 300°C
- Lubrificante a base de grafite e óleo até 400°C
- Lubrificante a base de Nitreto de Boro: até 800°C
- Lubrificante a base de vidro: de 800°C até 1300°C

3.5.2 Ensaio de Microdureza por Penetração

Utiliza-se muito a dureza Vickers para pesquisa, estudos e mais especificamente para determinação de profundidade de têmpera nos aços, profundidade de camadas de proteção superficial, profundidade de decarbonetação nos aços, para lâminas finíssimas, para ensaios de metais muito duros ou muito moles (SOUZA, 2000).

Muitas das aplicações da dureza Vickers, estão atualmente voltadas para o ensaio de microdureza. Assim, o problema da determinação das profundidades de superfícies carbonetada, de têmpera, etc, além da determinação da dureza de constituintes individuais de uma microestrutura, de materiais frágeis, de peças pequeníssimas ou extremamente finas, é

geralmente solucionado pelo uso a microdureza (SOUZA, 2000). A figura 3.19 mostra um microdurometro e a impressão da microdureza de forma esquemática (SCALET *et al.*, 2010).

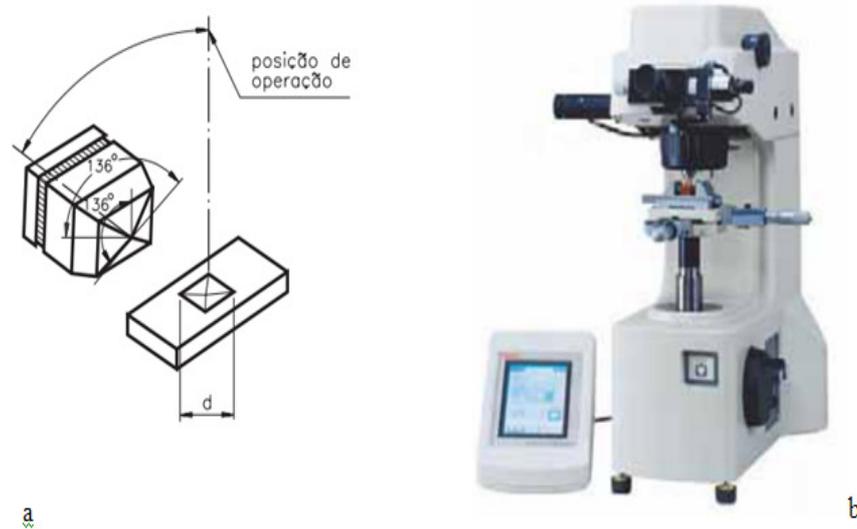


Figura 3.19: Microdureza por penetração Vickers, (a) impressão da microdureza, (b) Microdurometro (SCALET *et al.*, 2010).

3.5.3 Microestrutura MEV

O Microscópio de Varredura Eletrônica - MEV, observa e analisa a microestrutura de objetos sólidos, figura 3.20. O exame micrográfico com auxílio de MEV faz a identificação da microestrutura, análise da superfície, fratura, discordâncias e orientação cristalina (MALISKA, 2011).

Características do ensaio:

- Alta resolução – 0,2 a 5 nm (MO ~ 0,5 nm);
- Grande profundidade de foco – topografia;
- Imagem de composição;
- Fácil preparação da amostra.

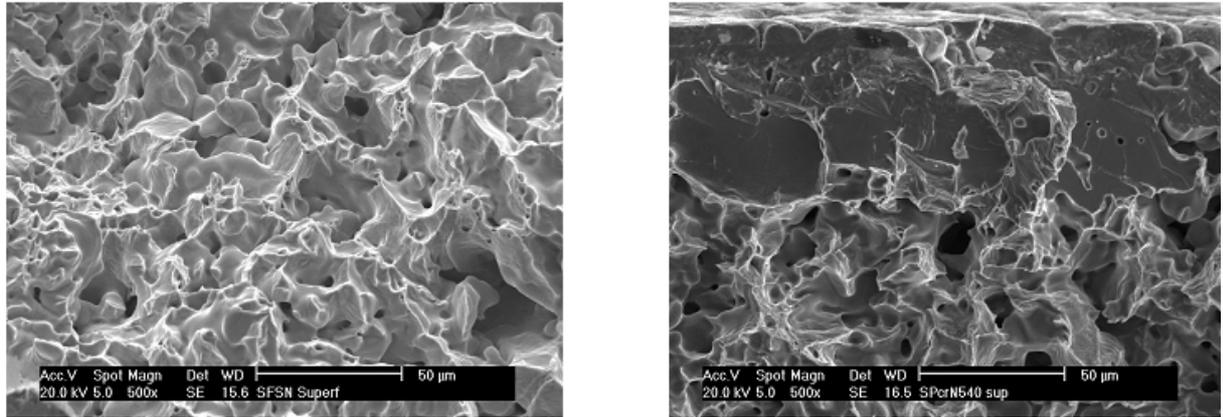


Figura 3.20: Exemplo de fratura em materiais metálicos com porosos (MALISKA, 2011).

3.5.4 Metalografia

A análise da metalografia é utilizada não só como auxílio aos controles rotineiros do processo de manufatura, mas também para investigar as possíveis causas de eventual “falha em serviço” de componentes. Além disso, um bom conhecimento em metalurgia física permite ao fabricante de peças sinterizadas entender os mecanismos envolvidos nos diversos processos mecânicos e metalúrgicos aos quais as peças são submetidas, servindo de base para futuros desenvolvimentos de produtos (CREMONEZI, *et al.*, 2009).

A diferença básica entre os materiais fabricados por metalurgia do pó e outros é a presença de poros no sinterizado. Durante o lixamento ou polimento da amostra, os poros podem ser distorcidos e induzir a uma interpretação equivocada da estrutura que está sendo analisada. Portanto, quando se examina uma micrografia, é importante saber como a amostra foi preparada, pois a forma e a quantidade de poros podem ser tão importante quanto a resistência ou o grau de sinterização na análise do material (CREMONEZI, *et al.*, 2009).

Às vezes para fazer uma análise mais precisa, é necessário preencher a porosidade da amostra com uma resina apropriada (CREMONEZI, *et al.*, 2009).

Conforme as figuras 3.21 e 3.22, a superfície da amostra deve ser lixada e polida até se atingir um acabamento liso e espelhado, que pode ser obtido utilizando-se papeis, panos e substâncias abrasivas sucessivamente mais finas (CREMONEZI, *et al.*, 2009).

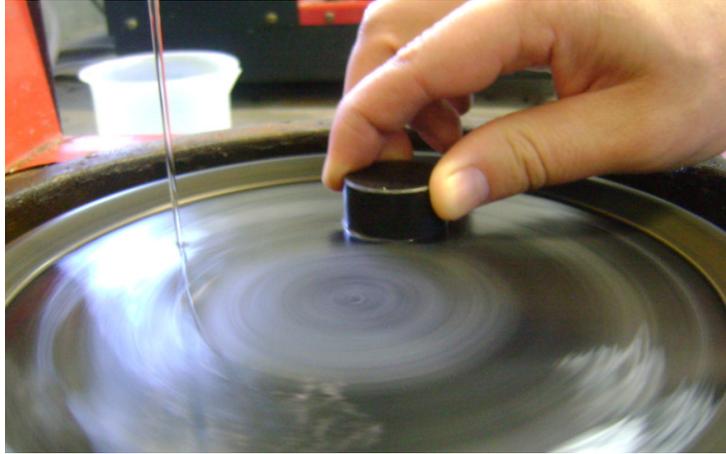


Figura 3.21: Exemplo de polimento com lixa. Laboratório de Metalografia – SATC



*Figura 3.22: Exemplo de polimento com pano e pasta diamantada (abrasivo).
Laboratório de Metalografia – SATC.*

4 PROCEDIMENTOS PRELIMINARES

A Figura 4.1 mostra o fluxograma do procedimento experimental.

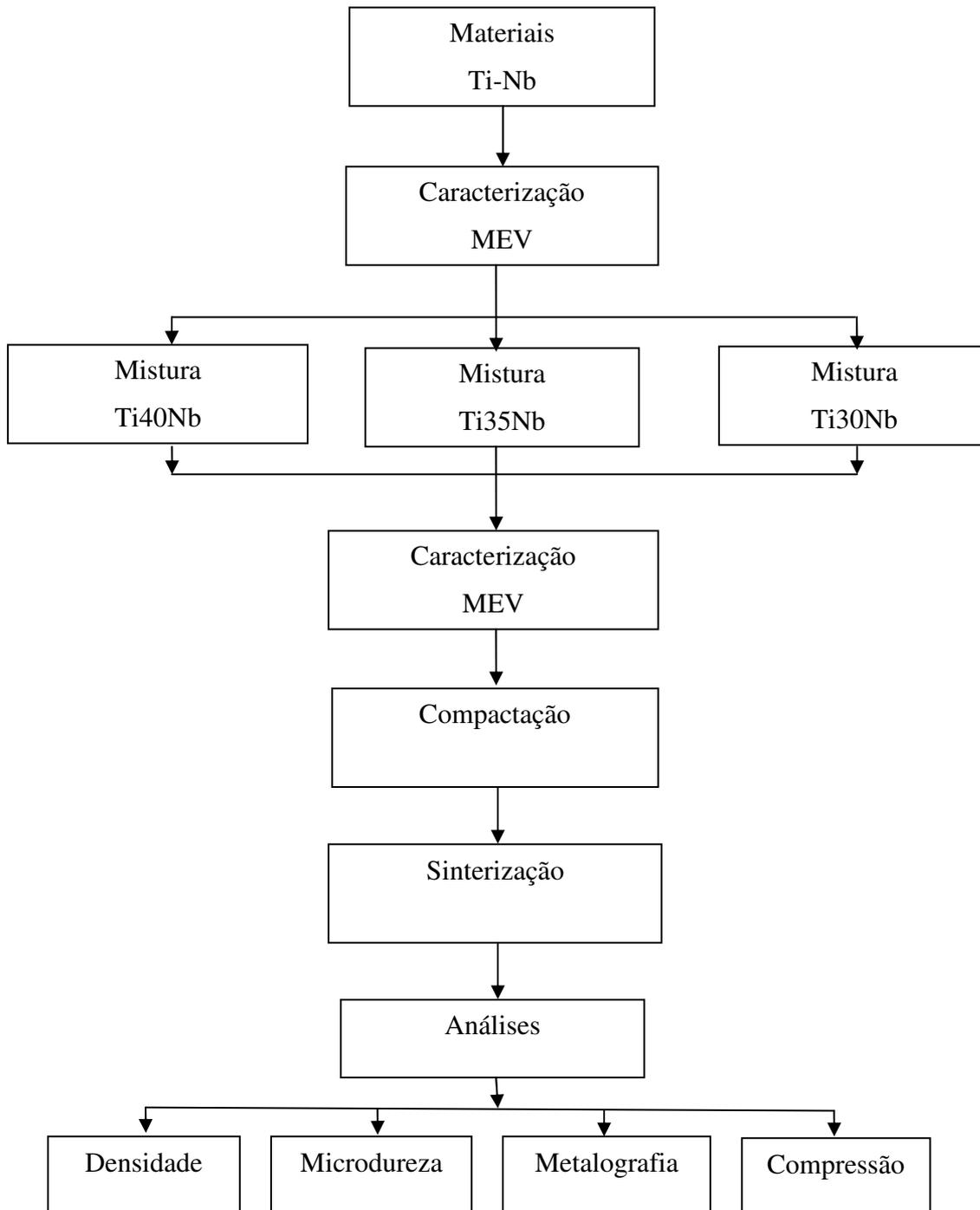


Figura 4.1: Fluxograma do procedimento experimental.

4.1 Experimento Preliminar

O objetivo específico do teste preliminar foi estudar e comparar informações obtidas nas análises com as revisões bibliográficas e assim, obter informações importantes a respeito dos experimentos que foram usados para viabilidade deste projeto. Observou-se na literatura que para a sinterização da liga Ti-Nb é necessário manter a atmosfera controlada, segundo (ESPINOZA *et al.*, 2010), trata-se de uma etapa crítica da M/P, associado a alta reatividade do titânio em altas temperaturas, razão pela qual a atmosfera interna do forno deve ser controlada, sendo indicada a utilização de vácuo, ou a utilização de uma atmosfera inerte formada pela presença de gás com estas características.

Para obter um forno com estas características houveram dificuldades em encontrá-los nas empresas da região, pois as empresas próximas não atuam na área da sinterização de pós. Logo foi decidido fazer um teste preliminar em um forno normal, sem controle da atmosfera, mas com um resultado já esperado segundo as literaturas.

4.1.1 Pós metálicos usados nos experimentos preliminares

Para realização dos experimentos preliminares, foram misturados dois pós metálicos o Titânio (Ti) e o Nióbio (Nb). A proporção usada para cada ensaio foi obtida com o auxílio de uma planilha do Excel que está descrita na figura 4.2 com base de cálculo para corpos de prova com diâmetro de 10 mm e altura de 10 mm, que calculou em percentual para cada material uma relação entre densidade, massa e volume para um corpo de prova com dimensões conhecidas na tabela 1.

	A	B	C	D	E	F
1	MATERIAL	[d] Densidade (g/cm³)		Massa (g)		
2	TITÂNIO	4,5100		Ti	100%	3,5421
3	NIÓBIO	8,5700		Ti	70%	2,4795
4	ALUMÍNIO	2,7200				
5				Nb	100%	6,7309
6	CORPO DE PROVA			Nb	20%	1,3462
7						
8	[Ø] - Diâ. (mm)	10,00		Al	100%	2,1363
9	[h] - Altura (mm)	10,00		Al	10%	0,2136
10				Massa Total		4,0393 gr
11	Volume:	A . h		Volume (cm³)		
12				Ti	Puro	0,7854
13	A =	$\pi \cdot d^2$		Ti	70%	0,5498
14		4				
15				Nb	Puro	0,7854
16	A (mm²) =	78,5398		Nb	20%	0,1571
17						
18	Volume (cm³):	0,7854				
19				Nb	Puro	0,7854
20	PODE SER ALTERADO			Nb	10%	0,0785
21	É FÓRMULA! NÃO DIGITE!!!!			Volume Total		0,7854 cm³

Figura 4.2: Planilha do Excel para cálculo da porcentagem da composição.

Tabela 4.1: Porcentagem de pó de Ti-Nb na composição dos corpos de prova dos ensaios preliminares (dados para corpos de prova com diâmetro 10 mm e altura 10 mm).

Nº do Corpo de Prova	Titânio (Ti)		Nióbio (Nb)		Peso total da mistura Ti-Nb (g)
	%	g	%	g	
1	75	2,66	25	1,68	4,34
2	70	2,48	30	2,14	4,50
3	65	2,30	35	2,36	4,66
4	60	2,12	40	2,69	4,82

Após transformar a porcentagem da mistura em massa (peso em g), os pós de Nióbio foram levados a uma balança de precisão, figura 4.3, devidamente calibrada pelo Inmetro, para realizar a relação da quantidade de pó em g, para cada corpo de prova, obedecendo a relação da tabela 4.1.



Figura 4.3: Balança de precisão

Após realizar a mistura os pós que mais tarde foram compactados resultando no compactado verde, corpo de prova 1 e 2, com diâmetro 10 mm e altura 12 mm, corpo de prova 3 e 4 diâmetro 13 mm e altura 5 mm figura 4.4 e 4.5.

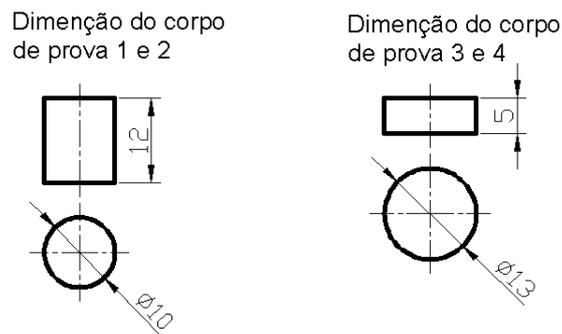


Figura 4.4: Croqui dos corpos de prova ensaio preliminar.

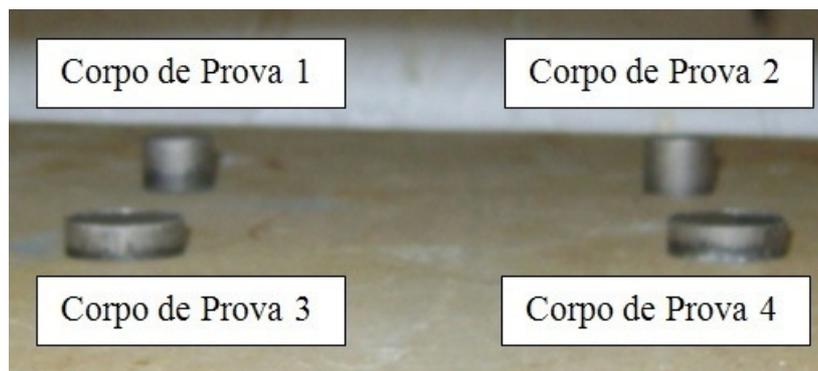


Figura 4.5: Compactado verde de Ti-Nb, nas proporções conforme tabela 1.

4.1.2 Ferramental Usado Para Compactar a Peça

A conformação do pó pode ser realizada de várias maneiras. Um dos métodos mais conhecidos e utilizado neste trabalho é a “Compactação Uniaxial” que, para conformar o pó, se utiliza de um ferramental rígido, figura 4.6 e 4.7, movimentado por uma prensa.

O ferramental é composto de no mínimo três componentes: “Matriz”, “punção superior” e “punção inferior”.



Figura 4.6: Conjunto matriz fechada para obtenção de corpo de prova de 13mm de diâmetro, nos experimentos preliminares, LDTM/UFRGS.

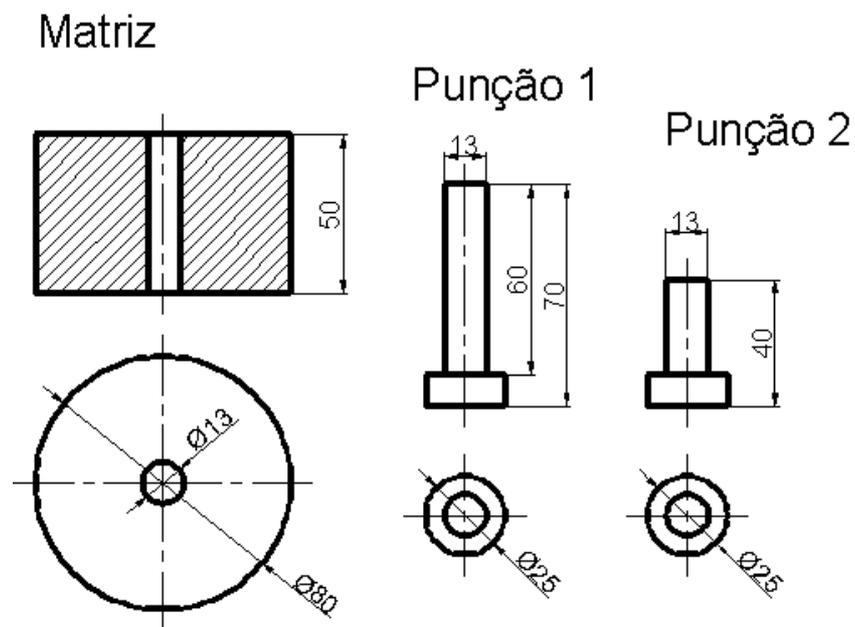


Figura 4.7: Croqui da Matriz e Punções.

4.1.3 Máquina utilizada para mistura do pó

Para realizar a mistura dos pós de Ti e Nb, foi utilizado um misturador giratório excêntrico, (moinho de bolas, adaptado), figura 4.8, que tem como característica funcional básica, junto da mistura a colocação de “Bolas” de aço, para realizar a moagem da mistura. Nos experimentos foi colocada apenas a mistura de Ti/Nb, e com os movimentos excêntricos da máquina foi realizada a mistura durante 30 minutos, na rotação de 1750rpm.



Figura 4.8: Misturador giratório excêntrico da SATC.

4.1.4 Sinterização das amostras do ensaio preliminar

Foram conformadas 4 amostras de Ti-Nb compactados, dando origem ao compactado verde. As amostras foram colocadas em um forno do tipo mufla, aquecido por resistência elétrica, com controle digital da temperatura (0°C até 1300°C) e rampa de aquecimento e resfriamento controlados, conforme figura 4.9.



Figura 4.9: Forno Jung mufla Modelo 2713 – 1300 °C – 6,5 kw – 30 A, sem controle da atmosfera do IMG, usado nos experimentos preliminar .

4.1.5 Resultado dos ensaios preliminares

No ensaio preliminar observou-se que em função da sinterização ser realizada em um forno à temperatura de 1300°C e sem controle da atmosfera as amostras de Ti-Nb reagiram com o meio ambiente e se decompõem, isso ocorreu devido de o titânio apresentar limitada resistência à oxidação ao ar em temperaturas superiores a cerca de 650 °C e interagiu com o oxigênio, formando óxidos, cloretos e hidróxidos depositados na superfície do titânio podem também acelerar a oxidação. O nióbio também é altamente corrosivo acima de 350°C. Em função dessa corrosão os corpos de prova formado pela liga Ti-Nb apresentaram as características conforme mostrado na figura 4.10.

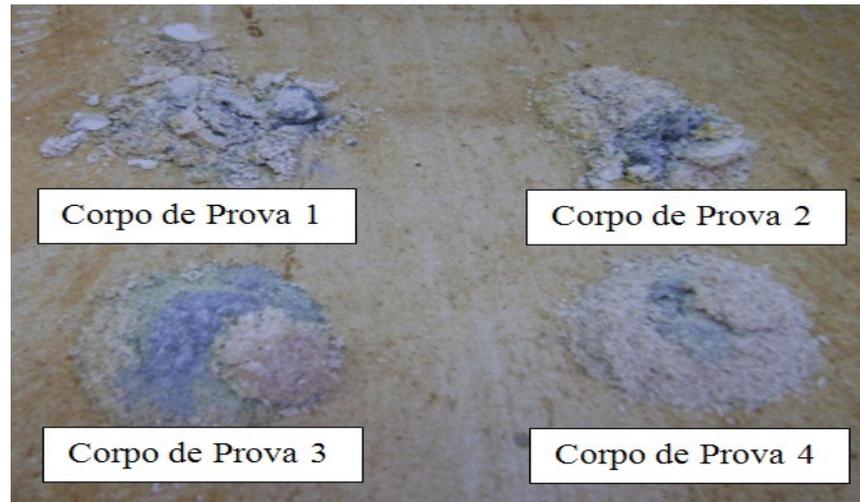


Figura 4.10: Resultado dos ensaios preliminares após a sinterização.

4.2. Preparação das amostras do experimento prático

Foram fabricados 9 corpos de provas, divididos em três grupos, com 3 corpos de prova para cada grupo e classificados de acordo com a composição dos pós metálicos, tensão de compactação e temperatura de sinterização conforme o cronograma na tabela 4.1 .

Os ensaios seguiram a seguinte metodologia:

- ✓ **Grupo amostras A:** Composição Ti+40%Nb em peso, foram misturados 3 porções e compactadas a 400MPa, e sinterizadas a 1450°C.
- ✓ **Grupo amostras B:** Composição Ti+35%Nb em peso, foram misturados 3 porções e compactadas a 400MPa, e sinterizadas a 1450°C.
- ✓ **Grupo amostras C:** Composição Ti+30%Nb em peso, foram misturados 3 porções e compactadas a 400MPa, e sinterizadas a 1450°C.

Tabela 4.2: características dos experimentos prático.

Amostras	Liga Ti Nb (%)	Pressão de compactação (MPa)	Temperatura de sinterização °C
A1	Ti40Nb	400 MPa	1450 °C
A2	Ti40Nb	400 MPa	1450 °C
A3	Ti40Nb	400 MPa	1450 °C
B1	Ti35Nb	400 MPa	1450 °C
B2	Ti35Nb	400 MPa	1450 °C
B3	Ti35Nb	400 MPa	1450 °C
C1	Ti30Nb	400 MPa	1450 °C
C2	Ti30Nb	400 MPa	1450 °C
C3	Ti30Nb	400 MPa	1450 °C

Os pós foram devidamente misturados conforme as ligas desejadas, através da mistura convencional de titânio e nióbio na composição Ti-30%Nb, Ti-35%Nb e Ti-40% em peso. Para cada liga foi adicionado estearato de zinco (1,0 % em peso) como lubrificante. Os componentes de cada liga foram misturados durante o tempo de 15 minutos, em um misturador tipo “Y” a 24 rpm como mostrado na figura 4.11.



Figura 4.11: Detalhe do misturador tipo “Y” utilizado.

Para a compactação foi utilizada uma matriz cilíndrica de aço temperado utilizando-se de uma prensa hidráulica da marca Eka com capacidade máxima de 40 toneladas. A figura 4.12 mostra o ferramental utilizado nas compactações.



Figura 4.12: Matriz utilizada para a compactação das amostras.

As amostras foram compactadas com tamanho, geometria e composição do material requerido, possuindo suficiente integridade para serem manuseadas. Utilizou-se uma

pressão de compactação de 400MPa para compactação das amostras, obtendo peças à verde com os resultados mostrados na tabela 4.2. A sinterização foi realizada num forno com uma atmosfera de 100% de nitrogênio e hidrogênio na proporção 75 – 25, em volume, na temperatura de 1.450°C, conforme figura 4.13. O ciclo de sinterização constituiu de aquecimento com taxa média de 12 °C/min até a temperatura de sinterização de 1.450°C com duração efetiva de 45 min. e taxa de resfriamento média de 9,5 °C/min. A figura 4.14 apresenta o ciclo de sinterização utilizado.



Figura 4.13: Foto do forno tubular de sinterização.

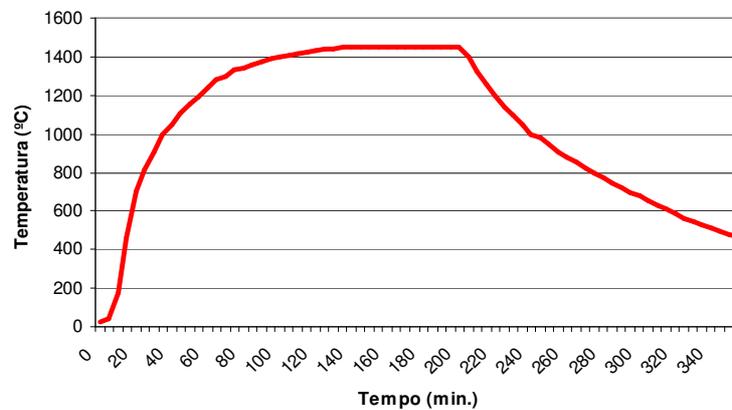


Figura 4.14: Ciclo de sinterização utilizado – 1450°C.

4.3 Análise dos Materiais Sinterizados

Nesse capítulo foi realizado uma análise dos corpos de prova determinando as propriedades biomecânicas da mistura Titânio/Nióbio, compactada e sinterizada.

A análise do compósito sinterizado foi realizada por intermédio de ensaios de compressão, microdureza, MEV, metalográfico, densidade e análise química.

4.3.1 Ensaio de compressão do corpo de prova Ti-Nb sinterizado

Para realizar o ensaio de compressão o corpo de prova foi colocado entre as placa da máquina, sendo verificado, que o mesmo fica-se centralizado nas placas, evitando desta forma erros ou resultados impróprios.

Foram realizados dois ensaios de compressão para cada composição, sendo três composições diferentes, conforme tabela 4.3.

Tabela 4.3: Amostras usadas nos ensaios de compressão.

Corpo de prova	Composição TiNb (%)
A1	Ti40Nb
A2	Ti40Nb
B1	Ti35Nb
B2	Ti35Nb
C1	Ti30Nb
C2	Ti30Nb

Após os ensaios de compressão foram gerados os gráficos de tensão x deformação conforme as figuras 4.15, 4.16 e 4.17.

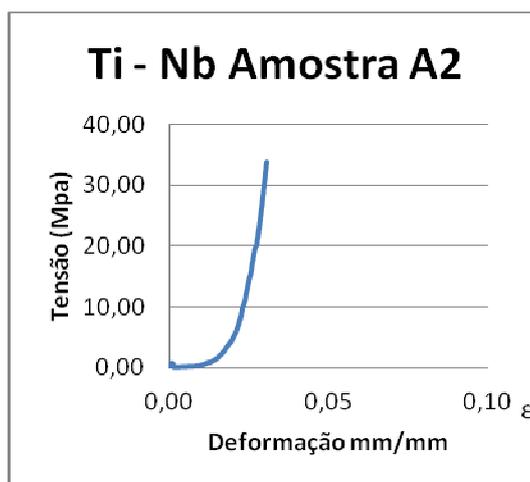


Figura 4.15: Gráfico Tensão x Deformação da liga Ti40Nb.

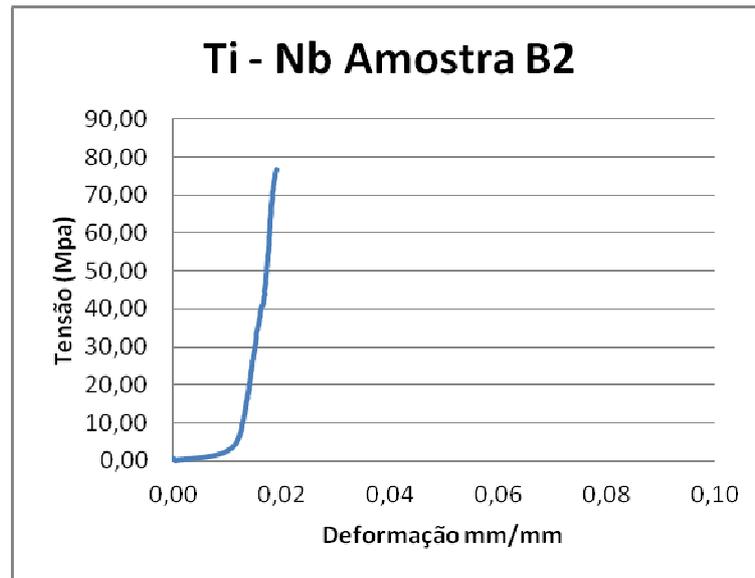


Figura 4.16: Gráfico Tensão x Deformação da liga Ti35Nb.

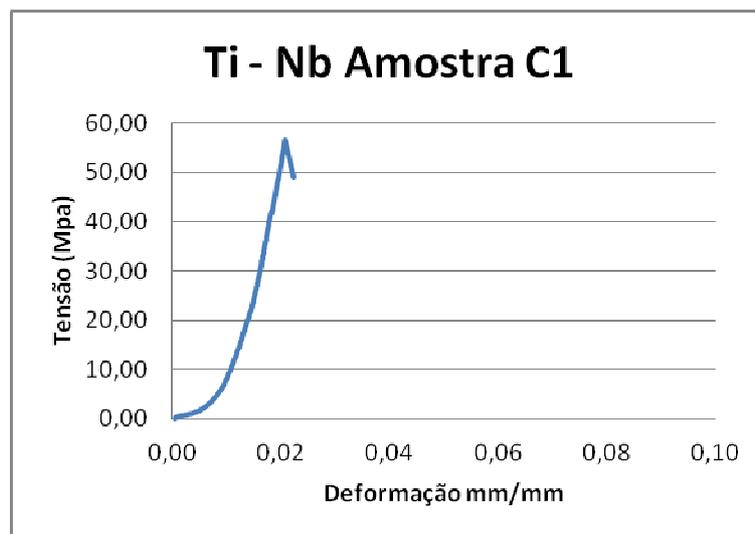


Figura 4.17: Gráfico Tensão x Deformação da liga Ti30Nb.

Na tabela 4.4 são mostrados os valores obtidos no ensaio de compressão que caracterizam cada amostra com valores individuais e diferentes. Essa diferença estão associadas as mudanças na composição química e na existência de poros na amostra compactada e sinterizada.

Tabela 4.4: Tensão, Módulo de Elasticidade e Deformação.

Composição	Tensão de Escoamento	Módulo de Yung (E)	Deformação em (%)
Ti-40%Nb	38MPa	1,08GPa	3,5
Ti-35%Nb	75MPa	4,2GPa	1,8
Ti-30%Nb	55MPa	2,75GPa	2,0

4.3.2 Ensaio de microdureza

A medida de microdureza Vickers, segundo a norma ASTM E 384 – Standard Test Method for Microhardness of Materials, define o ensaio de microdureza como a dureza de microindentações realizadas em equipamento calibrado com penetradores de diamantes de geometrias específicas. Para os ensaios de microdureza escolheu-se a seção superior para as medidas. Os ensaios foram realizados de acordo com a norma MPIF Standart 51. Utilizou-se o aparelho Futuretech FM 700, empregando-se carga aplicada de 500 gf e tempo de indentação de 15 s na escala Vickers. Foram realizadas 05 medidas de dureza Vickers em cada amostra e os resultados apresentam a média de 03 impressões, sendo desconsiderados os valores extremos (máximo e mínimo). As amostras empregadas neste ensaio foram as mesmas empregadas na análise metalografia. O ensaio de micro dureza foi realizado no IPARK UNESC.

A tabela 4.5 apresenta os resultados de microdureza, em função da temperatura de sinterização 1450°C, para as ligas de Ti e Nb.

Tabela 4.5: Microdureza das amostras sinterizadas.

Composição	Temperatura sinterização	Microdureza, Dureza (HV, 500g)
Ti-40%Nb	1450°C	454,75
Ti-35%Nb	1450°C	292,80
Ti-30%Nb	1450°C	349,97

4.3.3 Análise da microestrutura (MEV) da liga de Ti-Nb

Foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (MEV) para apresentar as micrografias dos pós utilizados neste trabalho. Os resultados das microestruturas foram obtidos após o ciclo de sinterização de 1450 °C no microscópio eletrônico de varredura (MEV) marca JEOL, de modelo 6060.

A figura 4.18 apresenta as partículas de pó de titânio com ampliação de 1000x, a Figura 4.19 exhibe as partículas de pó de nióbio com ampliação de 1500x, antes da sinterização. O titânio apresenta tamanho de partículas entre 2 e 5µm aglomerados em partículas de 5 e 10µm com ampliação de 1000x. As partículas de nióbio são grosseiras com tamanho maior que 50µm.

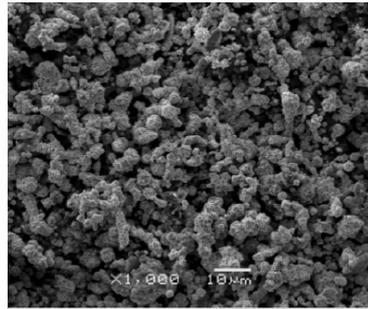


Figura 4.18: Partículas de pó titânio (1000x).

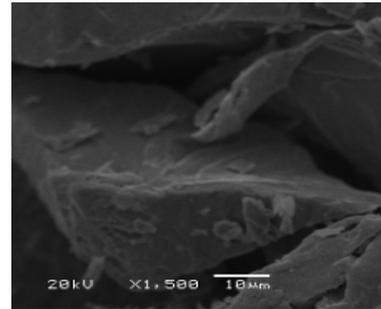


Figura 4.19: Partículas de pó de nióbio (1500x).

4.3.4 Ensaio Metalográfico da liga de Ti-Nb

Os resultados das microestruturas nas figuras 4.20, 4.21 e 4.22, obtidos após o ciclo de sinterização de 1450°C, com microscópio da marca Leica. A Figura 4.20 apresenta a amostra sinterizada da liga Ti-40Nb com magnificação de 500x onde é possível visualizar as partículas de titânio (partículas menores) e nióbio (partículas maiores). É possível verificara a formação da liga entre as partículas compactadas, apesar de encontrarmos uma grande quantidade de poros.

A figura 4.21 mostra a composição Ti-35Nb sinterizada com magnificação de 500x, apresentando as partículas de titânio (partículas menores) e nióbio (partículas maiores). A formação da liga para esta amostra foi mais consistente, podemos notar inclusive uma diminuição significativa na quantidade e tamanho dos poros.

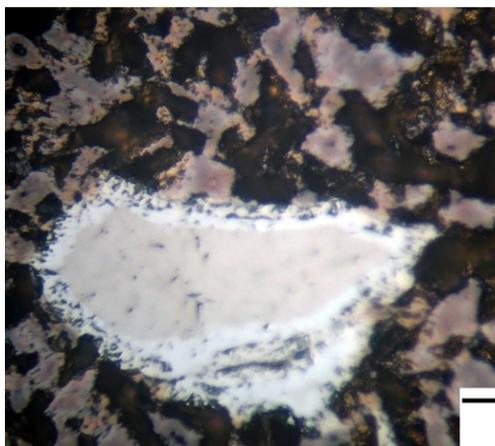


Figura 4.20: Amostra A com Ti40Nb aumentado 500x.

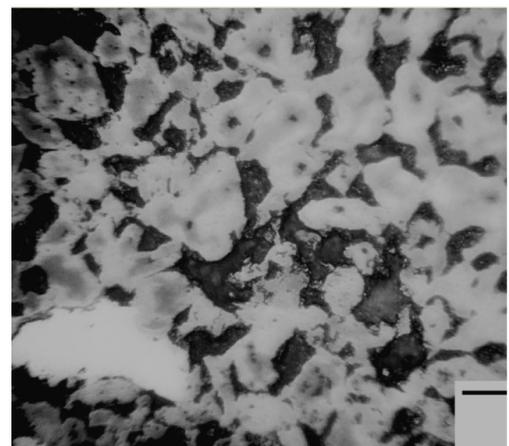


Figura 4.21: Amostra B com Ti35Nb aumentado 500x.

A figura 4.22 exibe a amostra sinterizada Ti-30Nb, magnificação de 500x onde é possível visualizar as partículas de titânio (partículas menores) e nióbio (partículas maiores). Analisando a amostra podemos notar também a formação da liga, porém esta formação foi afetada principalmente pela diferença no tamanho das partículas, porque os pós adquiridos tinham granulometrias diferentes, conforme figuras 4.18 e 4.19.

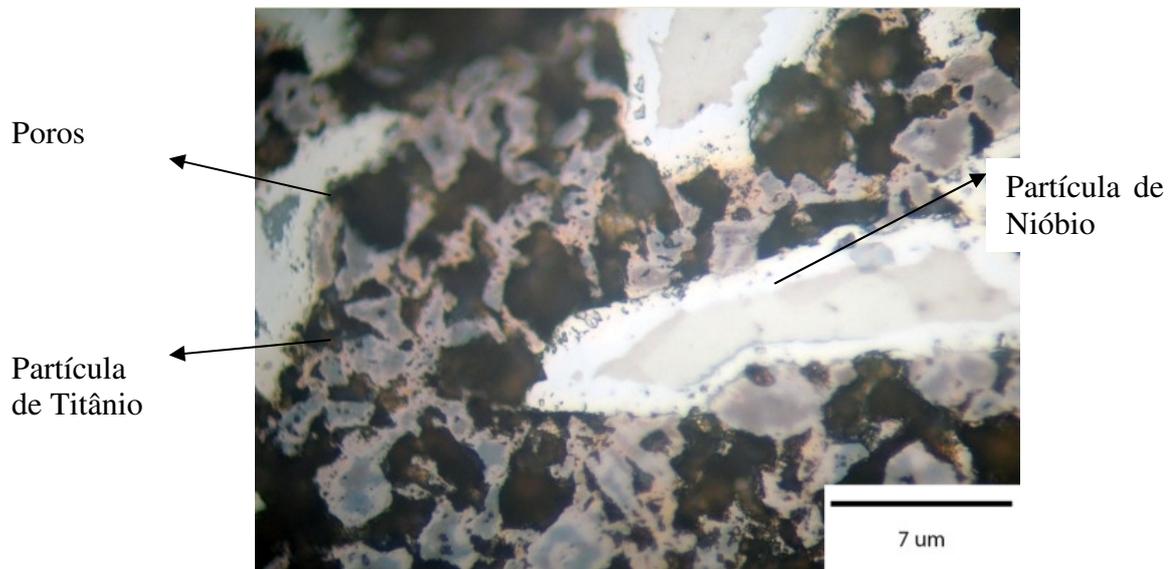


Figura 4.22: Amostra C com Ti30Nb aumentado 500x.

4.3.5 Determinação da densidade

O conceito de densidade representa o grau de compactação da matéria, indicando como uma determinada massa se distribui no espaço, sendo entendida como a distribuição volumétrica da massa. A medida da densidade é um aspecto importante a ser analisado, pois com a densificação consegue-se avaliar a efetividade da sinterização.

A densidade, também chamada de massa específica aparente, foi determinada por meio do método de Arquimedes, conforme Norma MPIF-95, que se baseia no empuxo exercido sobre a amostra durante sua imersão em um recipiente com água acoplado a uma balança. A massa seca é medida antes de qualquer outra etapa e essa foi mensurada em uma balança de precisão. A massa saturada é obtida após fervura das amostras em água durante 20 minutos e para isso as amostras devem ser isentas de qualquer gotícula. A massa imersa é a massa medida após a amostra estar saturada, descontando-se o empuxo. Por intermédio da determinação do volume da peça sinterizada determinou-se a densidade e a contração volumétrica. Os diâmetros das amostras sinterizadas foram mensurados com um micrômetro

marca Mitutoyo de 0 – 25 mm, juntamente com a altura e determinou-se a contração linear aproximada das peças. A densidade teórica foi calculada através da equação (BORGES, 2006).

4.3.6 Análise química do Titânio e Nióbio

Os teores apresentados foram determinados por análise semiquantitativa sem padrões (standerless) com análise de elementos químicos CE flúor a urânio, em espectrômetro de fluorescência de raios X Axios Advanced, marca PANalytical. Perda ao fogo (PF) efetuada a 1050°C por 1 hora. A análise semiquantitativa, valores expressos em % de elementos, normalizados a 100% esta representada na tabela 4.6 (TECNOLOGICA, 2010).

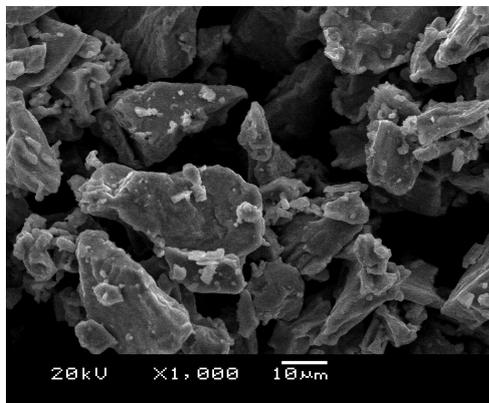
Tabela 4.6: Resultado da análise química.

Amostra	Nióbio	Titânio
Mg	nd	0,01
Al	0,60	0,03
Si	1,36	0,01
P	nd	<<
S	nd	<<
Cl	nd	0,04
K	0,19	nd
Ca	0,05	nd
Ti	0,08	99,9
Cr	0,07	nd
Mn	nd	nd
Fe	0,97	0,03
Ni	0,04	0,01
Cu	nd	nd
Zn	nd	nd
Ga	nd	nd
Zr	nd	nd
Nb	96,4	nd
Ta	0,20	nd
Pb	nd	nd

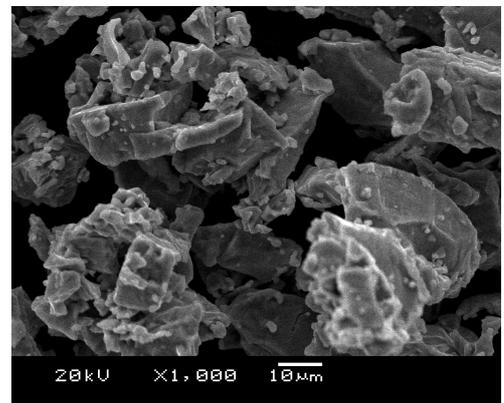
5 RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES

Nessa etapa do estudo, e com base nos objetivos propostos são apresentados os seguintes resultados: micrografia dos pós misturados, densidade à verde, densidade do sinterizado, contração volumétrica, microdureza e microestrutura das ligas estudadas para o ciclo de sinterização. Foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura para apresentar as micrografias dos pós utilizados neste trabalho e foi utilizada a metalografia convencional para analisar a microestrutura das amostras sinterizadas.

No MEV a figura 5.1 apresenta as partículas de pó de Ti e Nb na proporção de 70 – 30 e ampliação de 1000x com tamanho de 1 a 5 μm , a Figura 5.2 exibe as partículas de pó de Ti e Nb na proporção de 65 – 35, ampliação de 1000x apresentando tamanho médio de 5 μm . A figura 5.3 apresenta a mistura de Ti e Nb na proporção de 60 – 40, ampliação de 1000x e tamanho de 1 a 5 μm .



5.1: Partículas da mistura Ti-30Nb (1000x).



5.2: Partículas da mistura Ti-35Nb (1000x).

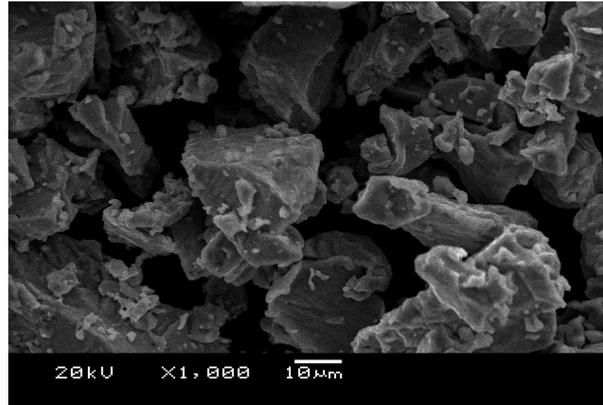


Figura 5.3: Partículas da mistura Ti-40Nb (1000x).

Na tabela 5.1, são mostrados os valores obtidos de densidade à verde para uma pressão de compactação de 400 MPa. Nessa etapa atingimos peças com densidade à verde utilizada no processo de fabricação industrial.

Tabela 5.1: Valores de densidade à verde para as composições estudadas.

Amostra	Volume da peça à verde (cm ³)	Massa (g)	Densidade à verde (g/cm ³)
Ti-40%Nb	1,54	7,22	4,68
Ti-35%Nb	1,55	6,98	4,50
Ti-30%Nb	1,59	6,72	4,22

Após a sinterização, mediram-se as densidades das amostras, utilizando-se o princípio de Arquimedes, conforme a norma MPIF-95. A figura 5.4 mostra uma das amostras de Ti-35Nb somente compactada (A) (peça à verde) e a outra (B), uma peça sinterizada à 1450°C.

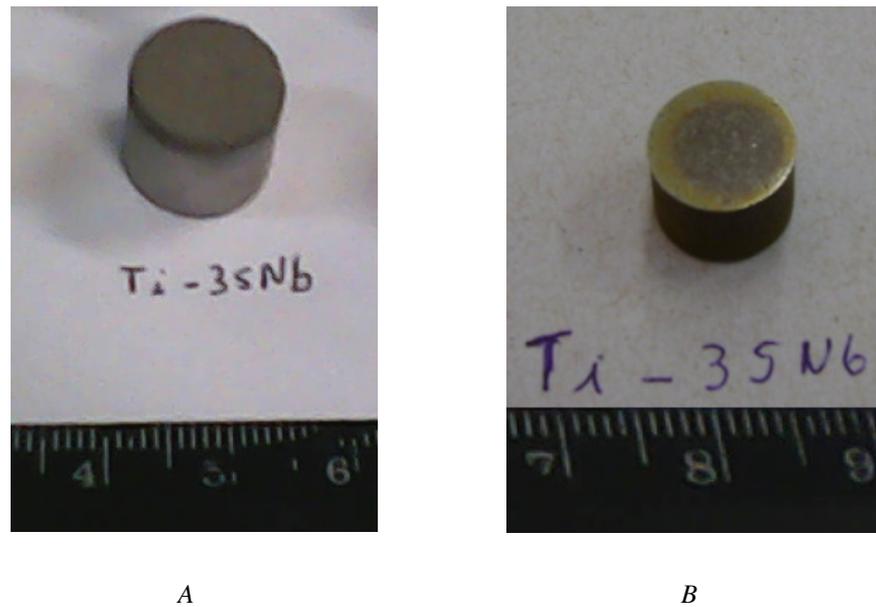


Figura 5.4: (A) amostra à verde - (B) amostra de Ti-Nb sinterizada à 1450 °C.

A tabela 5.2 apresenta os resultados de microdureza, em função da temperatura de sinterização 1450°C, para as ligas de Ti e Nb, a densidade do sinterizados com a contração volumétrica indicando necessidade de aprofundamento no estudo da temperatura de sinterização das seguintes composições. A contração volumétrica pode indicar que a temperatura de sinterização ou o tempo utilizado foi abaixo do necessário para contração satisfatória conforme indica a literatura, faixa de 700°C a 1500°C. Esta informação propõe um estudo mais detalhado em relação a temperatura e tempo efetivo de sinterização.

Tabela 5.2: Densidade, Contração Volumétrica e Microdureza das amostras sinterizadas.

Composição	Densidade do Sinterizado (g/cm ³)	Contração Volumétrica (%)	Microdureza (HV 500g)
Ti-40%Nb	5,11	9,18	454,75
Ti-35%Nb	4,95	10,0	292,80
Ti-30%Nb	4,35	3,08	349,97

6 CONCLUSÃO

Os resultados mostram que as amostras sinterizadas pelo processo da metalurgia do pó levou à obtenção de peças de alta porosidade (de acordo com a densidade teórica). A microestrutura predominante encontrada em amostras sinterizadas a 1450 °C consiste em partículas de titânio e nióbio bastante irregulares e com tamanhos desproporcionais, devido a diferença de tamanho de partículas dos pós. Em função deste tamanho de partícula foram encontrados muitos poros e de tamanhos irregulares, isto também pode estar ligado a pressão de compactação 400Mpa para os ensaios.

De acordo com a contração volumétrica pode-se indicar a necessidade de aprofundamento no estudo da temperatura de sinterização das amostras, que pode variar entre 700 a 1500 °C.

Analizando as amostras no ensaio metalográfico foi possível verificar a formação da liga para as amostras de Ti40Nb, Ti35Nb e Ti30Nb, porém nota-se uma melhor performance na liga Ti35Nb, onde a formação da liga foi avançada aumentando a contração volumétrica e reduzindo consideravelmente a formação de poros.

No ensaio de compressão, conforme tabela 4.4, os resultados foram para a liga Ti40Nb, Ti35Nb e Ti30Nb considerados baixos, se comparados a resistência do osso, em função da porosidade alta, mas para liga Ti35Nb os resultados foram melhores para tensão de escoamento e módulo de Young, também foi a menor deformação em percentual encontrada.

De acordo com o ensaio de compressão ficou caracterizado que o material ensaiado tem um comportamento frágil e a ruptura ocorreu por cisalhamento e escorregamento ao longo de um plano inclinado de aproximadamente 45°.

Para o ensaio de dureza foram obtidos resultados na faixa de 454 Hv para a liga Ti40Nb, 292,8 Hv para Ti35Nb e 350 Hv para Ti30Nb. A dureza encontrada não foi considerada ideal, devido a alta porosidade.

De acordo com o resultado da análise química da tabela 4.6 verificou-se que para melhorar as propriedades do material na área biomédica, principalmente a biocompatibilidade é necessário aumentar a pureza do Nióbio e diminuir as impurezas indesejáveis, isso possibilita obter resultados mais precisos e próximo do desejado.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Baseado no experimento são propostas algumas alternativas de estudos para trabalhos futuros, gerando características e aplicações para a liga TiNb.

Fazer uma melhor moagem do pó de Nb, melhorando desta forma a mistura e otimizando a compactação, realizando novos estudos e obtendo melhores resultados.

Mudar a proporção da mistura e realizar novos testes para ampliar o conhecimento e a aplicação desta liga, que é promissora.

Variar a pressão de compactação das amostras, para estudar melhor os efeitos e resultados da contração volumétrica e propriedades mecânicas da liga.

Realizar o processo de sinterização utilizando temperaturas diferentes e atmosferas também diferentes, podendo obter resultados interessantes.

Fabricar e implantar amostras em animais para testes de biocompatibilidade da liga TiNb, trilhando o caminho para possíveis implantes futuros em seres Humanos.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALLIBERT, C. H. **Sintering Features of Cemented Carbides WC-Co Processed From Fine Powders.** International Journal of Refractory Metals & Hard Materials , p. 53-61. 2001.

AL-QURESHI, H. A., GALIOTTO, A., & KLEIN, A. N. **On the mechanics of cold die compaction for powder metallurgy.** Journal of Materials Processing Technology , 135 - 143. 2005.

ANDRADE JUNIOR, A. C., MACHADO, W. A., & FISCHER, R. G. **Digital quantification of alumina on rough titanium surfaces varying the detection size of the objects.** Periodontia , p. 100 - 104. 2007.

ASM, I. **Matals Handbook** - Volume 7 Powder Metal Tecnology and Applications. Materials Park. 1990.

AZIMZADEH, S., & RACK, H. J. **Phase Transformations in Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al.** Metallurgical and Materials Transactions A , p. 12. 1997.

BAPTISTA, C. A., S.G. SCHNEIDER, S. G., TADDEI, E. B., & SILVA, H. M. **Fatigue behavior of arc melted Ti-13Nb-13Zr alloy.** International Journal of Fatigue , 7. 2004.

BRITO, F. I., MEDEIROS, K. F., & LOURENÇO, J. M. **Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó.** Holos , p. 3, 204 a 211. 2007.

CASAGRANDE, J., DALEFFE, A., GRUBER, V., CASTELAN, J., BROGNI, A., & SCHAEFFER, L. **Estudo das Propriedades Mecânicas de uma Liga Ti-Nb Sinterizada para Aplicação na Área Biomédica.** 30° SENAFOR, 7° Encontro da Metalurgia do Pó, 1° Conferência Internacional de Metalurgia do Pó. p. 303 - 321. De 20 a 22 de Outubro de 2010.

CHIAVERINI, V. **Metalurgia do pó.** São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais. 2001.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica - Materiais de Construção Mecânica.** São Paulo: Makron Books. 1986.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica - Processos de Fabricação e Tratamento.** São Paulo: Makron Books. 1986.

CREMONEZI A., KLEIN A. N., LOBRETO A., ETAL. **A Metalurgia do Pó alternativa econômica com menor impacto ambiental.** São Paulo: Metallum Eventos Técnicos. 2009.

DELFORGE, D. Y., FERREIRA, I., SILVA, C. G., PARIS, E. A., MARCELO, A. L., & NOVAES, R. H. **Sinterização de uma mistura de cavaco de aço inoxidável com pó do mesmo material. Uma nova tecnologia para a reciclagem de metais.** *REM: R. Esc. Minas, Ouro Preto*, 6. 2007.

ESPINOZA, F. R., RODRIGUES, W. C., PFINGSTAG, M. E., SOUZA, A. R., & SCHAEFFER, L. **Obtenção de peças sinterizadas de titânio aplicadas na área médica.** *Estudos Tecnológicos*, p. 8. 2010.

GARCIA, A., SPIM, J. A., & SANTOS, C. A. **Ensaio dos Materiais.** Rio de Janeiro: LTC. 2000.

GEETHA, M., SINGH, A. K., MURALEEDHARAN, K., GOGIA, A. K., & ASOKAMANI, R. **Effect of thermomechanical processing on microstructure of a Ti–13Nb–13Zr alloy.** *Journal of Alloys and Compounds*, p. 264–271. 2001.

GERMAN, R. **Powder Metallurgy Science.** Metal Powder Industries Federation:Princeton. 1994.

GERMAN, R. M. & BOSE, A. **Injection molding of metals and ceramics.** Metal Powder Industries Federation. 1997.

Grupo setorial da metalurgia do pó. Acesso em 18 de agosto de 2011, disponível em Metalurgia do pó: www.metalurgiadopo.com.br. 2009.

KARAGEORGIU, V., & KAPLAN, D. **Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis.** *Biomaterials*, p. 5474-5491. 2005.

KNEWITZ, F. L. **Estudo comparativo de amostras de NiTi produzidas por metalurgia do pó.** Porto Alegre: UFRGS. 2009.

LIU, X., CHU, P. K., & DING, C. **Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications.** *Materials Science and Engineering*, 73. 2005.

LONG, M., & RACK, H. J. **Titanium alloys in total joint replacement—a materials science perspective.** *Biomaterials*, p. 19. 1998.

LOPES, É. S. **Correlação entre transformações de fases e comportamento mecânico de ligas Ti-Nb-Sn e sua aplicação na concepção de implantes ortopédicos com propriedades otimizadas.** Campinas: Universidade Estadual De Campinas - Faculdade De Engenharia Mecânica. 2008.

LUZ, A. H., MUFARREJ, M. P., & SILVA, W. C. **Minério de nióbio.** Discertação de mestrado, Belém. 2010.

MAZALI, I., O. **Determinação da Densidade de Sólidos Pelo Princípio de Arquimedes.** Disponível em:

http://lqes.iqm.unicamp.br/images/vivencia_lqes_meprotec_densidade_arquimedes.pdf.

Acessado dia 17-10-11 as 14:12.

MALISKA, A. M., SILVA, D. L., **Microscopia Eletrônica para Caracterização de Materiais.** Disponível em: http://www.materiais.ufsc.br/lcm/web-PGMat/MEV_Apresentacao.pdf . Acessado em 17-10-11 as 15:33.

MORO, N., & AURAS, A. P. **Processos de Fabricação - metalurgia do pó e o futuro da indústria.** Florianópolis: Centro Federal de Educação Tecnológica de Santa Catarina. 2007.

MÜLLER, F., BOTTINO, M. C., MÜLLER, L., HENRIQUES, V. A., LOHBAUER, U., BRESSIANI, A. H., et al. **In vitro apatite formation on chemically treated (P/M)Ti-13Nb-13Zr.** dental materials p. 24 , 50-56. 2008.

OKAZAKI, Y. **A New Ti-15Zr-4Nb-4Ta alloy for medical applications.** Current Opinion in Solid State and Materials Science, 9. 2001.

PEREIRA, M. **Fundamentos da Metalurgia do Pó .** Rio de Janeiro: DEMa-PUC. 2010.

RODRIGUES, W. C., ESPINOZA, F. R., DIAS, M. M., ESPINOZA, M. M., & SCHAEFFER, L. **Obtaining of micro-pieces from nanocrystalline metal powders applied in medical field.** Anais do 64º Congresso da ABM, p. 12. 2009.

ROSA, A. L., & BELOTI, M. M. **Effct of cpTi surface roughness on human bone marrow cell attachment, proliferation and differentiation.** Braz dent, p. 16 - 21. 2003.

SANTOS, D. R., PEREIRA, M. S., CAIRO, C. A., GRACIA, M. L., & HENRIQUES, V. A. **Isochronal sintering of the blended elemental Ti-35Nb alloy.** Materials Science and Engineering A p. 472, 193-197. 2008.

SAVI, J. R. **Efeito da Adição de Nb, Mo, Cr e Ti na Microestrutura do Metal Duro WC-6Co.** Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul. 2011.

SCALET, C. L., ALMEIDA, J. R., BERLOTO, P. S., & ROBERTO, R. **Métodos de Medição**. São Paulo: Instituto Federal Educação Ciências e Tecnologia. 2010.
SCHAEFFER, L. **Conformação Mecânica**. Porto Alegre: Imprensa Livre. 2004.

SCHAERER, M. M. **Análise numérica do comportamento de densificação de pós metálicos resultante do processo de compactação uniaxial**. Tese de doutorado, Rio de Janeiro. 2006.

SEEBER, A. **Estudo da sinterização de titânio puro em descarga elétrica luminescente em regime anormal**. Florianópolis: Tese de Doutorado (Centro Tecnológico. Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina. 2008.

SILVA, A. G., & JÚNIOR, C. A. **Rapid sintering: its application, analysis and relation with the innovative sintering techniques**. Cerâmica, p. 17. 1998.

SILVA, H. M., SCHNEIDER, S. G., & DE MOURA NETO, C. **Estudo das propriedades mecânicas das ligas Ti-8Nb-13Zr e Ti-18Nb-13Zr para aplicação como biomaterial**. Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, p. 5-7. 2003.

SILVA, J. R. **Estudo da Síntese e Sinterização de Pós Compósitos do Sistema Ta-Cu**. Natal: Discertação de Mestrado do programa de pós graduação em Ciências e Engenharia de Materiais. Unifersidade federal do Rio Grande do Norte. 2008.

SOUZA, A. R., ESPINOZA, F. R., RODRIGUES, W. C., PFINGSTAG, M. E., & SCHAEFFER, L. **Obtenção de Micropeças Sinterizadas Aplicadas na Área Médica**. 30º SENAFOR - 7º Encontro de Metalurgia do Pó - 1ª Conferência Internacional de Metalurgia do Pó, p. 458. De 20 a 22 de outubro de 2010.

SOUZA, S. A. **Ensaio Mecânicos dos Materiais Metálicos - fundamentos teóricos e práticos**. São Paulo: Edgard Blücher. 2000.

TAYLOR, L. **Metals Handbook: Properties and Selection of Metals**. Ohio: ASM. TECNOLÓGICA, L. D. (2010). *RESULTADOS DA ANÁLISE QUÍMICA*. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. 1961.

THÜMMLER, F., & OBERACKER, R. **An Intruduction to Powder Metallurgy**. Oxford Science Publications, p. 346. 1993.

WANG, B. L., ZHENG, Y. F., & ZHAO, L. C. **Effects of Sn content on the microstructure, phase constitution and shape memory effect of Ti-Nb-Sn alloys**. Materials Science and Engineering A, p. 5. 2008.

LIN Jian-guo, ZHANG Yun-fei, MA Mo. **Preparation of porous Ti35Nb alloy and its mechanical properties under monotonic and cyclic loading.** Trans. Nonferrous Met. Soc. China p. 390-394. 2010

C.E. Wen, M. Mabuchi, Y. Yamada, K. Shimojima, Y. Chino and T. Asahina. Scripta Mater. 45 (2001), p. 1147. **Article View Record in Scopus Cited By in Scopus** p. (122).

H. S. de Oliveira, M. Ballester, C. M. A Freire, G. T. Aleixo, R. Caram **Efeito do teor de nióbio e da velocidade de resfriamento sobre a microestrutura e resistência à corrosão de liga de Ti-Nb.** Departamento de Engenharia de Materiais, Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP, CEP 13083-970, C.P. 6122, Campinas, S.P, Brasil. 2006.