

CONSOLIDAÇÃO DE PÓS DE TITÂNIO EM BAIXA TEMPERATURA POR LAMINAÇÃO¹

Cássio Barbosa²
Juan Garcia de Blas³
Luiz Carlos Pereira³
Marize Varella de Oliveira²
Ibrahim de Cerqueira Abud²
Roseli Marins Balestra²
Alexandre Antunes Ribeiro²
Sheyla Santana de Carvalho²
Tatiana Silva Barros²
Laércio Rosignoli Guzela³

Resumo

O titânio processado por metalurgia do pó tem sido cada vez mais utilizado na fabricação de implantes, pois este processo apresenta vantagens no que concerne à obtenção de formas mais complexas e eliminação da operação de usinagem. Neste trabalho foi realizado um estudo sobre a consolidação, em baixas temperaturas, por laminação de pós de titânio compactados. A componente cisalhante da deformação característica da laminação permite a consolidação das partículas pela junção de novas superfícies. Desta maneira, é reduzida a importância do fenômeno de difusão e a consolidação pode ser alcançada em temperaturas mais baixas do que as empregadas no processo convencional. Com esta finalidade, após o processamento do material foram empregadas técnicas de microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise automática de imagens e ensaios de dureza. Os resultados obtidos neste estudo permitiram a avaliação da compactabilidade do pó de titânio, caracterização da porosidade do titânio compactado e laminado. Foi verificado que, após laminação a porosidade residual é baixa para qualquer temperatura de laminação. A dureza aumenta de 200°C para 300°C.

Palavras-chave: Titânio comercialmente puro; Laminação; Microestrutura; Dureza; Implantes.

STUDY ON THE USE OF ROLLING FOR TITANIUM POWDER CONSOLIDATION

Abstract

Titanium is the most adequate metallic material for orthopedic or dental implants fabrication, due to a very favorable combination of properties, when compared with other metals, such as good corrosion resistance, , and good mechanical properties, relatively low density, elasticity module close to the one of the bones, biocompatibility, which assures good adhesion/integration to bones. Powder metallurgy has been increasingly used for titanium based implants fabrication due to advantages such as the production of more complex shapes and reduction of machining operation. In this work the consolidation of compacted titanium powders by rolling is studied. Characterization was performed by means of optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), automatic image analysis and hardness tests. The results obtained in this study allowed the titanium powder compaction evaluation, the characterization of titanium powder compacted and then rolled, as well as verifying that after rolling residual porosity is low for any rolling temperature. Hardness increases from 200 to 300°C.

Keywords: Commercially pure titanium; Rolling; Microstructure; Hardness; Implants.

¹ Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.

² Instituto Nacional de Tecnologia. Rio de Janeiro, RJ, Brasil. cassio.barbosa@int.gov.br

³ PEMM/COPPE e DMM/Escola Politécnica, UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

O aumento da longevidade da população brasileira e mundial nas últimas décadas tem proporcionado um incremento significativo na frequência de cirurgias, embora outros fatores, como uma maior exposição dos indivíduos a riscos de trauma, por exemplo, também contribuam para essa tendência.⁽¹⁾ Diversos trabalhos já foram realizados, abordando implantes cirúrgicos, descrevendo suas características tais como: biocompatibilidade, resistência mecânica (estática e dinâmica), resistência à degradação (corrosão e desgaste) e bioadesão (ao osso).^(2,3) Em geral os requisitos de composição química, microestrutura e propriedades mecânicas de implantes cirúrgicos metálicos estão estabelecidas em normas editadas por instituições de âmbito internacional como a ISO (International Organization for Standardization) e a ASTM (American Society for Testing and Materials).⁽⁴⁻⁹⁾

O titânio puro apresenta, entre suas características físicas, temperatura de fusão de 1820 °C, baixa densidade (4,5 g/cm³), boa resistência mecânica, que pode ser ainda aumentada pela adição de elementos de liga e pelo uso de tratamentos térmicos ou termomecânicos, e excelente resistência à corrosão, conferida pela formação de uma camada de óxido TiO₂, aderente e protetora. Como desvantagem, que dificulta a utilização deste metal e de suas ligas, é o seu elevado custo de extração e fabricação. As principais aplicações do titânio e suas ligas na indústria estão concentradas em componentes para a indústria aeronáutica, implantes cirúrgicos dentários e ortopédicos e em tubos do tipo catenárias (*risers*) e outros componentes para indústria de petróleo. A elevada ductilidade do titânio se deve à facilidade de formar maclas em vários planos cristalográficos, mas ao contrário de outros metais com estrutura cristalina tipo HCP, o titânio também apresenta deslizamento de discordâncias em outros planos diferentes do plano basal, devido à baixa razão *c/a* (parâmetros do reticulado HCP). Impurezas, como o nitrogênio e o oxigênio, restringem a formação de maclas e o deslizamento de discordâncias de modo ainda não esclarecido, reduzindo assim a ductilidade.^(10,11)

Mais recentemente tem crescido o uso de titânio e suas ligas para a fabricação de implantes cirúrgicos ortopédicos e dentários devido às propriedades mencionadas. Entretanto, uma desvantagem do titânio comercialmente puro é a sua baixa resistência ao desgaste, gerando fragmentos que provocam reações adversas no organismo humano, a exemplo da metalose.^(12,13) Ligas de titânio apresentam melhores propriedades mecânicas do que o titânio comercialmente puro, mas são materiais, que envolvem tecnologias de fabricação mais complexas. Uma possibilidade de melhorar a resistência mecânica do titânio comercialmente puro seria o aumento da resistência mecânica através da realização de deformação plástica por meio de processos de conformação mecânica após o processamento do pó metálico.

Neste trabalho o objetivo é analisar a consolidação por laminação em baixa temperatura de pós de titânio compactados, inferior à temperatura de recristalização, e avaliar o aumento de resistência mecânica proporcionado pela laminação. Com essa finalidade foram realizados estudos quanto à compactabilidade do pó de titânio e posterior conformação por laminação. A caracterização microestrutural, utilizando a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) permitiu a avaliação qualitativa e quantitativa da porosidade do titânio após a laminação. Os ensaios de dureza revelaram que o valor dessa propriedade cresce com o aumento da temperatura de laminação (200°C para 300°C).

2 MATERIAIS E METODOLOGIA EXPERIMENTAL

A Tabela 1 mostra a composição química do pó de titânio comercialmente puro grau 2, conforme ASTM F67-89, com granulometria inferior a 149 µm.

Tabela 1 - Composição química: pó de titânio comercialmente puro grau 2

Elemento	Fe	O	C	N	H
% em massa	0.30	0.25	0.08	0.03%	0.015%

Os pós de titânio foram submetidos às operações padronizadas de metalurgia do pó: compactação uniaxial com pressão de 730 MPa, determinada experimentalmente após determinação da curva de compactabilidade do material, resultando um valor de densidade relativa de 79 %. A figura 1 mostra a curva de compactabilidade. A densidade dos compactados foi determinada pelo método geométrico, com a razão entre a densidade teórica e a densidade geométrica (razão entre a massa e o volume das amostras compactadas).⁽¹⁴⁾

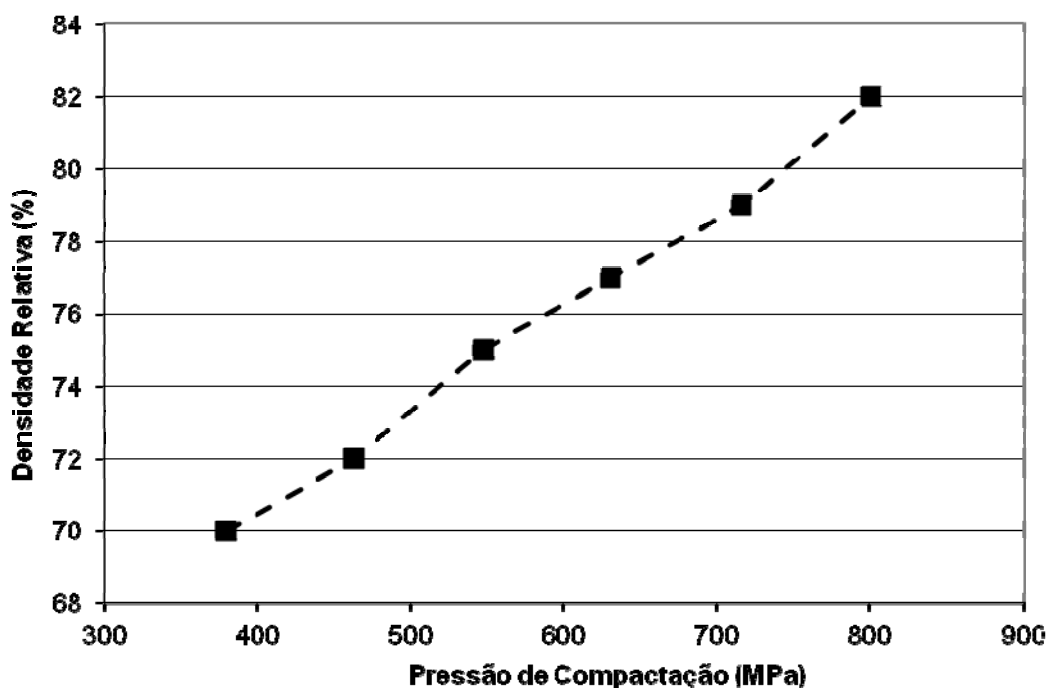


Figura 1 – Curva de compactabilidade do pó (-100 malhas) de titânio comercialmente puro grau 2.

Após a compactação, o material foi colocado em invólucro usinado a partir de barras cilíndricas do mesmo material (titânio comercialmente puro grau 2), inserido em chapa de alumínio, como ilustrado na Figura 2-a, e em seguida submetido a um passe de laminação com redução de espessura de 50 % em temperaturas variando entre 200 e 300 °C.

As amostras laminadas foram cortadas na seção contendo as direções normal e de laminação, como indicado na Figura 2-b. De uma das partes foram extraídas destinadas à caracterização de microestrutura e dureza, sendo, embutidas e polidas conforme procedimento padronizado^(15,16) e da parte restante foram retiradas as amostras para determinação da densidade relativa. Os ensaios de dureza Vickers foram realizados com carga de 49 N (5 kgf) segundo a norma ASTM E 407- 99.⁽¹⁷⁾

Posteriormente as amostras, laminadas após a compactação, foram observadas com e sem ataque metalográfico, em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) com filamento de tungstênio operando a 20 kV.

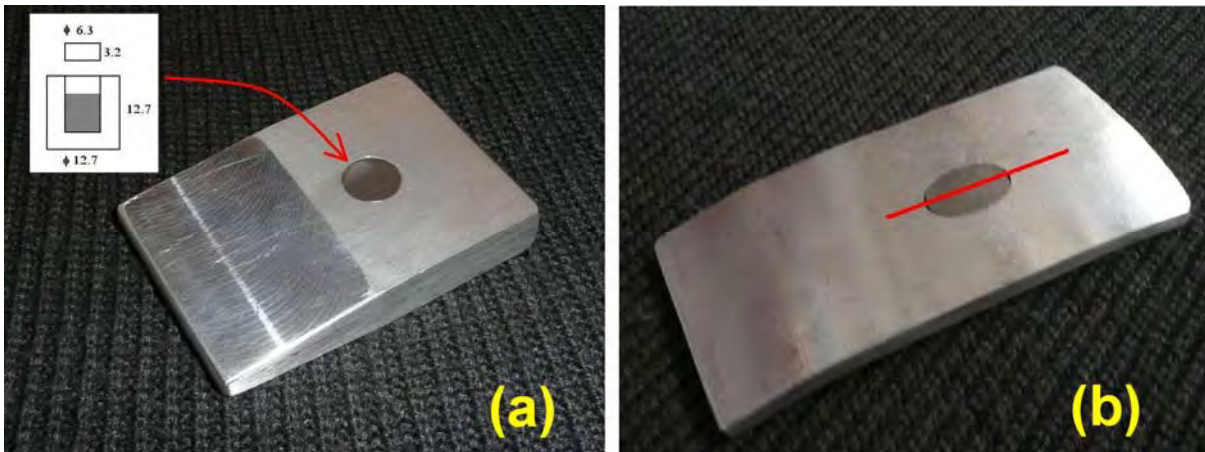


Figura 2 – Aspectos dos corpos de prova de laminação. (a) corpo de prova com inserção de invólucro contendo pastilha compactada; (b) corpo de prova após redução de 50% na espessura, com indicação do corte para extração de amostras.

3 RESULTADOS

As microestruturas reveladas por ataque de Kroll nas amostras compactadas e laminadas a 200, 250 e 300°C são mostradas nas Figuras 2, 3 e 4, respectivamente. O aspecto da superfície, sem ataque, observado por MEV na amostra processada a 300°C é apresentado na Figura 5.

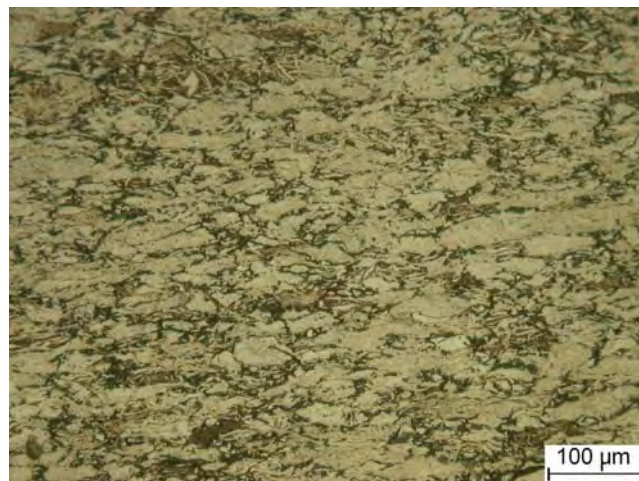


Figura 2 – Pó de titânio compactado a frio e consolidado por laminação a 200°C. Microscopia ótica, ataque de Kroll.

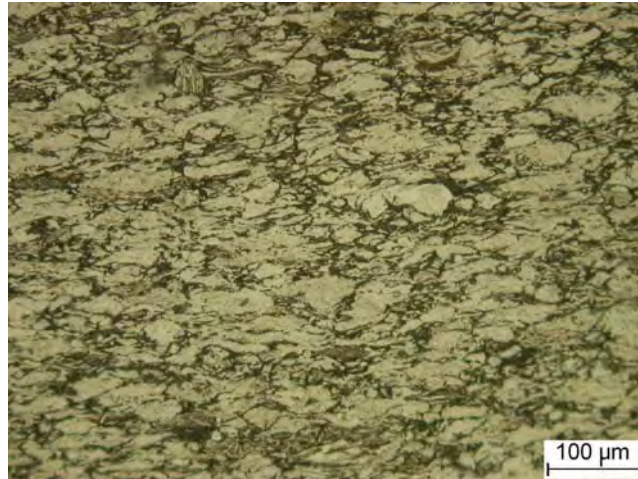


Figura 3 – Pó de titânio compactado a frio e consolidado por laminação a 250°C. Microscopia ótica, ataque de Kroll.

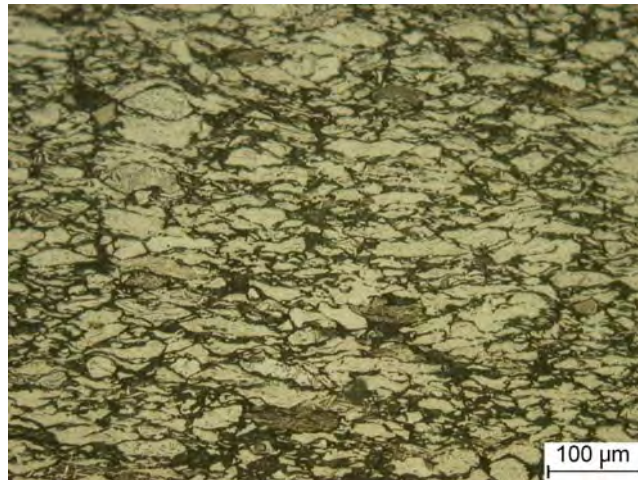


Figura 4 – Pó de titânio compactado a frio e consolidado por laminação a 300°C. Microscopia ótica, ataque de Kroll.

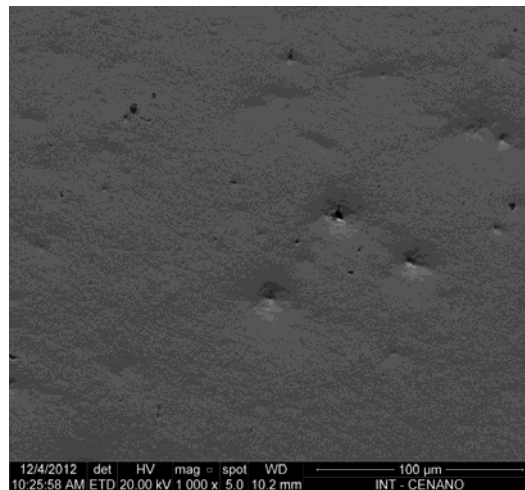


Figura 5– Pó de titânio compactado a frio e consolidado por laminação a 300°C MEV, sem ataque, elétrons secundários.

A Figura 6 mostra o gráfico da variação, em função da temperatura de laminação, das medidas de porosidade obtidas por metalografia quantitativa a partir de imagens de MEV (fração em área de poros) e pelo método geométrico

(Arquimedes). Os valores da dureza Vickers das amostras laminadas são apresentados na Figura 7.

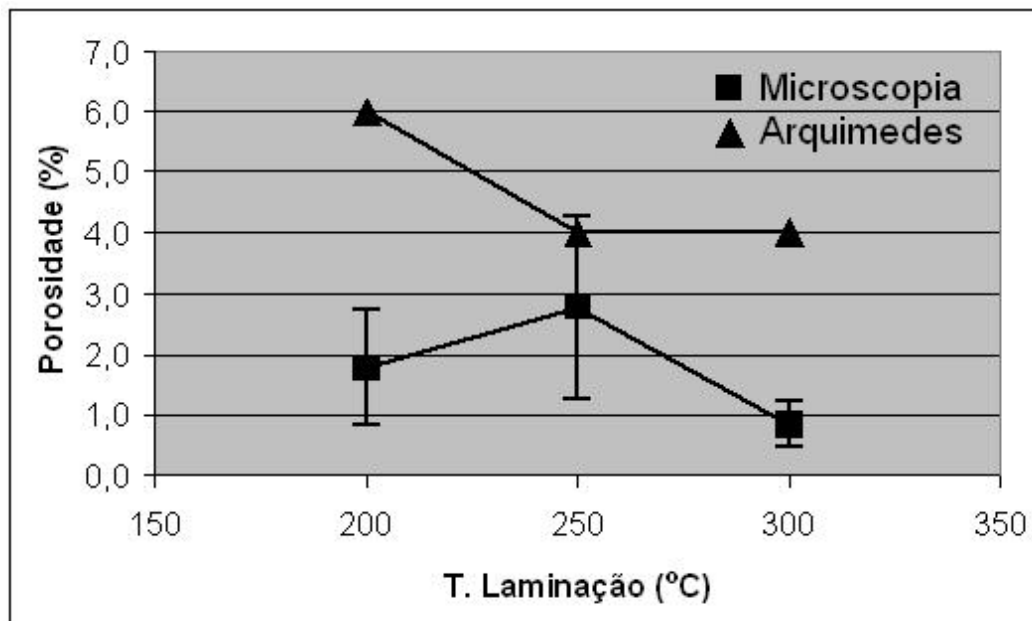


Figura 6 – Variação, com a temperatura de laminação, da porosidade medida por microscopia quantitativa e pelo método de Arquimedes. As barras indicam o valor do desvio padrão.

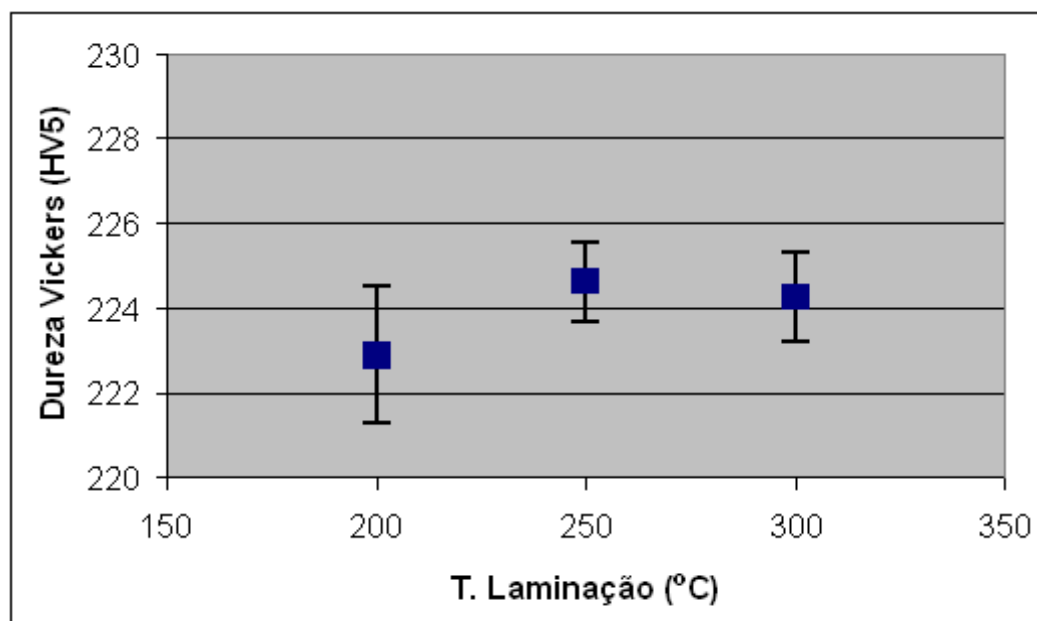


Figura 7 – Variação da dureza Vickers (HV5) com a temperatura de laminação. As barras indicam o valor do desvio padrão.

4 DISCUSSÃO

Já existem na literatura alguns estudos de refino de grão e consolidação de pós de titânio, de ligas de titânio e de outros materiais metálicos por extrusão angular em canal (EAC ou *equal channel angular pressing*: ECAP em inglês).⁽¹⁸⁻²¹⁾ Nesses artigos são mencionadas temperaturas de processamento do titânio

comercialmente puro variando entre 400 e 630 °C, com consolidação satisfatória e baixa porosidade dos materiais processados.

No caso do presente trabalho, em uma primeira aproximação, procura-se estudar a consolidação do pó de titânio comercialmente puro por laminação, processo que apresenta algumas características comuns com o processo ECAP, como a deformação plástica por cisalhamento, que favorece a consolidação do pó previamente compactado.⁽¹⁹⁻²¹⁾ Em função disso, em um estudo anterior considerou-se um intervalo de temperaturas um pouco maior: 300 a 700°C.⁽²²⁾ No trabalho atual procurou-se ampliar o intervalo de temperaturas de laminação, considerando temperaturas mais baixas, entre 200 e 300°C, para verificar a efetividade da consolidação do pó nessa faixa de temperaturas.

Durante o processo de conformação, quando as partículas são cisalhadas, rompe-se a camada de óxido superficial que recobre as partículas dos pós metálicos, e que poderia dificultar o contato entre as partículas e a consequente consolidação do pó compactado. Este rompimento é essencial para que a plena consolidação seja alcançada.⁽²⁰⁾ Por outro lado, quando as partículas metálicas são mais duras, ao invés deste rompimento, ocorre um fácil deslizamento entre as partículas, que dificulta a consolidação.⁽²⁰⁾

O processo de conformação mecânica por extrusão angular em canal aplica graus de deformação muito mais elevados do que a laminação convencional,^(23,24) mas ambos os processos apresentam como característica em comum a ocorrência de deformação por cisalhamento. Entretanto, no processamento de materiais metálicos, a temperatura é um fator importante, pois não pode ser elevada a ponto de favorecer o amolecimento do material, mediante processos de recuperação e recristalização dinâmica.^(25,26) Contudo, também não pode ser muito baixa, pois em materiais metálicos com número limitado de sistemas de deslizamento, como os de estrutura cristalina hexagonal compacta, como titânio e magnésio, a baixa temperatura de deformação pode levar ao surgimento de trincas.^(27,28)

Assim, após os estudos preliminares realizados em temperaturas entre 300 e 700°C,⁽²²⁾ este trabalho concentra-se na análise da laminação dos pós de titânio compactados em temperaturas ainda mais baixas, entre 200 e 300°C. Seus resultados poderão ser usados posteriormente para outros processos de conformação, indicando que em temperaturas baixas pode ser possível obter bons resultados com o processo ECAP.

Apesar da diferença apresentada pelos valores de porosidade obtidos pelos dois métodos empregados, e que será investigada no prosseguimento dos trabalhos, a laminação mostrou ser um método eficiente para a consolidação do pó, tendo em vista que a porosidade do material compactado era de 21 %.

Tomando-se os resultados obtidos pelas análises em microscopia, os níveis de porosidade observados podem ser considerados como porosidade residual, independentemente da temperatura de laminação: mesmo na temperatura mais baixa (200°C) a redução da porosidade foi bastante significativa. Entretanto, considerando todos os resultados obtidos, a temperatura de 300°C mostrou ser a mais adequada para o processamento, uma vez que permite obter baixa porosidade, porém com dureza mais elevada, comparável com aquela obtida no titânio grau 2 maciço processado por ECAP nesta temperatura.⁽²⁹⁾

5 CONCLUSÕES

Os resultados de MEV indicaram uma alta eficiência do processo de laminação na consolidação do pó de titânio compactado, com redução significativa dos níveis de porosidade, que podem ser considerados como porosidade residual.

Estes resultados indicam que, para a faixa de temperaturas estudadas, a porosidade não depende significativamente da temperatura de laminação, pois mesmo na temperatura mais baixa (200°C) a redução da porosidade foi bastante significativa, não muito diferente daquela obtida na temperatura mais alta (300°C).

Pode-se concluir que a temperatura 300°C se apresenta como mais adequada para este processamento, uma vez que permitiu obter baixa porosidade e valor de dureza satisfatoriamente alto.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Faperj e ao CNPq pelo apoio financeiro, a Rafael de Abreu Vinhosa e Mauro de Melo Rodrigues pela preparação de amostras para análise metalográfica, a João Carlos V. Silva pelas operações de laminação e Leonardo de Farias Linhares, Camila Dias Figueiredo, Fabio Henrique Silva e Agemar de Paula Filho pelas operações de compactação.

REFERÊNCIAS

- 1 AZEVEDO, C.R.F.; HIPPERT Jr., E.; “Análise de falhas de implantes cirúrgicos no Brasil: a necessidade de uma regulamentação adequada”, Cadernos de Saúde Pública, Rio de Janeiro, 18 (5), set-out, 2002, pp.1347 – 1358.
- 2 CAVALCANTI, E.; COELHO, S.; “Implantes Ortopédicos Temporários de Aços Inoxidáveis”, Revista Inox, ano V, nº 8, 1997, pp. 6 – 8.
- 3 BREME, J.; “Titanium and titanium alloys, biomaterials of preference”, Mèmoires et Études Scinetifiques Revue de Métallurgie, Outubro, 1989, pp. 625 – 637.
- 4 NBR ISO 5832 – 12 partes; “Implantes para cirurgia – Materiais metálicos”. Parte 2: Titânio comercialmente puro, 2001. Parte 3: Ligas de titânio, 1997.
- 5 NBR ISO 15374 – “Implantes para cirurgia – Requisitos para a produção de forjados”, 2000.
- 6 ASTM B 348-93 – “Standard Specification for Titanium Alloy Bars and Billets”, 1993.
- 7 ASTM F 67-89 – “Standard Specifications for Unalloyed Titanium for Surgical Implant Applications”, 1989.
- 8 ASTM F136-02 – “Standard Specification for Wrought Titanium-6 Aluminum – 4 Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy for Surgical Implant Applications (UNS R56401)”, 2002.
- 9 ETTC2 – “Microstructural Standards for Titanium Alloy Bars”.
- 10 BROOKS, C.R.; “Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys”; American Society for Metals (ASM), Metals Park, Ohio, USA, 1982, chapter 9, p.329-387.
- 11 DONACHIE Jr., M.J.; “Titanium A Technical Guide”; ASM International, Metals Park, Ohio, USA, 1988, 469 p.
- 12 KHAN, M.A.; WILLIAMS, R.I.; WILLIAMS, D.F.; “In-vitro corrosion and wear of titanium alloys in the biological environment”; Biomaterials, 17, 1996, (22), 2117-2126.
- 13 EVANS, E.J.; “Cell damage in vitro following direct contact with fine particles of titanium, titanium alloy and cobalt-chrome-molybdenum alloy”, Biomaterials, 15, 1994, (9), 713-717.
- 14 WK19864 Revision of B311 - 93(2002)e1 Test Method for Density Determination for Powder Metallurgy (P/MP/M Materials Containing Less Than Two Percent Porosity).

- 15 ISO 6507-1 Standard: "Metallic materials - Vickers hardness test - Part 1: Test method", 2005.
- 16 ASTM E 3 - 01 – "Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens".
- 17 ASTM E 407- 99 – "Standard Practice for Microetching Metals and Alloys".
- 18 XU, W.; WU, X.; SADEDIN, D.; XIA, K.; "Equal channel angular consolidation and deformation of titanium based alloys", Materials Forum, 32, 2008, 29-34.
- 19 YAPICI, G.G; KARAMAN, I.; LUO, Z.P.; RACK, H.; "Microstructure and mechanical properties of severely deformed powder processed Ti-6Al-4V using equal channel angular extrusion", Scripta Materialia, 49, 2003, 1021-1027.
- 20 XIA, K. "Consolidation of particles by severe plastic deformation: mechanism and applications in processing bulk ultrafine and nanostructured alloys and composites", Advanced Engineering Materials 12, 2010, 724-729.
- 21 NAGASEKHAR, A.V.; TICK-HON, Y.; RAMAKANTH, K.S.; "Mechanics of single pass equal channel angular extrusion of powder in tubes", Applied Physics A, 85, 2006, 185-194.
- 22 BARBOSA, C.; GARCIA DE BLAS, J.; PEREIRA, L.C; OLIVEIRA, M.V; ABUD, I.C.; BALESTRA, R.M.; RIBEIRO, A.A.; BARROS, T.S.; "Estudo da Utilização da Laminação para Consolidação de Pós de Titânio", 67^o Congresso Anual da ABM (Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração), Rio de Janeiro, 31 de julho a 03 de agosto de 2012, artigo 20802, p. 52-58.
- 23 VALIEV, R.Z., LANGDON, T.G.; "Principles of equal channel angular pressing as a processing tool for grain refinement", Progress in Materials Science, v.51, 2006, 881-981.
- 24 VALIEV, R.Z., ISLAMGALIEV, R.K., ALEXANDROV, I.V. "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation"; Progress in Materials Science, v.45, 2000, 103-189.
- 25 CHEN, Y.J.; LI, Y.J.; WALMSLEY, J.C.; DUMOULIN, S.; SKARET, P.C.; ROVEN, H.J.; "Microstructure evolution of commercial pure titanium during equal channel angular pressing", Materials Science and Engineering A, volume 527, 2010, p.789-796.
- 26 RAAB, G.I.; SOSHNIKOVA, E.P.; VALIEV, R.Z.; "Influence of temperature and hydrostatic pressure during equal channel angular pressing on the microstructure of commercial purity Ti", Materials Science and Engineering A, volumes 387-389, 2004, p.674-677.
- 27 LAPOVOK, R.; TOMUS, D.; MUDDLE, B.C.; "Low temperature compaction of Ti-6Al-4V powder using equal channel angular extrusion with back pressure", Materials Science and Engineering A, volume 490, 2008, p.171-180.
- 28 ZHAO, X., YANG, X.; LIU, X.; WANG, X.; LANGDON, T.G.; "The processing of pure titanium through multiple passes of ECAP at room temperature", Materials Science and Engineering A, volume 527, 2010, p.6335-6339.
- 29 A de A MENDES FILHO ET AL; "The effect of equal channel angular pressing on the tensile properties and microstructure of two medical implant materials: ASTM F-138 austenitic steel and Grade 2 titanium", Journal of Physics: Conference Series, volume 240, 2010, 012130