

ESTUDO DA UTILIZAÇÃO DA LAMINAÇÃO PARA CONSOLIDAÇÃO DE PÓS DE TITÂNIO¹

Cássio Barbosa²
Juan Carlos Garcia de Blas³
Luiz Carlos Pereira³
Marize Varella de Oliveira²
Ibrahim de Cerqueira Abud²
Roseli Marins Balestra⁴
Alexandre Antunes Ribeiro⁴
Tatiana Silva Barros⁵

Resumo

O titânio é considerado o material metálico mais adequado para a fabricação de implantes cirúrgicos, ortopédicos e dentais, em virtude de uma combinação muito favorável de propriedades, como biocompatibilidade, que garante boa adesão aos ossos, boa resistência à corrosão, baixa densidade módulo de elasticidade mais próximo do osso, quando comparado com outros metais, e boas propriedades mecânicas. 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 é feito um estudo sobre a consolidação por laminação de pós de titânio compactados. Com esta finalidade, após as operações de metalurgia do pó e posterior laminação do material compactado em diferentes temperaturas foi utilizada a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados obtidos neste estudo permitiram a caracterização da porosidade do titânio em pó compactado e depois laminado para consolidação, verificando-se que, após laminação a porosidade residual é baixa para qualquer temperatura de laminação.

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

STUDY ON THE USE OF ROLLING FOR TITANIUM POWDER CONSOLIDATION

Abstract

Titanium is the most adequate metallic material for the fabrication of surgical implants, no matter orthopedic or dental, due to a very favorable combination of properties, such as biocompatibility, which assures good adhesion/integration to bones, good corrosion resistance, relatively low density, elasticity modules close to the one of the bones, when compared with other metals and good mechanical properties. 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 scanning electron microscopy (SEM). The results obtained in this study allowed the characterization of porosity of titanium powder compacted and then rolled for consolidation, which is low for any rolling temperature.

Key words: Failure analysis; Austenitic stainless steels; Martensitic stainless steels; Microstructure; Surgical instruments.

¹ Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Engenheiro metalúrgico, D.Sc., Tecnologista. Instituto Nacional de Tecnologia, Rio de Janeiro, RJ, cassio.barbosa@int.gov.br.

³ Engenheiro metalúrgico, Prof. associado. PEMM/ COPPE e DMM Escola Politécnica/ UFRJ, Centro de Tecnologia (CT), Rio de Janeiro, RJ.

⁴ Engenheiro Químico, D.Sc., Tecnologista. Instituto Nacional de Tecnologia, Rio de Janeiro, RJ.

⁵ Engenheira de Materiais, M.Sc., Tecnologista. Instituto Nacional de Tecnologia, Rio de Janeiro, RJ.

1 INTRODUÇÃO

O incremento da longevidade da população brasileira e mundial nas últimas décadas tem proporcionado um crescimento significativo de cirurgias de diversos tipos, embora outros fatores, como o avanço científico-tecnológico e a maior exposição dos indivíduos a riscos de trauma, por exemplo, também contribuam para essa tendência.⁽¹⁾ Diversos artigos já foram escritos sobre implantes cirúrgicos, tanto ortopédicos como dentais, abordando suas características tais como: biocompatibilidade, resistência mecânica (estática e dinâmica), resistência à degradação (corrosão e desgaste), bioadesão (ao osso), facilidade de fabricação por diferentes processos termomecânicos e disponibilidade/baixo custo.^(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 1.820°C, baixa densidade (4,5 g/cm³), boa resistência mecânica, que pode ser ainda aumentada pela adição de elementos de liga e pela execução de tratamentos térmicos ou termomecânicos e excelente resistência à corrosão, conferida pela formação de uma camada de óxido do tipo TiO₂, aderente e protetora. A principal desvantagem, que dificulta a utilização industrial 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 atualmente estão concentradas em componentes para a indústria aeronáutica, implantes cirúrgicos dentais e ortopédicos e eventualmente em tubos do tipo catenárias (*risers*) para extração 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.^(10,11)

Mais recentemente tem aumentado o uso de titânio e suas ligas para a fabricação de implantes cirúrgicos ortopédicos e dentais 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 bem mais heterogêneos. Uma possibilidade de melhorar a resistência mecânica do titânio comercialmente puro seria o aumento da resistência mecânica através da realização de deformação plástica (encruamento) por meio de processos de conformação mecânica após o processamento do pó metálico.

Neste estudo o objetivo é estudar consolidação por laminação de pós de titânio compactados e posteriormente avaliar o ganho de resistência mecânica proporcionado pela laminação. Com essa finalidade foi realizado um estudo de caracterização microestrutural, utilizando a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados obtidos neste estudo permitiram a caracterização qualitativa da porosidade do titânio em pó compactado e consolidado por laminação.

2 MATERIAIS E METODOLOGIA EXPERIMENTAL

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

Tabela 1. Composição química: pós 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: classificação por peneiramento e compactação uniaxial com pressão de 730 MPa, determinada experimentalmente após testes de compactação prévios. A Figura 1 mostra a relação entre densidade após compactação do pó de titânio a diversas pressões e a curva de compactabilidade. A densidade dos compactados foi determinada pelo método geométrico, com a razão entre a massa e o volume das amostras compactadas.

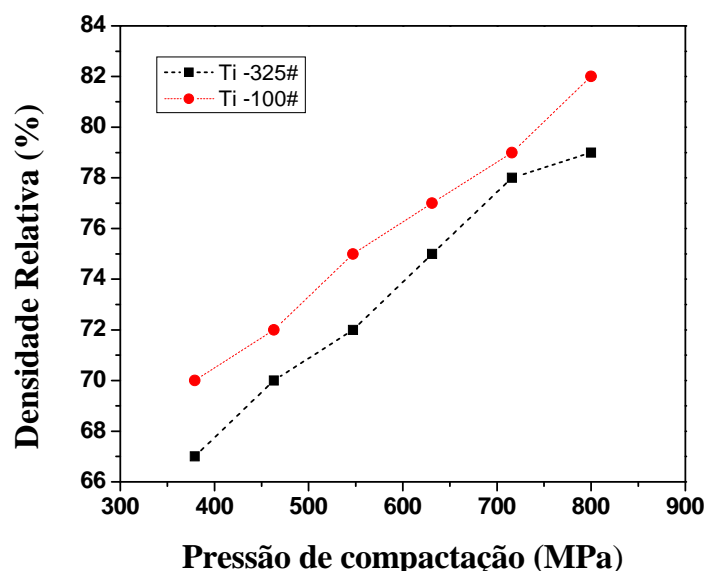


Figura 1. Curva de compactabilidade dos pós (-100 e -325 malhas) de titânio comercialmente puro grau 2.

Após a compactação, o material foi colocado em invólucros usinados a partir de barras cilíndricas do mesmo material (titânio comercialmente puro grau 2) e submetido a operações de laminação com temperaturas variando entre 300°C e 700°C. As amostras de cada temperatura foram cortadas, embutidas e polidas conforme procedimento padronizado.^(14,15)

As amostras foram observadas sem ataque metalográfico, em diferentes condições: em pó, compactada e laminada, em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) com filamento de tungstênio operando a 20 kV.

3 RESULTADOS

A Figura 2 apresenta o aspecto geral do pó (100#) de titânio conforme recebido e observado em microscópio eletrônico de varredura (MEV). A Figura 2 mostra o

aspecto do material compactado com pressão de 730 MPa a partir do pó de titânio em microscópio eletrônico de varredura (MEV).

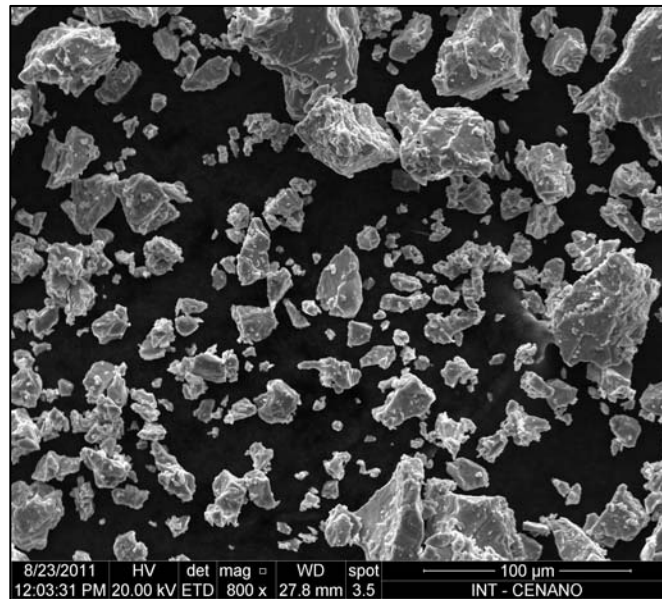


Figura 2. Pós de titânio comercialmente puro grau 2 (esquerda).

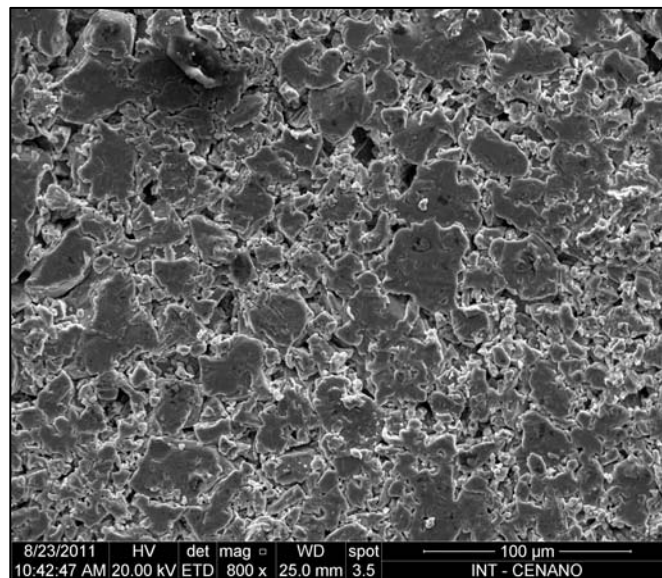


Figura 3. Aspecto geral dos compactados de pó de titânio com pressão de compactação de 730 MPa.

Após a compactação, as amostras foram submetidas à laminação, um processo que envolve cisalhamento como modo de deformação, e que pode promover a consolidação do pó compactado. Assim, amostras foram laminadas em diferentes temperaturas: 300°C, 400°C, 500°C, 600°C e 700°C. Nas Figuras 4 e 5 são mostradas as amostras somente polidas, para observação da porosidade residual.

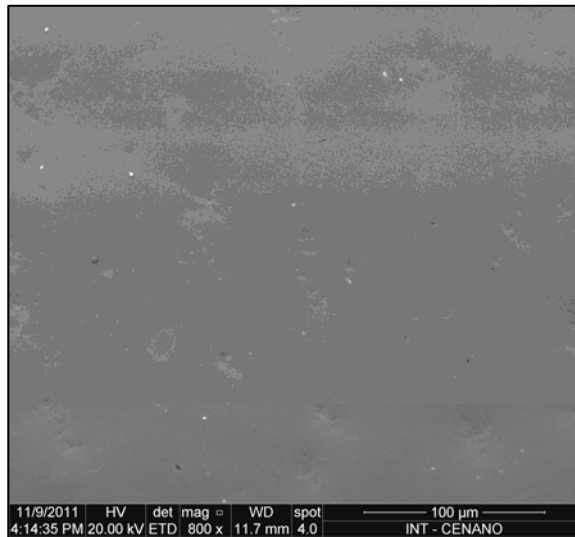


Figura 4. Amostra de pó de titânio compactado e laminado a 300°C (esquerda).

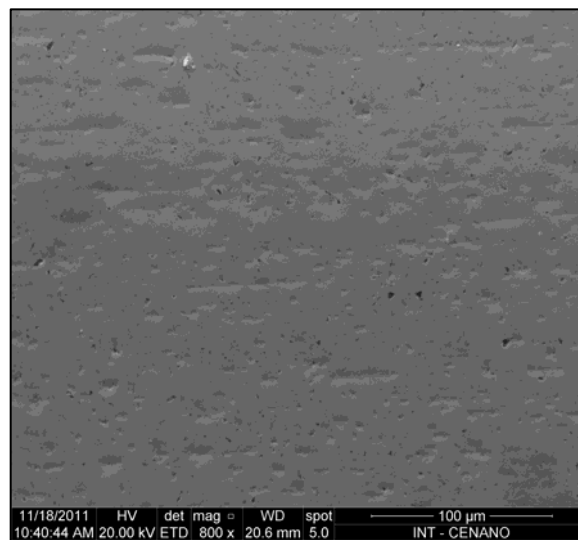


Figura 5. Amostra de pó de titânio compactado e laminado a 700°C.

4 DISCUSSÃO

A literatura relata 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).⁽¹⁶⁻¹⁹⁾ As temperaturas de processamento para o titânio comercialmente puro variaram entre 400°C e 630°C e a consolidação obtida foi muito satisfatória, com baixa porosidade. Assim, no presente trabalho considerou-se um intervalo de temperaturas um pouco maior: 300°C a 700°C. O mecanismo de consolidação envolve deformação plástica cisalhamento.^(17,19) Quando as partículas são cisalhadas, rompe-se a camada de óxido superficial que naturalmente 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 fundamental para que a plena consolidação seja alcançada.⁽¹⁸⁾ Quando as partículas metálicas são mais duras, ao invés deste rompimento ocorre um fácil deslizamento entre as partículas, que dificulta a consolidação.⁽¹⁸⁾

O processo de conformação mecânica por extrusão angular em canal aplica graus de deformação muito mais elevados do que a laminação convencional,⁽²⁰⁻²¹⁾ mas ambos os processos apresentam algumas características em comum, entre as quais a ocorrência de deformação por cisalhamento. Assim, como primeira etapa de um estudo que prosseguirá posteriormente, propõe-se neste trabalho a análise da laminação, dos pós de titânio compactados. Adicionalmente, os resultados obtidos podem auxiliar na previsão da pesquisa posterior com outros processos de conformação.

Os resultados qualitativos obtidos em microscopia eletrônica de varredura (MEV) indicam que o processo de laminação apresentou alta eficiência na consolidação dos pós de titânio compactados, com redução significativa dos níveis de porosidade para patamares baixos, que podem ser considerados como porosidade residual, independentemente da temperatura de laminação, pois mesmo na temperatura mais baixa utilizada (300°C) a redução dos níveis de porosidade é bastante significativa. Entretanto, posteriormente este trabalho deverá ser complementado com outros tipos de análise.

5 CONCLUSÕES

Os resultados qualitativos de MEV revelam que o processo de laminação mostrou elevada eficiência na consolidação dos pós de titânio compactados, com redução significativa dos níveis de porosidade para patamares tão baixos, que podem ser considerados como porosidade residual.

Estes resultados independem da temperatura de laminação, pois mesmo na temperatura mais baixa utilizada (300°C) a redução dos níveis de porosidade é bastante significativa, não muito diferente dos que foram obtidos na temperatura mais alta (700°C).

A utilização de outras técnicas, como medidas de densidade, análise automática de imagens e ensaios de dureza, certamente permitirá a complementação dos dados obtidos nesta pesquisa.

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 Laercio Rosignoli Guzela e 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, Octobre, 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 ASTM E 3 - 01 – “Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens”.
- 15 ASTM E 407- 99 – “Standard Practice for Microetching Metals and Alloys”.
- 16 XU, W.; WU, X.; SADEDIN, D.; XIA, K.; “Equal channel angular consolidation and deformation of titanium based alloys”, Materials Forum, 32, 2008, 29-34.
- 17 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.
- 18 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.
- 19 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.
- 20 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.
- 21 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.