

MICROESTRUTURA E TEXTURA CRISTALOGRÁFICA DA LIGA Nb-47Ti PRODUZIDA POR FUSÃO SELETIVA A LASER*

Rafael de Moura Nobre¹

Luiz Felipe Baur²

Jhoan Sebastian Guzmán Hernández³

Daniel Leal Bayerlein⁴

Railson Bolsoni Falcão⁵

Edwin Sallica-Leva⁶

Henrique Rodrigues Oliveira⁷

Victor Lira Chastinet⁸

Daniel Rodrigues Júnior⁹

Fernando José Gomes Landgraf¹⁰

Resumo

Manufatura aditiva, popularmente conhecida como impressão 3D é um conjunto de técnicas de fabricação que podem construir peças de geometrias complexas em um processo de adição de material em camadas. As técnicas de fusão em leito de pó têm sido estudadas para produção de materiais metálicos. O processo de fusão seletiva a laser (FSL) particularmente utiliza uma fonte de calor de alta potência e velocidade de varredura no qual promove a formação de textura de solidificação e conseqüentemente um potencial efeito de redução do módulo de elasticidade, abrindo um leque de novas alternativas de biomateriais para uso em implantes. Neste estudo foi investigado o efeito da velocidade de varredura do laser na microestrutura e textura cristalográfica da liga Nb-47Ti obtida por sistema de fusão seletiva a laser. Três amostras foram produzidas a uma potência constante de 300W e variando a velocidade de 1000 a 1300 mm/s. Os testes de microdureza ocorreram no microdurômetro Vickers, a microestrutura foi caracterizada por microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV), os dados da textura cristalográfica foram obtidos por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e posteriormente foram calculadas as figuras de polo, figuras de polo inversa e mapas de orientação através do software EDAX OIM Analysis. A microestrutura apresentou morfologia de solidificação predominantemente celular e zonas de transição celular-dendritica. O aumento da velocidade de varredura do laser apresentou correlação com o aumento dos valores de microdureza e a formação de uma forte textura cúbica {100}<100> de Ti-β paralelo a direção de varredura.

Palavras-chave: Liga de titânio; Fusão seletiva a laser; Fusão em leito de pó; Textura cristalográfica

MICROSTRUCTURE AND CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE OF Nb-47Ti ALLOY PRODUCED BY SELECTIVE LASER MELTING

Abstract

Additive Manufacturing, popularly known as 3D printing is a set of fabrication techniques that can build parts with complex geometries by adding material layer by layer. Powder bed fusion techniques have been studied for the fabrication of metallic materials. The selective laser melting (SLM) process particularly uses a high laser power and scanning speed which promotes the formation of solidification texture therefore a potential reduction of elasticity modulus, opening a set of new alternatives for biomaterials in implants. This study investigated the effect of laser scanning speed on the microstructure and crystallographic texture of the Nb-47Ti alloy fabricated by selective laser melting. Three samples were produced at a constant power (300 W) and scanning speed of 1000 to 1300 mm / s. The microhardness tests were performed in the Vickers microdurometer, the microstructure was characterized by optical microscopy (MO) and scanning electron (SEM), the crystallographic texture data were obtained by backscattered electron diffraction (EBSD) and after the pole figures, inverse pole figures and orientation maps

were obtained using EDAX OIM Analysis software. Experimental results shown a microstructure with cellular solidification morphology and zones of cellular-dendritic transition. The increase of laser scanning speed showed a correlation with the increase in microhardness and the formation of a Ti- β cubic texture $\{100\} \langle 100 \rangle$ parallel to the building direction.

Keywords: Titanium alloy; Selective laser melting; Powder bed fusion; Crystallographic texture.

- ¹ *Tecnólogo em processos metalúrgicos, mestrando, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT), Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil.*
- ² *Tecnólogo em mecânica e processos de soldagem, mestrando, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT), Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil.*
- ³ *Engenheiro metalurgista, mestrando, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT), Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil.*
- ⁴ *Engenheiro metalurgista, Doutorando no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), Centro de Tecnologia em Metalurgia e Materiais (CTMM), Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), São Paulo, SP, Brasil.*
- ⁵ *Físico, Doutor, Pós-doutorando, Centro de Tecnologia em Metalurgia e Materiais (CTMM), Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), São Paulo, SP, Brasil*
- ⁶ *Físico, Doutor, Pós-doutorando, Centro de Tecnologia em Metalurgia e Materiais (CTMM), Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), São Paulo, SP, Brasil*
- ⁷ *Engenheiro mecânico, Doutorando, Instituto SENAI de Inovação em Sistemas de Manufatura e Processamento a Laser, Joinville, SC, Brasil*
- ⁸ *Graduando em engenharia mecânica, Instituto SENAI de Inovação em Sistemas de Manufatura e Processamento a Laser, Joinville, SC, Brasil*
- ⁹ *Tecnólogo em materiais, processos e componentes eletrônicos, Doutor, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT), Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil.*
- ¹⁰ *Engenheiro metalurgista, Doutor, Professor titular, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT), Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Biomateriais são materiais usados para desenvolvimento de dispositivos para substituir estruturas ou restaurar funções do corpo humano. Biomateriais metálicos é a classe mais utilizada e apresentam alta resistência à corrosão e à fratura [1]. Materiais para uso em implantes devem apresentar baixo módulo de elasticidade devido ao efeito *stress shielding*, um complexo processo biológico no corpo humano que ocorre quando há redução de tensão aplicada no osso cortical. Esse efeito ocasiona redução da densidade óssea e mudanças geométricas [2].

A orientação cristalográfica refere-se a como os planos atômicos em um volume de cristal estão posicionados em relação a uma referência fixa [3]. Muitas propriedades dos metais são relacionadas com a textura. A influência da textura no módulo de elasticidade é em muitos casos de 20 a 50% dos valores [3]. A atual demanda por produção de peças de geometria complexas e com forte textura cristalográfica tem conduzido pesquisas a novos processos de Manufatura Aditiva (MA). MA é uma gama de tecnologias de fabricação na qual dados de modelos sólidos virtuais são traduzidos em modelos físicos tridimensionais em um processo de deposição sucessiva de material [4]. As tecnologias de MA se tornaram possíveis através da integração de processos tradicionais (como metalurgia do pó, extrusão e usinagem CNC) com tecnologias de controles de movimento de alta precisão, sistemas de impressão a jato de tinta, tecnologias laser e feixe de elétrons [5].

A norma brasileira ABNT NBR ISO/ASTM 52900:2018 [6] traduz a norma ISO, onde os processos são classificados nas categorias descritas na Tabela 1:

Tabela 1. Classificação dos processos de manufatura aditiva

Categoria	Descrição
jato de aglutinante <i>binder jetting</i>	Processo de manufatura aditiva em que um agente de ligação líquido é depositado seletivamente para unir materiais em pó.
deposição por energia direcionada <i>direct energy deposition</i>	Processo de manufatura aditiva em que a energia térmica focada é usada para unir materiais por fusão, à medida que estão sendo depositados.
extrusão de material <i>material extrusion</i>	Processo de manufatura aditiva em que o material é depositado seletivamente por meio de um bico extrusor ou orifício.
jateamento de material <i>material jetting</i>	Processo de manufatura aditiva no qual as gotas de material de fabricação são depositadas seletivamente.
fusão em leito de pó <i>powder bed fusion</i>	Processo de manufatura aditiva em que a energia térmica funde seletivamente regiões do leito de pó.
laminação de folha <i>sheet lamination</i>	Processo de manufatura aditiva em que folhas de material são ligadas para formar uma peça.
fotopolimerização em cuba <i>vat photopolymerization</i>	Processo de manufatura aditiva no qual o fotopolímero líquido em uma cuba é curado seletivamente por polimerização ativada por luz.

Os processos de fusão em leito de pó (FLP) são técnicas de MA onde materiais particulados são fundidos em camadas por uma fonte de calor (geralmente laser ou feixe de elétrons) [4]. Dentre as principais tecnologias FLP a Fusão seletiva a laser (FSL) é uma técnica onde um laser de alta potência interage com a superfície de um leito de pó e funde seletivamente camada por camada [4]. Um exemplo de um típico sistema FSL é esquematizado na Figura 1.

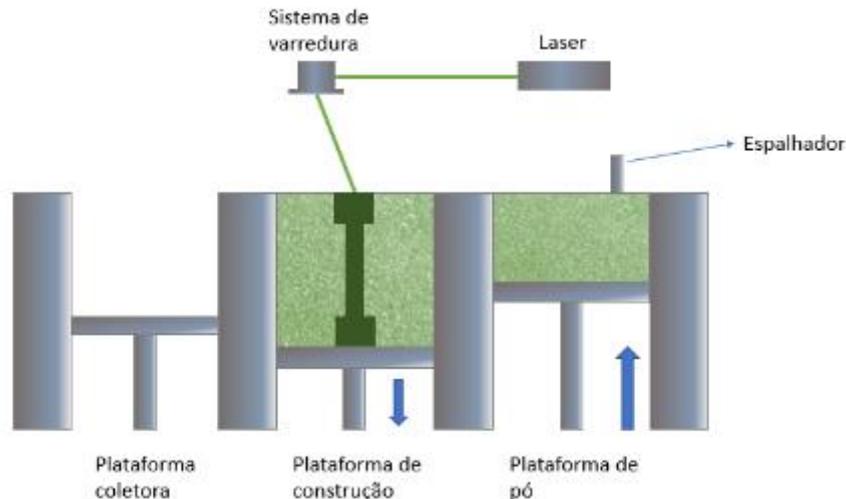


Figura 1. Desenho esquemático de sistema de um sistema FSL.

Os principais parâmetros do processo são a potência do laser, a velocidade de varredura, a distância entre linhas e a espessura da camada [4].

Os parâmetros de processamento do processo FSL alteram a microestrutura e orientação cristalográfica dos materiais. Alguns estudos sugerem mudanças na textura com alteração na velocidade, potência e estratégia de varredura do laser. Thijs et al., alcançaram uma forte textura cubica utilizando estratégia de varredura com ilhas dispostas com direções perpendiculares numa liga de alumínio [7]. Jadhav et al., observaram uma alteração no formato da poça de fusão e na textura no Cobre puro com o aumento da velocidade do laser [8]. Ishimoto observou formação de textura cubica variando a rotação entre camada numa liga Ti-β [9].

Tendo em vista esse cenário foi conduzido estudo com o objetivo de caracterizar a microestrutura e textura cristalográfica de uma liga CCC Nb-47Ti produzida por fusão seletiva a laser.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Procedimentos

Pó de Nb-47Ti foi atomizado a plasma pela *Advanced Powders & Coatings*. O percentual da composição química indicado pelo fornecedor em massa foi de Ti 48%, Nb 51,87%, Ta 0,12%, Si 0,001%, Al 0,0012%, Cr 0,0027% e Fe 0,006%. A distribuição de tamanho de partículas também indicado pelo fornecedor foi de $D_{10} = 17 \mu\text{m}$, $D_{50} = 33 \mu\text{m}$ e $D_{90} = 46 \mu\text{m}$.

Cubos de dimensões 10 x 10 x 10 mm foram produzidos pela tecnologia FSL no Instituto SENAI de Inovação em Sistemas de Manufatura e Processamento a Laser utilizando o equipamento da empresa *Concept Laser GmbH*, modelo *M2 cusing*. A potência, velocidade e densidade de energia são descritos na Tabela 2. Foram utilizados distância entre cordões de 0,105 mm, espessura de camada de 0,03 mm e estratégia de varredura do tipo tabuleiro-de-xadrez, com medidas de espaçamento de ilhas e parâmetro de mudança conforme Figura 2. A densidade de energia foi calculada utilizando a equação 1 da referência [4]:

$$E = \frac{P}{v * h * t} \quad (1)$$

tal que E é densidade de energia (J/mm^3), P é potência de laser (W), v é velocidade de varredura (mm/s), h é o espaçamento de cordões (mm) e t é a espessura da camada (mm).

Tabela 2. Parâmetros de processamento das amostras

Amostra	Potência (W)	Velocidade (mm/s)	Densidade de energia (J/mm^3)
C1	300	1000	95
C2	300	1100	87
C3	300	1300	73

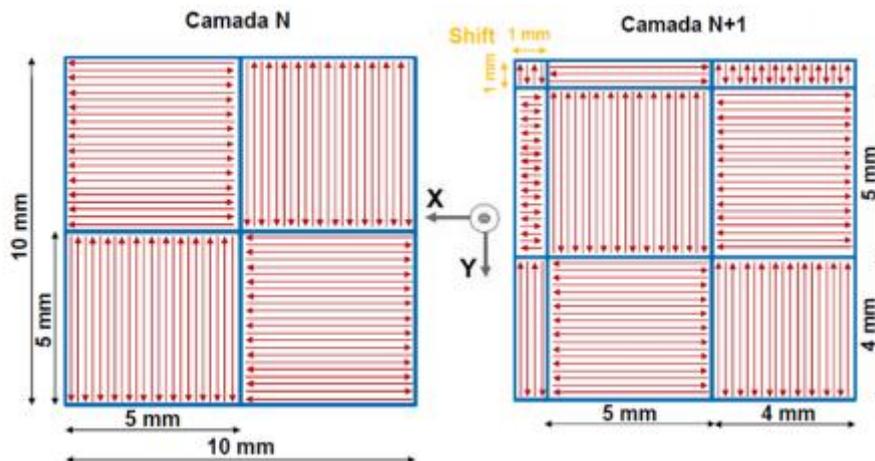


Figura 2. Desenho esquemático de estratégia de varredura utilizada na construção dos cubos

As amostras foram embutidas numa secção x-z. As etapas de preparação metalográfica constaram em lixamento com a sequência de lixas 220#, 400#, 600# e 1200# e polimento com solução de sílica coloidal não cristalizante $0,05 \mu\text{m} + 20\% \text{H}_2\text{O}_2$.

A microestrutura foi caracterizada por microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV). Os dados de textura cristalográfica foram observados num sistema de EBSD e posteriormente as figuras de polo (FP), as figuras de polo inversa (FPI) e mapas de orientação foram calculados no software *EDAX OIM Analysis*. Os testes de microdureza ocorreram num microdurômetro Vickers com carga de 0,2 Kg e conforme procedimentos da norma ASTM E92-17.

2.2 Resultados

2.2.1 Microestrutura

Na Figura 3 são apresentadas imagens de MO de uma secção do plano x-z dos cubos. Foram medidas a largura e altura das poças para as diferentes condições de velocidade. A poça de fusão é elíptica, devido a diferença de tempo de solidificação a profundidade da poça é maior para as condições de menor velocidade (Figuras 3(a-b) e 3(c-d)), e menor para a condição de alta velocidade (Figuras 3(e-f)). Devido à alta velocidade do processo, a solidificação ocorre predominantemente por crescimento celular. Nas Figuras 3(b) e 3(f), é destacada com setas brancas a estrutura celular respectivamente nas amostras de maior e menor velocidade (C1 e C3). É observada uma estrutura mais refinada na amostra C3. São destacados com

setas brancas na Figura 3(d) crescimento epitaxial em grãos alongados e formação dendrítica.

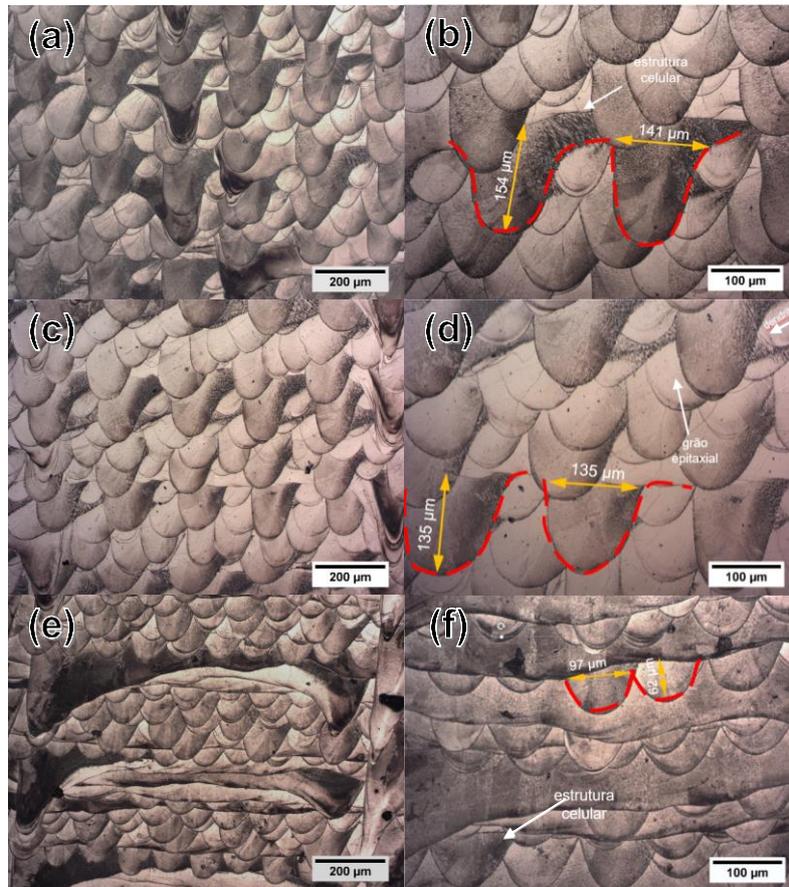


Figura 3. Imagem de microscopia ótica das poças de fusão da liga Nb-47Ti fabricada por FSL. (a) amostra C1. (b) amostra C1, setas e linhas indicando tamanho e formato das poças e região de crescimento celular. (c) amostra C2. (d) amostra C2 setas e linhas indicando tamanho e formato das poças e região de crescimento epitaxial e crescimento dendrítico. (e) amostra C3. (f) amostra C3 setas e linhas indicando tamanho e formato das poças e região de crescimento celular.

Na Figura 4 são apresentadas imagens de MEV numa secção no plano x-y dos cubos utilizando detector de elétrons secundários. É possível observar poças mais profundas nas amostras C1 e C2 (Figura 4(a-b)) e poças rasas na Figura 4(c).

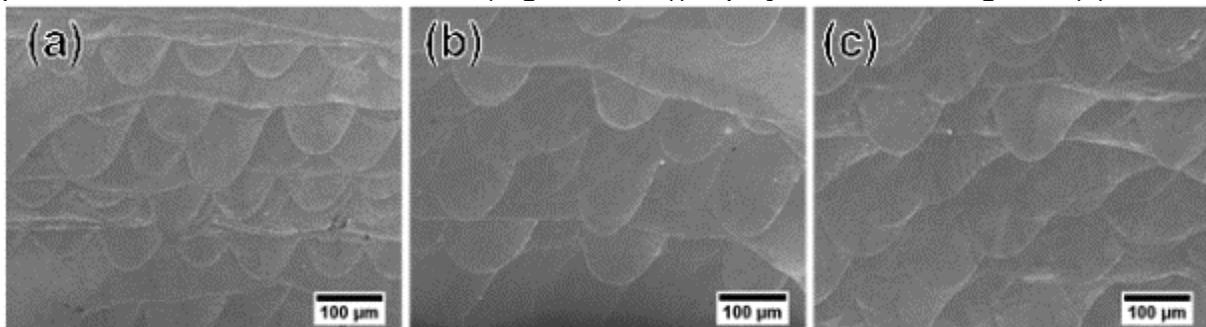


Figura 4. Imagens MEV da poça de fusão da liga Nb-47Ti fabricada por FSL. (a) amostra C1. (b) amostra C2, (c) amostra C3.

Uma maior troca de calor ocorre nas regiões da borda da poça. Nessas regiões ocorrem diferentes direções de solidificação, mas a direção predominante é a de

maior gradiente térmico. As direções preferenciais de crescimento são alteradas de acordo com o formato da poça. Na Figura 5 (a-b) pode-se observar uma microestrutura de morfologia celular com diferentes direções preferenciais próximo da borda, e uma orientação predominante em direção ao centro da poça. Mas observa-se também crescimento epitaxial em grãos alongados na região lateral da poça.

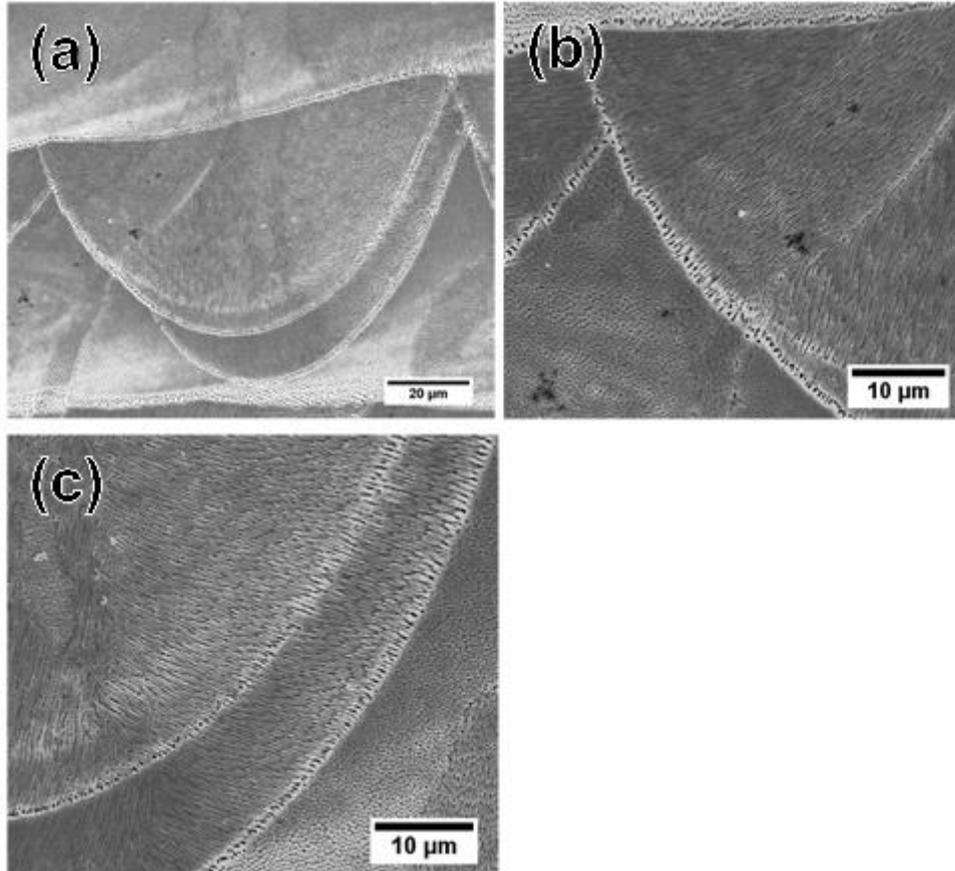


Figura 5. Imagens MEV da poça de fusão da liga Nb-47Ti fabricada por FSL. (a) amostra C1 (b) região de crescimento celular na amostra C1.

Nas figuras 6(a-c) são apresentadas imagens de MEV obtidas com detector de elétrons secundários das poças de fusão da amostra C3 numa secção do mesmo plano. Nota-se que o crescimento celular das poças rasas tem direção preferencial na direção de construção. Na Figura 6(b) é destacado crescimento celular com orientação predominante na direção de construção. Nota-se que a epitaxia ocorre nessa condição preferencialmente na região inferior das poças. Na Figura 6(c) é destacada uma transição celular-dendrítica, isso ocorre nessa região devido ao maior tempo de crescimento pelo efeito de refusão parcial característico do FSL quando o laser interage com a camada superior.

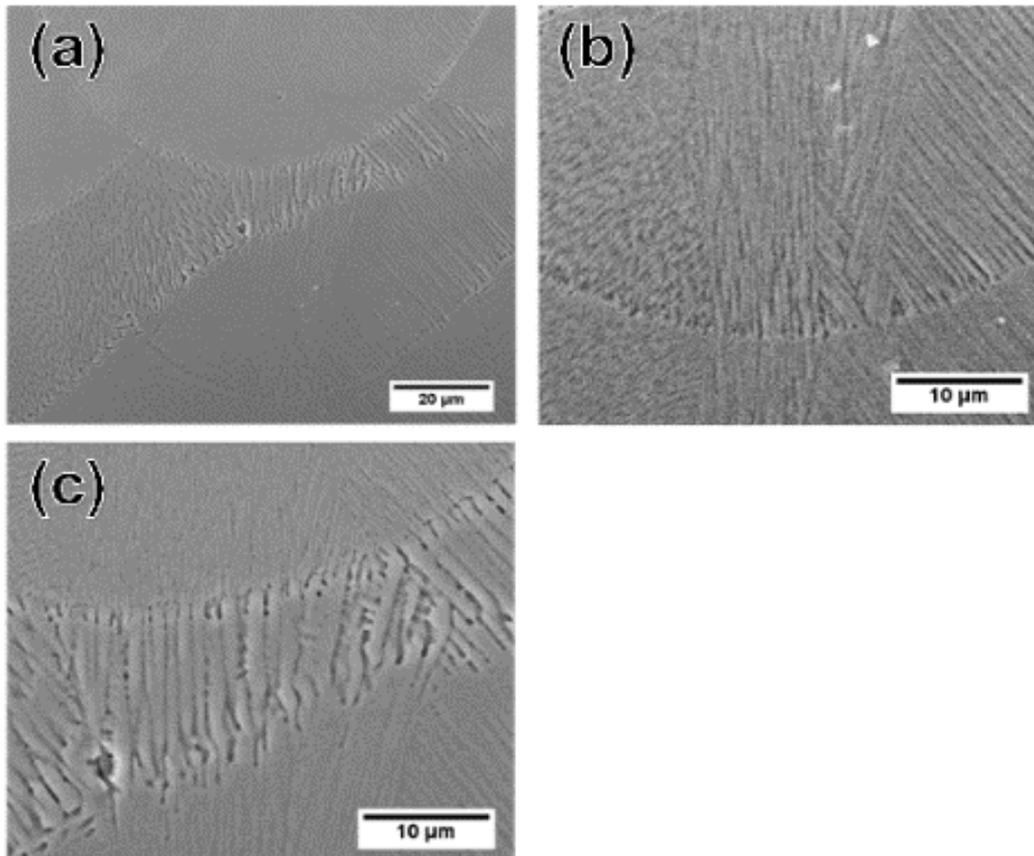


Figura 6. Imagens MEV da poça de fusão da liga Nb-47Ti fabricada por FSL (a) amostra C3. (b) região de crescimento epitaxial na amostra C3. (c) formação de dendritas em região parcialmente refundida.

2.2.2 Textura cristalográfica

A Figura 7 mostra o mapa de orientações das amostras com cores da FPI mostrando direções $\langle uvw \rangle$ em relação ao plano x-z. A liga apresentou um alinhamento preferencial dos cristais com seu eixo $\langle 001 \rangle$ paralelos ao eixo y do cubo (direção de varredura). Na Figura 7(a) o mapa mostra uma orientação próxima do aleatório, no entanto, com o aumento da velocidade na Figura 7(b) nota-se maior predominância de direções $\langle 100 \rangle$ paralelas à direção de varredura do cubo. Na figura 7(c) a maioria dos cristais apresenta essa orientação.

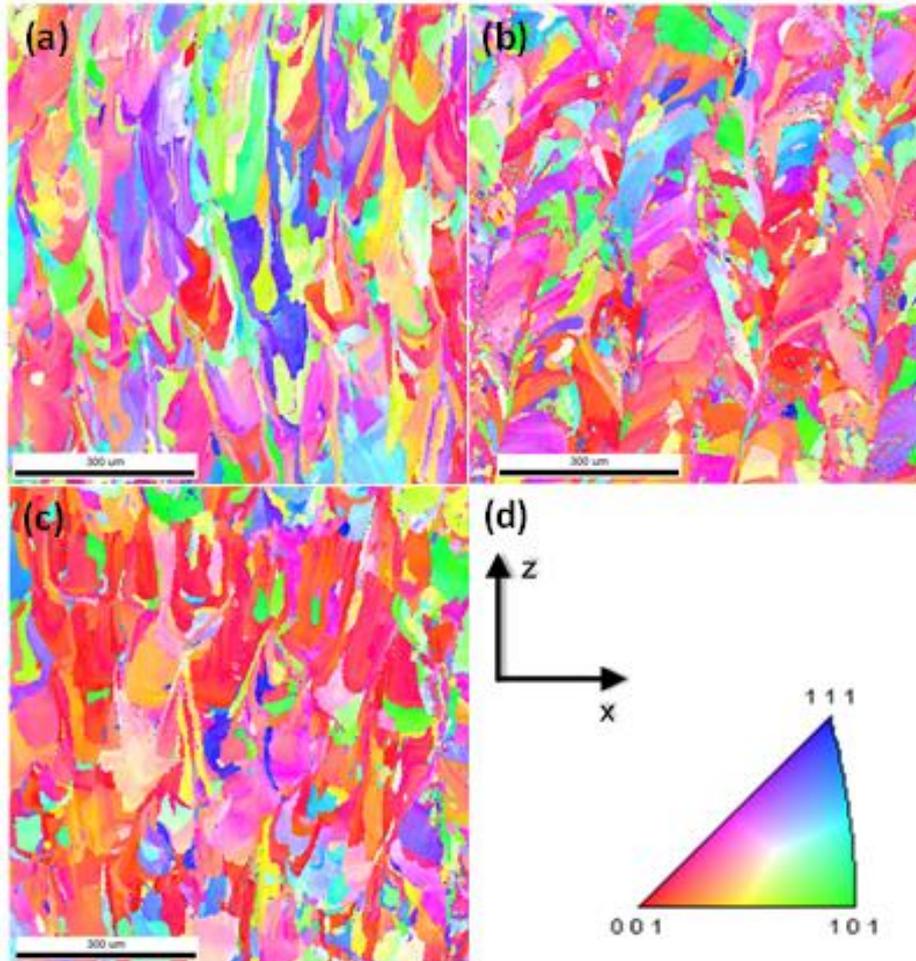


Figura 7. Mapas de orientação cristalográfica de Ti-β obtido de uma secção do plano x-z mostrando direção $\langle 100 \rangle$ paralela à direção de varredura da Liga Nb-47Ti produzida por FSL. (a) amostra C1. (b) amostra C2. (c) amostra C3 (d) eixo de referência e mapa de cores FPI.

A Figura 8 mostra as figuras de polo inversa em relação aos eixos x, y e z dos cubos. A Figura 8(a-b) mostra uma fraca orientação $\langle 001 \rangle$ no eixo x dos cubos C1 e C2. A Figura 8(c) mostra uma forte orientação $\langle 001 \rangle$ nos 3 eixos do cubo da amostra C3. Um aumento da intensidade máxima de orientação com a diminuição da velocidade de varredura é observado.

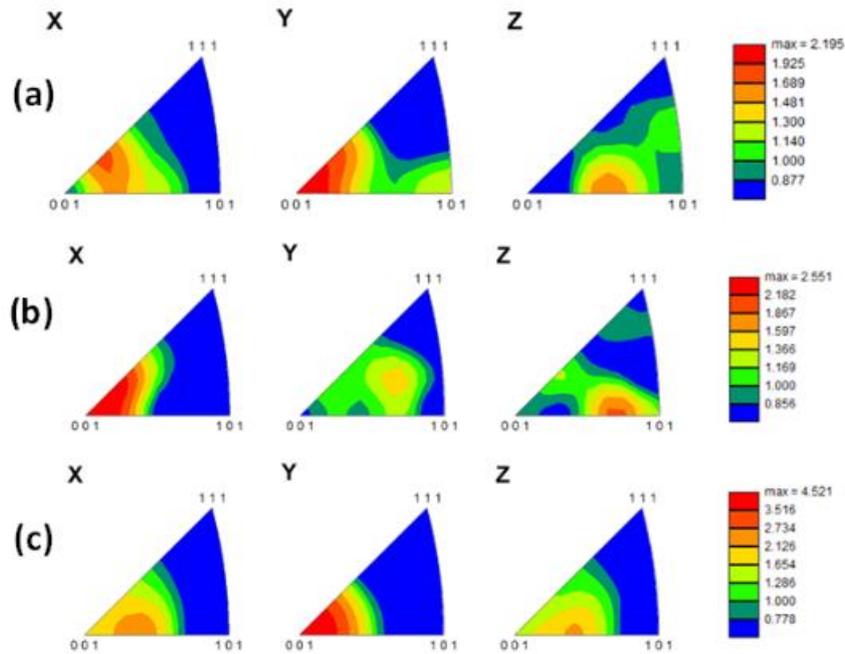


Figura 8. Figuras de polo inversa dos planos normais às direções x, y e z do cubo. (a) amostra C1. (b) amostra C2. (c) amostra C3

Na Figura 9 são apresentadas as figuras de polo $\{100\}$, $\{110\}$ e $\{111\}$ dos cubos. Nas Figuras 9(c) a figura de polo $\{100\}$ apresenta uma textura cúbica que é confirmada nas Figuras de polo $\{110\}$ e $\{111\}$, apresentando intensidade máxima de até 7,2 vezes o aleatório. Nas Figuras 9(a-b) há um desalinhamento dos polos, porém uma fraca textura cúbica pode ser vista nas amostras C1 e C2 com intensidades máximas de 5,8 e 6,7 vezes o aleatório.

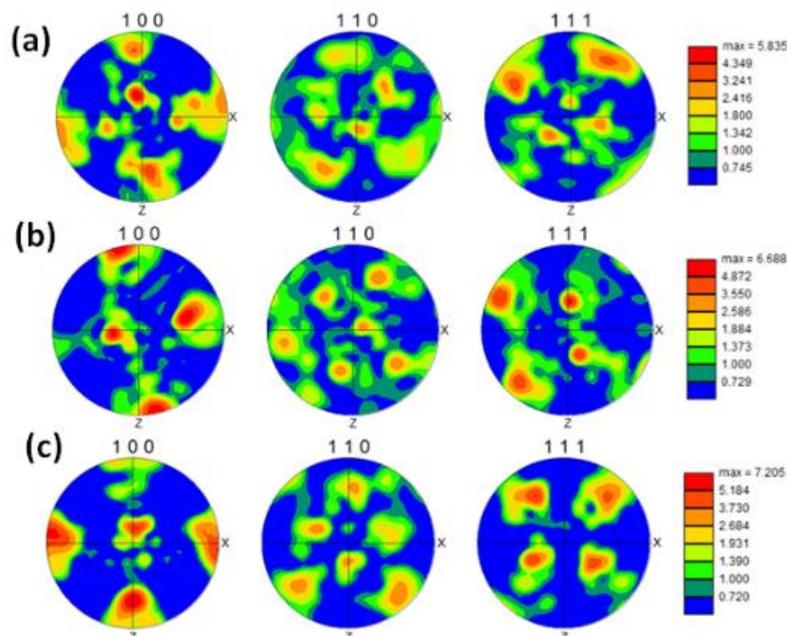


Figura 9. figuras de polo $\{100\}$, $\{110\}$ e $\{111\}$ dos cubos (a) amostra C1. (b) amostra C2. (c) amostra C3

2.2.3 Microdureza Vickers

A Figura 10 apresenta a média dos resultados de microdureza vickers. Nota-se um aumento da dureza com o aumento da velocidade de varredura do laser.

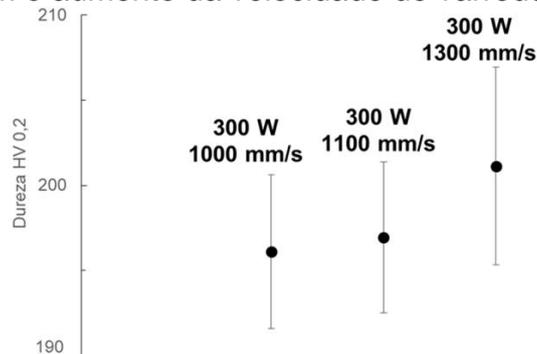


Figura 10. Microdureza HV_{0,2} respectivamente das amostras C1, C2 e C3.

2.3 Discussão

O gradiente térmico (G) e a taxa de crescimento (R) determinam a morfologia e o tamanho da microestrutura de solidificação [10]. A Figura 11 KOU [10] mostra influência de G e R na microestrutura. G é a diferença de temperatura numa certa distância e varia com o tempo e a região da poça de fusão. R varia com a velocidade da fonte de calor v (velocidade de varredura). A liga Nb-47Ti apresentou uma microestrutura predominantemente celular como pode ser visto nas Figuras 5 e 6, porém há transição celular-dendritica em regiões onde há maior troca de calor pelo efeito de refusão parcial dessa região pela interação do laser com a camada superior.

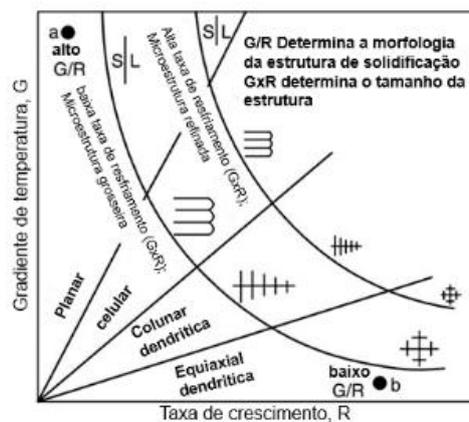


Figura 11. Influência do gradiente térmico (G) e a taxa de crescimento (R) na morfologia da solidificação [10].

O gradiente térmico local é sempre perpendicularmente a borda da poça de fusão e também é maior na linha de fusão [10]. Como a curvatura da poça é alterada no processo FSL, G e R também são alterados. A microestrutura cresce com direção paralela a direção de maior troca de calor, tal que em poças profundas a microestrutura apresenta crescimento próximo do aleatório e em poças rasas a direção preferencial seja paralela à direção de varredura. Como foi observado respectivamente nas amostras C1 e C3.

Quando o modo celular de solidificação ocorre, a direção $\langle 001 \rangle$ é a de fácil crescimento em materiais cúbicos [10]. Em materiais CCC, os grãos com orientação $\langle 001 \rangle$ são preferencialmente orientados paralelamente à direção de máximo G, devido ao crescimento competitivo [10]. Na região da borda ocorre nucleação de grãos em diversas orientações, mas somente os grãos com a direção $\langle 001 \rangle$ que

estiverem paralelos ao máximo gradiente podem crescer. Dessa forma a textura do material pode ser influenciada pela mudança geométrica da poça. Nas figuras 9(a-b) observou-se um leve desalinhamento dos polos nas amostras de menor velocidade de varredura que pode ter sido influenciado pelo aumento da maior curvatura das poças de fusão.

O aumento da potência e velocidade de varredura ocasionou um aumento na média de microdureza. Essa diferença de dureza pode ser creditada ao maior refinamento da microestrutura como foi observado nas Figuras 3(e-f)

3 CONCLUSÃO

A microestrutura da liga Nb-47Ti apresentou morfologia de solidificação predominantemente celular que é refinado com o aumento da velocidade de varredura do laser. Algumas regiões onde ocorre refusão apresentaram transição celular-dendrítico.

O aumento da densidade de energia com a redução da velocidade de varredura do laser altera o formato das poças de fusão, influenciando os gradientes térmicos locais e conseqüentemente alterando as orientações preferenciais de crescimento.

A média de microdureza vickers aumentou com o refinamento da microestrutura.

O aumento da velocidade de varredura do laser no processo mostrou correlação com a formação de uma textura cúbica $\{100\} \langle 100 \rangle$ paralelo a direção de varredura.

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001 da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) nº processo: 2016/50199-6, da Empresa Brasileira de Pesquisa e Inovação Industrial (EMBRAPPI), da Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) e do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT).

REFERÊNCIAS

- 1 ENDERLE, J; BRONZINO, J. Introduction to Biomedical Engineering, 3rd. New York: Academic Press, 2012.
- 2 BOSCHIN, Leonardo Carbonera; ALENCAR, Paulo Gilberto Cimbalista. Stress shielding: avaliação radiográfica após seguimento a longo prazo. Rev. bras. ortop., v. 42, n. 9, p. 290-296, 2007
- 3 ENGLER, Olaf; RANDLE, Valerie. Introduction to texture analysis: microtexture and orientation mapping. Segunda edição. Boca Raton: CRC Press. 2009
- 4 GIBSON, I.; ROSEN, D.; STUCKER, B. Additive Manufacturing Technologies. New York: Springer Science, 2010
- 5 VOLPATO Neri, Manufatura aditiva: Tecnologias e aplicações da impressão 3D. São Paulo: Edgard Blücher, 2017.
- 6 Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR ISO/ASTM 52900:2018: Manufatura Aditiva — Princípios Gerais — Terminologia. Rio de Janeiro. 2002
- 7 THIJIS, L. et al. Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder. Acta Materialia, 2013
- 8 JADHAV, S. D. et al. Influence of selective laser melting process parameters on texture evolution in pure copper. Journal of Materials Processing Technology, v. 270, n. July 2018, p. 47–58, 2019
- 9 ISHIMOTO, T. et al. Crystallographic texture control of beta-type Ti–15Mo–5Zr–3Al alloy by selective laser melting for the development of novel implants with a biocompatible low Young's modulus. Scripta Materialia, v. 132, p. 34–38, 2017.
- 10 KOU, Sindo. Welding Metallurgy. 2nd. Wisconsin: Wiley-Interscience; 2002