



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"

LIDIANE KÜMPEL ROQUE

**INFLUÊNCIA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS NA MICROESTRUTURA E NOS
MICROMECHANISMOS DE FRATURA DA LIGA Ti-6Al-4V PRODUZIDA
POR SINTERIZAÇÃO DIRETA DE METAL POR LASER (DMLS)**

Ilha Solteira
2015



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"

LIDIANE KÜMPEL ROQUE

**INFLUÊNCIA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS NA MICROESTRUTURA E NOS
MICROMECHANISMOS DE FRATURA DA LIGA Ti-6Al-4V PRODUZIDA
POR SINTERIZAÇÃO DIRETA DE METAL POR LASER (DMLS)**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira-Universidade Estadual Paulista - como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica na Área de Materiais e Processos de Fabricação.

Prof. Dr. Ruís Camargo Tokimatsu
Orientador

Dr. Maria Aparecida Larosa
Co-orientadora

Ilha Solteira
2015

FICHA CATALOGRÁFICA

Desenvolvido pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação

- R786i Roque, Lidianne Kümpel.
Influência dos tratamentos térmicos na microestrutura e nos micromecanismos de fratura da liga Ti-6Al-4V produzida por sinterização direta de metal por laser (DMLS) / Lidianne Kümpel Roque. -- Ilha Solteira: [s.n.], 2015 96 f. : il.
- Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira. Área de conhecimento: Materiais e Processos de Fabricação, 2015
- Orientador: Ruís Camargo Tokimatsu
Co-orientador: Maria Aparecida Larosa
Inclui bibliografia
1. Manufatura aditiva. 2. Ti-6Al-4V. 3. Implantes personalizados. 4. DMLS.



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
CAMPUS DE ILHA SOLTEIRA
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ILHA SOLTEIRA

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

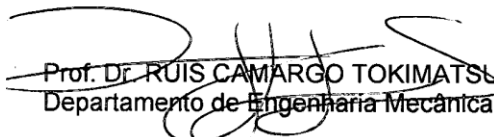
TÍTULO: Influência dos tratamentos térmicos na microestrutura e nos micromecanismos de fratura da liga Ti-6Al-4V produzida por sinterização direta de metal por LASER (DMLS)

AUTORA: LIDIANE KÜMPEL ROQUE

ORIENTADOR: Prof. Dr. RUIS CAMARGO TOKIMATSU

CO-ORIENTADORA: Profa. Dra. MARIA APARECIDA LAROSA

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em Engenharia Mecânica ,
Área: MATERIAIS E PROCESSOS DE FABRICAÇÃO, pela Comissão Examinadora:



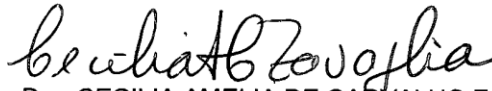
Prof. Dr. RUIS CAMARGO TOKIMATSU

Departamento de Engenharia Mecânica / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira



Prof. Dr. VICENTE AFONSO VENTRELLA

Departamento de Engenharia Mecânica / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira



Profa. Dra. CECILIA AMELIA DE CARVALHO ZAVAGLIA

Faculdade de Engenharia Mecânica / Universidade Estadual de Campinas

Data da realização: 31 de agosto de 2015.

DEDICO

A minha mãe, que é minha heroína,
meu exemplo de vida e a pessoa que
mais amo nesta vida.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente quero agradecer a Deus, pois a cada degrau de dificuldade, Ele me proporcionou o dobro de força e por isso agradeço imensamente por mais essa conquista e por me abençoar muito mais do que mereço.

Ao meu esposo Rafael Roque, que é meu melhor amigo, a pessoa que mais admiro e tenho orgulho. Te agradeço por ser meu porto seguro, por sempre me apoiar e acreditar em mim.

À toda minha família, em especial minha mãe e minhas irmãs pelos incentivos e por sempre se preocuparem comigo. Sei que posso contar com vocês para tudo!

À minha sogra e sogro, que me acolheram e receberam tão bem todas as vezes que fui para estudar.

Ao meu orientador Professor Dr. Ruis Camargo Tokimatsu por me dar esta valiosa oportunidade, por confiar no meu potencial e pelos inúmeros ensinamentos.

À minha co-orientadora Dra. Maria Aparecida Larosa, pois sem você este trabalho não teria sido possível. Obrigado por conceder as amostras, pelos ensinamentos, apoio e compreensão.

À Professora Dr. Cecília Amelia de Carvalho Zavaglia e Professor Dr. Vicente Afonso Ventrella pelas valiosas sugestões que complementaram e engrandeceram o trabalho.

Ao Professor Dr. Jorge Vicente Lopes da Silva do Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer pelas contribuições e orientações.

Aos mestrandos Carlos Eduardo Britto e Newton Neto, pela orientação e companheirismo na preparação das amostras, pelas sugestões na melhoria do trabalho e principalmente pela amizade.

Ao Graduando Hugo Aleixo por auxiliar nas medidas de contagem de interceptos.

Ao meu amigo Élvio Saito do SEBRAE, pelo imenso apoio e compreensão no trabalho.

Ao técnico Elton do Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica da FEIS/UNESP por me auxiliar com as imagens do trabalho.

Aos técnicos da UNICAMP, Claudenete Vieira Leal e João Eduardo Polis pela colaboração na preparação e caracterização das amostras.

Ao doutorando Guilherme Longhitano, pela ajuda dada no trabalho e parceria.

Ao Departamento de Engenharia Mecânica e à Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira UNESP pela utilização dos laboratórios, viabilização do trabalho de pesquisa e realização do curso de mestrado.

“Obstáculo é aquilo que você enxerga,
quando tira os olhos do seu objetivo”.
Henry Ford

RESUMO

A liga Ti-6Al-4V é um biomaterial que tem se mostrado muito adequado na fabricação de implantes para reparar lesões craniofaciais. Entre outros requisitos, é importante que o implante resista a solicitação mecânica para garantir uma resposta clínica satisfatória de modo a proporcionar conforto e segurança ao paciente. O propósito específico do presente trabalho de pesquisa é determinar a influência de diferentes ciclos térmicos na microestrutura da amostra da Ti-6Al-4V produzida pelo processo de sinterização direta de metal por laser (DMLS) e no micromecanismo de fratura resultante de tensionamento uniaxial em tração. Para isso foram fabricados corpos-de-prova de tração, utilizando a técnica DMLS, e os mesmos foram submetidos a diferentes ciclos térmicos de 650 °C/1h, 650 °C/3h, 800 °C/4h e 850 °C/2h. Posteriormente, os corpos-de-prova foram submetidos a ensaios de tração. A caracterização microestrutural foi realizada com auxílio de microscopia óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV). As superfícies de fratura resultantes para as diferentes condições de ciclos térmicos foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura. A microestrutura final da amostra como produzida resultante do processo de manufatura aditiva por *DMLS* revelou uma microestrutura martensita hexagonal α' . Para a amostra A6501H, a microestrutura martensítica resultante do processo DMLS não se decompôs. Na amostra A6503H a microestrutura martensítica começa a se decompor, pois são observados precipitados da fase β . Já nas amostras A8004H e A8502H observa-se uma estrutura ($\alpha + \beta$), com cristais de fase α e fase β precipitada nos contornos. De acordo com a análise fractográfica todas as condições estudadas apresentaram fratura dúctil caracterizada pela formação e coalescência de microcavidades com forma e tamanhos variados.

Palavras-chave: Manufatura aditiva. Ti-6Al-4V. Implantes personalizados. DMLS.

ABSTRACT

The Ti-6Al-4V alloy is a biomaterial that has proved very suitable for the manufacture of prostheses to repair craniofacial injuries. Among other requirements, it is important that the prosthesis resist mechanical stress to ensure a satisfactory clinical response in order to provide comfort and safety to patients. The specific purpose of this research is to determine the influence of thermal cycles - as prototyped, 650 °C (1h); 650 °C (3h), 800 °C (2h) and 850 °C (4h) - on the microstructure and fracture micromechanisms resulting from uniaxial tension in traction. Therefore it was manufactured by DMLS technique bodies - of - proof traction which were subsequently subjected to different thermal cycles. Then, the bodies -specimens were subjected to tensile test. Microstructural characterization was carried out using optical and scanning electron microscopy (SEM). The resulting fracture surfaces of the five conditions for thermal cycling were analyzed by SEM. The final sample microstructure produced as a result of the additive manufacturing process DMLS revealed a hexagonal martensitic microstructure α' . For A6501H sample, the resulting martensitic microstructure DMLS process is not decomposed. In A6503H martensitic microstructure sample begins to decompose, as are observed precipitates of β phase. Already in the samples A8004H and A8502H observe a structure ($\alpha + \beta$) with α and β phase crystal phase precipitated in the contours. According to fractographic analysis of all studied showed ductile fracture conditions characterized by the formation and coalescence wells with varying shape and sizes.

Keywords: Additive manufacturing. Ti-6Al-4V. Custom-made Implants. DMLS

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Módulo de elasticidade de alguns biomateriais	20
Figura 2 - Requisitos fundamentais de um biomaterial	21
Figura 3 - Método Kroll para obtenção de esponjas de titânio.....	23
Figura 4 - Transformação alotrópica do titânio	25
Figura 5- Efeito dos elementos de liga na estabilidade das fases em ligas de titânio: (a) estabilizador α (b) estabilizador β tipo isomorfo, (c) estabilizador β tipo eutetóide e (d) neutro.....	27
Figura 6- Esquema da influência do elemento β estabilizador no diagrama de fase binário do titânio	30
Figura 7 - Estricção de um corpo de prova cilíndrico. Na figura o desenho esquemático do fenômeno	34
Figura 8 - Microcavidades na seção de fratura de uma amostra analisada via MEV	34
Figura 9 - Crescimento anual da indústria de impressão 3D	35
Figura 10 – Representação das etapas básicas do processo de manufatura aditiva.....	36
Figura 11 - Biomodelo e implante personalizado produzido na Ti-6Al-4V via DMLS para cirurgia craniana	38
Figura 12 - Representação das etapas do processo de aquisição de um biomodelo	39
Figura 13 - Princípio de funcionamento do processo DMLS	41
Figura 14 - Tipos de varrimento do feixe de laser do processo DMLS: em ziguezague, sem mudança entre camadas (a); unidirecional, sem mudança entre camadas (b); e em ziguezague, girando em 90° a cada camada (c)	43
Figura 15 - Mecanismo de gradiente térmico na fabricação de componentes por manufatura aditiva à base de laser	44
Figura 16 - Equipamento de prototipagem rápida EOSINT M 270	46
Figura 17 - Morfologia do pó comercial pré-ligado EOS Titanium Ti64	46
Figura 18 - Equipamento de corte a fio por eletroerosão FX20K da Mitsubishi	47
Figura 19 - Forno de alto vácuo utilizado para o alívio de tensões	48
Figura 20 - Fluxograma das etapas de preparação metalográfica das amostras.....	49
Figura 21 - Equipamentos para utilizados na preparação das amostras: embutidora (a), lixadeira/politriz (b), ultrassom (c) pano de polimento (d) e amostras embutidas (e).....	50
Figura 22 - Microscópio Óptico DM IL LED da Leica.....	51
Figura 23 - Microdurômetro digital Shimadzu, modelo HVM-2T.....	52
Figura 24 - Corpos de prova de tração da liga Ti-6Al-4V produzidos por DMLS	53
Figura 25 - Microscópio Eletrônico de Varredura: Zeiss EVO LS 15 (a) e Zeiss EVO MA 15 (b).....	54
Figura 26 - Microestrutura da amostra ACOMOMAN produzida por DMLS. Corte longitudinal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) e 5000x (d).....	56
Figura 27 - Microestrutura da amostra ACOMOMAN produzida por DMLS. Corte transversal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) e 5000x (d).....	57
Figura 28 - Microestrutura da amostra A6501h produzida por DMLS. Corte longitudinal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x (d).....	59
Figura 29 - Microestrutura da amostra A6501h produzida por DMLS. Corte transversal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x(d).....	60
Figura 30 - Microestrutura da amostra A6503h produzida por DMLS. Corte longitudinal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x(d).....	61

Figura 31 - Microestrutura da amostra A6503h produzida por DMLS. Corte transversal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x(d).....	62
Figura 32 - Microestrutura da amostra A8004h produzida por DMLS. Corte longitudinal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x (d). Fase β (fase escura) e fase α (fase clara) para (a) e (b) e para (c) e (d) fase β (fase clara) e fase α (fase escura)64	64
Figura 33 - Microestrutura da amostra A8004h produzida por DMLS. Corte transversal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x (d). Fase β (fase escura) e fase α (fase clara) para (a) e (b) e para (c) e (d) fase β (fase clara) e fase α (fase escura)65	65
Figura 34 - Microestrutura da amostra A8502h produzida por DMLS. Corte longitudinal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x (d). Fase β (fase escura) e fase α (fase clara) para (a) e (b) e para (c) e (d) fase β (fase clara) e fase α (fase escura)66	66
Figura 35 - Microestrutura da amostra A8502h produzida por DMLS. Corte transversal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x (d). Fase β (fase escura) e fase α (fase clara) para (a) e (b) e para (c) e (d) fase β (fase clara) e fase α (fase escura)67	67
Figura 36 - Espectro de Energia Dispersiva (EDS) para as amostras produzidas por DMLS: ACOMOMAN (a), A6501h(b), A6503h(c), A8004h (d) e A8502h(e)	68
Figura 37 - Difração de Raios - X das amostras de Ti-6Al-4V via DMLS	71
Figura 38 - Valores de dureza para as amostras da liga Ti-6Al-4V estudadas neste trabalho .	73
Figura 39 - Curvas tensão x deformação dos ensaios de tração das amostras de Ti-6Al-4V via DMLS	75
Figura 40 –Fractografia da amostra ACOMOMAN de Ti-6Al-4V via DMLS: microcavidades na região plana (a) e (c) na região oblíqua (b) e (d) e a superfície de fratura (e) ..	77
Figura 41 – Fractografia da amostra A6501h de Ti-6Al-4V via DMLS: microcavidades na região plana (a) e (c) e na região oblíqua (b) e (d) e a superfície de fratura (e)	78
Figura 42 – Fractografia da amostra A6503h de Ti-6Al-4V via DMLS: microcavidades na região plana (a) e (c) e na região oblíqua (b) e (d) e a superfície de fratura (e)	79
Figura 43 – Fractografia da amostra A8004h de Ti-6Al-4V via DMLS: microcavidades na região plana (a) e (c) e na região oblíqua (b) e (d) e a superfície de fratura (e)	80
Figura 44 – Fractografia da amostra A8502h de Ti-6Al-4V via DMLS: microcavidades na região plana (a) e (c) e na região oblíqua (b) e (d) e a superfície de fratura (e)	81
Figura 45 - Tamanhos médios das microcavidades presentes nas regiões plana e oblíqua para as amostras ACOMOMAN, A6501h e A6503h	83
Figura 46 - Tamanhos médios das microcavidades presentes nas regiões plana e oblíqua para as amostras ACOMOMAN, A8004h e A8502h	83

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação das ligas de titânio de acordo com as fases presentes em sua microestrutura à temperatura ambiente	26
Tabela 2 - Tratamentos térmicos realizados nas amostras produzidas por DMLS	48
Tabela 3 - Resultados do ensaio de microdureza Vickers para todas as amostras estudadas neste trabalho	74
Tabela 4 - Propriedades mecânicas obtidas dos ensaios de tração das diferentes condições das amostras de Ti-6Al-4V via DMLS	75
Tabela 5 - Propriedades mecânicas exigidas pela norma ASTM F136 da liga Ti-6Al-4V para o uso em implantes	76
Tabela 6 - Tamanho médio das microcavidades das amostras prototipadas de Ti-6Al-4V via DMLS	82

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Letras Latinas

E Módulo de elasticidade [GPa]

Letras Gregas

α Fase com estrutura hexagonal compacta
 α' Fase metaestável martensita hexagonal
 α'' Fase metaestável martensita ortorrômbica
 β Fase com estrutura cúbica de corpo centrado
 T_β Temperatura de transição β

Abreviações

3D Três dimensões
3DP Impressão a jato de tinta 3D
CAD Desenho assistido por computador
CCC Estrutura cúbica de corpo centrado
DICOM Digital Imaging Communications in Medicine
DRX Difração de raios-X
DMLS Sinterização Direta de Metais por Laser
ELI *Extra low interstitial*
EDS Espectrometria de energia dispersiva de raios-X
FDM Modelagem por fusão e deposição
HC Estrutura hexagonal compacta
IJP Impressão a jato de tinta
JCPDS *Joint Committee on Powder Diffraction Standards*
MA Manufatura aditiva
MEV Microscopia eletrônica de varredura
MO Microscopia óptica
Ms Transformação Martensítica
PR Prototipagem rápida
RM Ressonância magnética
SL Estereolitografia
SLM Fusão seletiva por laser
SLS Sinterização seletiva por laser
STL *Structure Triangularization Language*
TC Tomografia computadorizada
ACOMONAN Amostras na condição como produzida
A6501h Amostras na condição de tratamento térmico realizado a 650 °C por 1 hora
A6503h Amostras na condição de tratamento térmico realizado a 650 °C por 3 horas
A8004h Amostras na condição de tratamento térmico realizado a 800 °C por 4 horas
A8502h Amostras na condição de tratamento térmico realizado a 850 °C por 2 horas

Siglas

ASTM	Sociedade Americana de Testes e Materiais
CNPEM	Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais
DEMM	Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais
EUA	Estados Unidos da América
FEIS	Faculdade de Engenharia Ilha Solteira
FEM	Faculdade de Engenharia Mecânica
INCT-BIOFABRIS	Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia em Biofabricação
LRAC	Laboratório de Recursos Analíticos e Calibração
LNLS	Laboratório Nacional de Luz Síncrotron
LABIOMEC	Laboratório de Biomateriais e Biomecânica
UNESP	Universidade Estadual Paulista
UNICAMP	Universidade Estadual de Campinas

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	OBJETIVOS	17
2	REVISÃO NA LITERATURA	18
2.1	BIOMATERIAIS	18
2.2	APLICAÇÃO E REQUISITOS DOS BIOMATERIAIS	18
2.3	TITÂNIO E SUAS LIGAS	22
2.4	CLASSIFICAÇÃO DAS LIGAS DE TITÂNIO	25
2.4.1	Ligas α	27
2.4.2	Ligas quase-α	28
2.4.3	Ligas $\alpha + \beta$	28
2.4.4	Ligas quase-β	29
2.4.5	Ligas β estáveis e metaestáveis	29
2.5	FASES METAESTÁVEIS DAS LIGAS DE TITÂNIO	30
2.5.1	Fase α'	31
2.5.2	Fase α''	31
2.6	A LIGA Ti-6Al-4V	31
2.7	MICROMECHANISMOS DE FRATURA	32
2.8	COALESCIMENTO DAS MICROCAVIDADES	33
3	MANUFATURA ADITIVA	35
3.1	PROTÓTIPOSCOM FINALIDADECIRURGICA	37
3.2	SINTERIZAÇÃO DIRETA DE METAL POR LASER (DMLS)	39
3.3	TRATAMENTOS TÉRMICOS NA LIGA Ti-6Al-4V	43
4	METODOLOGIA EXPERIMENTAL	45
4.1	PRODUÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	45
4.2	TRATAMENTOS TÉRMICOS	47
4.3	PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA DAS AMOSTRAS	49
4.4	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	50
4.5	CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E FRACTOGRAFIA	51
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	55
5.1	PARTE 1 – CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	55
5.1.1	Microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura	55
5.1.1.1	<i>Amostra ACOMOMAN</i>	55
5.1.1.2	<i>Amostra A6501h e A6503h</i>	58
5.1.1.3	<i>Amostra A8004h e A8502h</i>	63
5.1.2	Espectro de energia dispersiva (EDS)	68
5.1.3	Difração de raios – x (DRX)	70
5.2	PARTE 2 – CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA	71
5.2.1	Ensaio de Microdureza Vickers	71
5.2.2	Ensaio de Tração	74
5.3	PARTE 3 – ANÁLISE DA FRATURA	76
6	CONCLUSÕES	84
6.1	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	84
	REFERÊNCIAS	86
	ANEXO A - Ficha JCPDS 44-1294 Ti, Titanium	93
	ANEXO B - Ficha JCPDS 44-1288 Ti, Titanium	95

1 INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas a expectativa de vida das pessoas vem aumentando devido aos avanços na medicina, controles epidemiológicos e políticas públicas de saneamento. Além disso, e como consequência do aumento da população, a demanda por implantes tem aumentado de forma contínua e significativa (JARDINI et al., 2014). A evolução tecnológica no desenvolvimento de biomodelos e implantes são fundamentais para o tratamento de milhares de pacientes acometidos de alguma anormalidade congênita ou adquirida, permitindo ao receptor o retorno às atividades sociais e melhoria na qualidade de vida. Diante deste contexto, o desenvolvimento de novos materiais constitui uma área interdisciplinar de grande interesse para a engenharia de materiais e às ciências médicas.

Entre os materiais metálicos mais utilizados atualmente para a fabricação de implantes ortopédicos estão o titânio e suas ligas, as ligas de cobalto-cromo e os aços inoxidáveis ASTM F138. Para cirurgias de reconstrução craniomaxilofacial os biomateriais mais utilizados são o titânio e suas ligas, o polimetilmetacrilato e os cimentos de fosfato de cálcio (BERTOL, 2010; JARDINI et al., 2011; LIU, CHU; DING, 2004).

Atualmente, a liga de Ti-6Al-4V tem sido muito utilizada em implantes por ser considerada biocompatível ao corpo humano e devido à suas excelentes propriedades, tais como: boa conformabilidade mecânica, excelente grau de biocompatibilidade, elevada resistência à fadiga e excelente resistência à corrosão e uma ótima relação peso/resistência (JARDINI et al., 2014; LOPES, 2009).

A manufatura aditiva (MA) é uma tecnologia que consiste na adição de material camada a camada e tem suas aplicações com foco para o consumidor final e empresarial. Utilizada para fazer objetos pessoais em casa, obter peças customizadas produzidas por encomenda, produzir protótipos e promover a integração de processos de manufatura aditiva no processo produtivo de produtos tradicionais.

Aplicado à medicina, a manufatura aditiva (MA) é uma das tecnologias que propulsionaram o avanço na obtenção de modelos físicos com geometrias bastante complexas, de forma personalizada, facilitando os procedimentos cirúrgicos e diminuindo riscos.

Integrada às técnicas de imagens digitais obtidas do paciente por exames como o de Tomografia Computadorizada (TC) e Ressonância Magnética (RM), a Sinterização Direta de

Metal por Laser - *Direct Metal Laser Sintering* (DMLS) tem sido amplamente aplicada na área biomédica visando a produção de implantes de reconstrução óssea, principalmente confeccionados em titânio e suas ligas (GALVANI et al., 2012).

Amostras da liga de Ti-6Al-4V produzidas por Sinterização Direta de Metal por Laser (DMLS) foram estudadas neste trabalho.

1.1 OBJETIVOS

O material de estudo deste trabalho são corpos de prova da liga de Ti-6Al-4V produzidos por Sinterização Direta de Metal por Laser (DMLS) e foram submetidos a diferentes tratamentos térmicos.

Os objetivos do presente trabalho são:

- a) determinar a influência de diferentes ciclos térmicos na microestrutura das amostras da liga de Ti-6Al-4V produzidas pelo processo de Sinterização Direta de Metais por Laser (DMLS) e;
- b) determinar a influência desses ciclos térmicos no micromecanismo de fratura resultante de tensionamento uniaxial em tração.

Os objetivos específicos são:

- a) determinar dentre os tratamentos térmicos uma combinação ótima de ductilidade e resistência mecânica à tração;
- b) a identificação dos aspectos observados na topologia da superfície de fratura para revelar as informações sobre o modo de falha.

2 REVISÃO NA LITERATURA

2.1 BIOMATERIAIS

Segundo Larosa (2010), desde o início da humanidade, a perda de um membro ou parte do organismo tem sido motivo de preocupação. Antigamente, utilizava-se marfim para reposição de dentes, vidro para reposição de globo ocular e aço ou madeira para confecção de próteses de membros.

De acordo com Larosa (2010) e Balamurugan et al. (2008), o primeiro registro de um procedimento cirúrgico, usando um metal, aconteceu em 1565 quando Petronius reparou um palato usando uma placa de ouro. Até o final do século XIX, a maioria das tentativas de introduzir dispositivos metálicos no corpo humano foram frustradas devido a inexistência de condições de assepsia e antissepsia. A partir da década de 1860 foram sendo desenvolvidos diversos dispositivos metálicos e a necessidade de materiais com elevada resistência mecânica, tenacidade e resistência à corrosão levou ao desenvolvimento do aço inoxidável em 1926 e do titânio e suas ligas na década de 60.

Nas últimas décadas tem aumentado o interesse da comunidade científica pela procura de materiais que possam substituir um membro perdido ou melhorar o funcionamento de algum tecido ou órgão danificado. Estes tipos de materiais são conhecidos como biomateriais.

Os biomateriais são definidos atualmente como materiais (naturais ou sintéticos; sólidos ou, às vezes, líquidos) usados em dispositivos médicos, destinados a interagir com sistemas biológicos. Os biomateriais podem ser utilizados por tempo indeterminado na substituição total ou parcial de sistemas biológicos. Os benefícios do uso dos biomateriais são inúmeros, como na reparação de partes do corpo humano (ABRAHAM, 1998).

2.2 APLICAÇÃO E REQUISITOS DOS BIOMATERIAIS

Atualmente vários materiais metálicos, poliméricos e cerâmicos são adequados para a utilização como implante. O Quadro 1 apresenta a aplicação dos biomateriais na área médica, onde podemos destacar que cada um destes materiais possui suas vantagens e indicações e, quando empregados com boa técnica cirúrgica, pode possibilitar uma resposta clínica esperada (BERTOL, 2010).

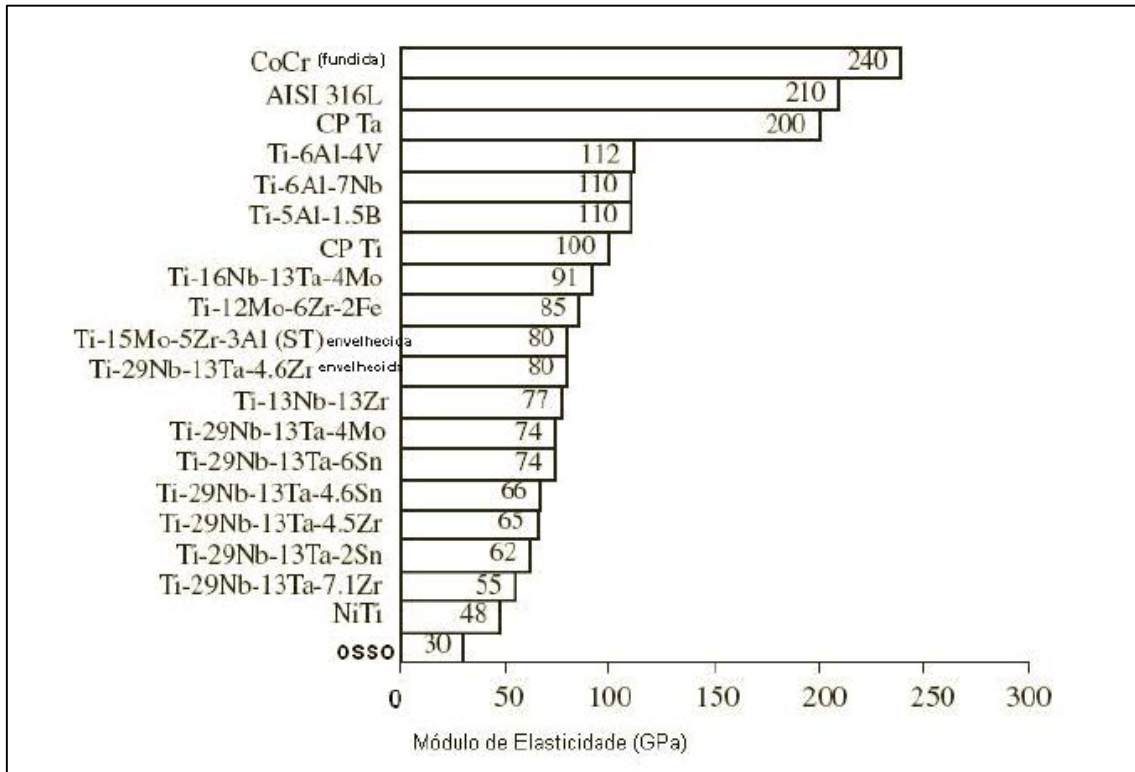
Quadro 1 - Aplicação dos biomateriais na área médica

Biomaterial	Exemplos	Aplicações
Metálicos	Amalgama Aço inoxidável Ligas de titânio	Implantes e fixações Ortopedia com parafusos, Chapas, fios, barras, cravos. Implantes dentais.
Polímeros	Polietileno Polipropileno Acrílicos Teflon	Suturas, substituição de artérias e veias. Restauração maxilofacial: nariz, orelha, mandíbula, dentes.
Cerâmicos	Alumina (Al_2O_3) Zircônio (ZrO_2) Titânia (TiO_2) Apatita artificial	Próteses de quadril, restauração óssea, dentes cerâmicos, cimentos.

Fonte: Pillaca (2011)

Os metais, devido à sua alta resistência mecânica, são muito utilizados na fabricação de implantes para substituição de tecido duro, porém eles apresentam alta rigidez. O titânio, por exemplo, possui módulo de elasticidade em torno de 110 GPa, valor baixo quando comparado com o módulo de elasticidade dos aços inoxidáveis (acima de 200 MPa), e muito elevado quando comparado com o tecido ósseo, como o mais denso osso cortical, com aproximadamente 20 GPa, e o tecido ósseo esponjoso, com aproximadamente 1 GPa. Esta grande diferença entre os valores de rigidez do tecido do osso e do implante pode acarretar uma reabsorção óssea, que é um processo de descalcificação na interface entre o implante e o osso e que pode levar à soltura ou até mesmo à fratura do implante ou do osso (LOPES, 2009; ALEIXO, 2009). A Figura 1 apresenta o módulo de elasticidade de alguns biomateriais.

Figura 1 - Módulo de elasticidade de alguns biomateriais



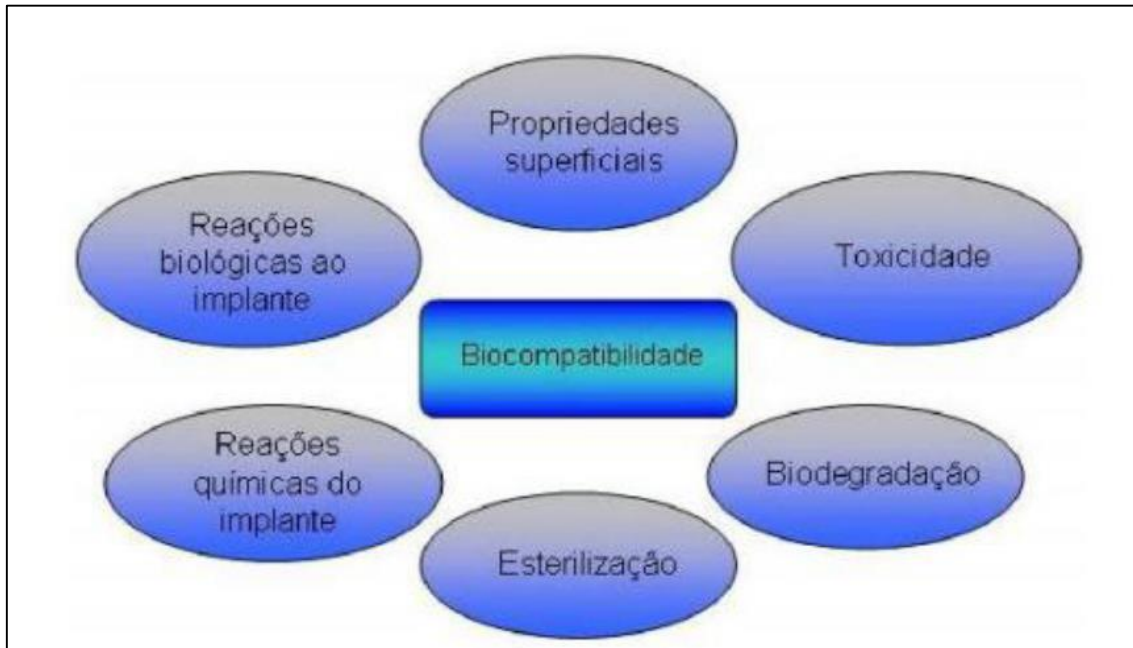
Fonte: Morcelli (2009)

Entre os materiais metálicos mais utilizados atualmente para a fabricação de implantes ortopédicos temos o titânio e suas ligas, as ligas de cobalto-cromo e os aços inoxidáveis ASTM F 138. (BERTOL, 2010; JARDINI et al., 2011; LIU; CHU; DING, 2004).

Segundo Spencer e Textor (2007) e conforme apresentado na Figura 2, um biomaterial para ser bem aceito clinicamente necessita ter alguns requisitos fundamentais como biocompatibilidade, ser esterilizável, a degradação do material deve ser mínima, os produtos de degradação não devem ser tóxicos, deve ser biofuncional, ou seja, ter as características mecânicas adequadas para a aplicação.

Os biomateriais possuem a característica fundamental da biocompatibilidade, ou seja, deve ser capaz de desempenhar sua função de forma satisfatória no organismo, não causando nenhum efeito nocivo ou provocar reações adversas. Deve atender ainda ao requisito de funcionalidade, provocando, assim, o mínimo de reações alérgicas ou inflamatórias, não deve ser tóxico e nem cancerígeno (LAROSA, 2010; NIINOMI, 1998).

Figura 2 - Requisitos fundamentais de um biomaterial



Fonte: Spencer e Textor (2007)

A capacidade de osseointegração, muito desejada em alguns implantes, é a ancoragem de um implante ao osso vivo, obtida através do contato entre eles, onde ocorre a migração de células ósseas para a superfície do implante, sendo tal ancoragem estável e duradoura, permitindo a transmissão de esforços a tecidos vizinhos. A incapacidade de um implante para a integração com a superfície óssea adjacente e de outros tecidos resulta no afrouxamento do implante (MORCELLI, 2009; GUO, MATINLINNA; TANG, 2012; BUSER, 1999; LIMA, 2004).

Assim como outros componentes estruturais, os biomateriais estão sujeitos a falhas provenientes de fratura mecânica, desgaste ou corrosão; no entanto, devem atender as demandas exigidas pelo corpo. Devem apresentar as seguintes propriedades: baixo módulo de elasticidade, resistência à fadiga e ao desgaste, tenacidade à fratura e principalmente elevada resistência à corrosão (WILCHES; URIBE; TORO, 2008; PEREIRA; BUONO; ZAVAGLIA, 2006).

Atualmente, a liga de Ti-6Al-4V é a mais utilizada quando há solicitação de maiores cargas mecânicas no implante, pois apresenta a melhor combinação de propriedades para materiais de implante estrutural, como é evidenciado pelo seu potencial máximo a degradação, mínima taxa de corrosão, alta resistência a microfissuras e ranhuras (GURAPPA, 2002).

2.3 TITÂNIO E SUAS LIGAS

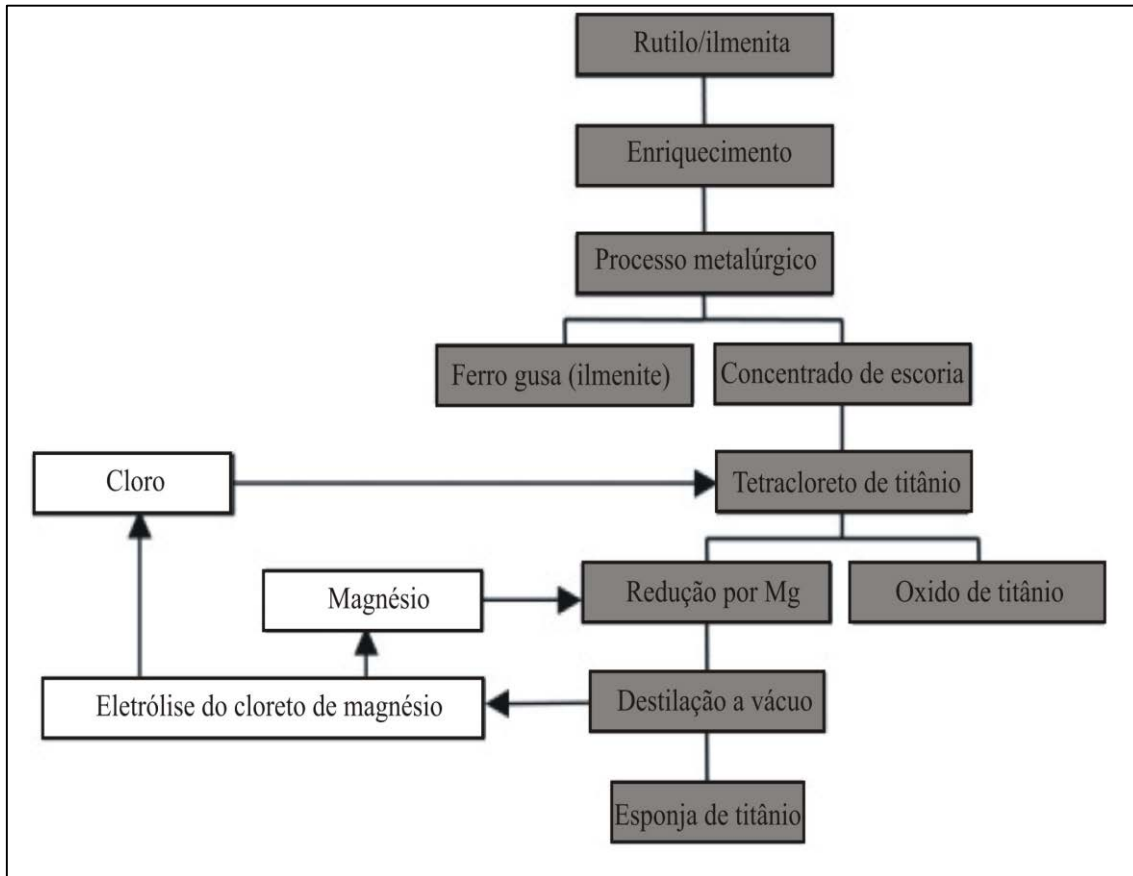
O elemento químico titânio aparece combinado com outros elementos e é o nono elemento mais abundante na terra (ZIMMER, 2011). Segundo Leyens (2003), depois do alumínio, ferro e magnésio, o titânio é o elemento metálico mais abundante.

O elemento titânio foi descoberto pelo mineralogista William Justin Gregor na Inglaterra em 1791, em um mineral conhecido como ilmenita (FeTiO_3). Quatro anos após esta descoberta, o químico alemão Heinrich Klaproth identificou na Hungria esse elemento a partir do mineral denominado rutilo (TiO_2) nomeando-o definitivamente como titânio (LOPES, 2009).

Inúmeras tentativas para isolar o elemento titânio foram efetivadas, no entanto, somente em 1910, sua forma pura foi produzida por Matthew Albert Hunter. Na década de 40, Wilhelm Justin Kroll apresentou o processo “Kroll” que permitiu produzir titânio em larga escala. O método “Kroll” (Figura 3) é o mais utilizado na produção industrial e permite obter titânio a partir do rutilo (TiO_2), que converte o óxido inicialmente em tetracloreto de titânio (TiCl_4). Normalmente, usa-se o magnésio para reduzir esse cloreto e produzir titânio na forma de esponja e cloreto de magnésio (LOPES, 2009).

O titânio e suas ligas ganharam notoriedade devido à corrida armamentista a partir da Segunda Guerra Mundial, sendo usado principalmente em aplicações aeronáuticas (LÜTJERING, 2010; PETERS et al., 2005). Em 1948, a Companhia DuPont foi a primeira empresa a produzir titânio em escala comercial (LOPES, 2009). A liga Ti-6Al-4V ($\alpha + \beta$) foi produzida em 1954 e no final do século XX ganhou destaque devido a excelente combinação entre propriedades mecânicas, produtividade e custo, ocupando 56% do mercado de titânio metálico dos EUA (LÜTJERING, 2010; LOPES, 2009).

Figura 3 - Método Kroll para obtenção de esponjas de titânio



Fonte: Leyens (2003)

A produção mundial anual de titânio na forma de esponja é menor do que a produção anual de alumínio e aço (FRAY, 2008; LOPES, 2009), e isto se deve ao alto custo do titânio e pela dificuldade de beneficiamento e processo de redução, que pode levar até 17 dias, restringindo assim seu uso às funções mais nobres como implantes cirúrgicos, indústria aeroespacial e aeronáutica, peças submetidas a altas taxas de corrosão (PEIXOTO, 2006; LOPES, 2009; ZIMMER, 2011).

Segundo Morcelli (2009), o elemento titânio é classificado como metal de transição, possui excelentes propriedades físicas, como elevado ponto de fusão (1660 ± 10 °C) e ponto de ebulição (3287 °C), a baixa densidade ($4,51 \text{ g/cm}^3$) e o módulo de elasticidade (acima de 127 GPa). O titânio é ainda classificado como metal leve devido à excelente razão entre alta resistência mecânica ($> 400 \text{ MPa}$) e baixa densidade ($4,51 \text{ g/cm}^3$). Quando é necessário em alguma aplicação a redução do peso, sem diminuir a resistência mecânica, o titânio pode ser usado com eficiência, pois sua resistência é semelhante ao aço, com aproximadamente metade do peso.

Segundo Lopes (2009), sua configuração eletrônica incompleta ($1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^2 4s^2$) permite solução sólida substitucional por elementos com até 20% do raio atômico do titânio (0,145 nm). Dentre as propriedades químicas, destaca-se a alta reatividade mesmo em temperaturas intermediárias e forma solução sólida intersticial com elementos leves como hidrogênio, carbono, nitrogênio e oxigênio. Esses elementos e a execução de tratamentos térmicos podem ser utilizados para aumentar a resistência mecânica de diversos graus do titânio comercialmente puro (Ti c.p.) (LOPES, 2009; MORCELLI, 2009).

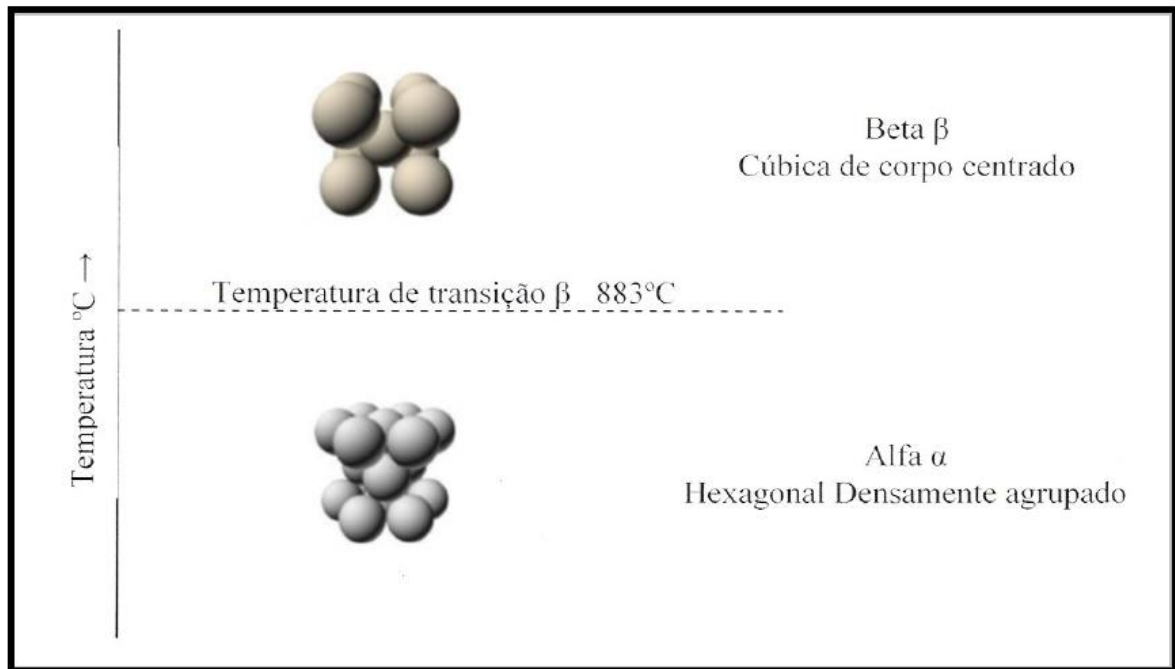
O titânio apresenta ainda alta resistência à fadiga e à corrosão, atribuída pela formação de uma camada de óxido, do tipo TiO_2 , aderente e protetora. O titânio e suas ligas possuem excelente resistência à corrosão em água do mar e na maior parte dos ácidos orgânicos (MORCELLI, 2009).

À temperatura ambiente, o titânio puro apresenta uma estrutura cristalina hexagonal compacta (HC) denominada fase α , a qual se mantém estável até aproximadamente 882 °C; nessa temperatura ocorre uma transformação alotrópica (Figura 4), acima desta temperatura muda para uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), um alótropo chamado de fase β , que é estável até a temperatura de fusão (LOPES, 2009; MORCELLI, 2009).

A adição de elementos β estabilizadores de liga altera a temperatura β *transus* e permite otimizar de maneira significativa a resistência mecânica, resistência à fadiga, módulo de elasticidade, ductilidade, resistência à fluência e conformabilidade, o que torna o titânio um dos mais versáteis materiais estruturais disponíveis (LOPES, 2009).

Segundo Morcelli (2009), o titânio não é tóxico mas, apesar de fisiologicamente inerte, o pó é carcinogênico. Uma das desvantagens do titânio é que ele requer uma atmosfera inerte para seu processamento, pois é um elemento muito reativo à altas temperaturas. Uma outra dificuldade é o beneficiamento e processamento que chega a consumir 16 vezes mais energia do que o aço na sua obtenção e por isso exige que seu produto acabado possua elevado valor agregado. O titânio apresenta baixa resistência ao desgaste devido a três fatores: a fragilidade do filme de óxido formado, o sistema de escorregamento de metais hexagonais compactos e sua natureza reativa (ZIMMER, 2011; PEIXOTO, 2006; BILESSIMO, 2012).

Figura 4 - Transformação alotrópica do titânio



Fonte: Silva (2006)

Na fase α , a difusão é prejudicada devido à alta densidade atômica da estrutura HC, por consequência o coeficiente de difusão da fase α é pelo menos uma ordem de grandeza menor do que na fase β que possui estrutura CCC. Tal fato permite que ligas α possam ser empregadas em altas temperaturas sem que ocorra a degradação de propriedades pela difusão de átomos intersticiais (LOPES, 2009).

O volume da célula unitária CCC aumenta aproximadamente 8,87 %, quando acontece a transformação estrutural HC para CCC, pois a estrutura cristalina CCC apresenta um fator de empacotamento menor do que a estrutura HC. As fases α e β apresentam comportamento mecânico diferente devido à sua estrutura cristalina. A conformação plástica dos metais ocorre basicamente por maclação e principalmente por escorregamento de planos atômicos (LOPES, 2009).

2.4 CLASSIFICAÇÃO DAS LIGAS DE TITÂNIO

De acordo com a natureza da sua microestrutura, as ligas de titânio são classificadas como ligas α , $\alpha + \beta$ e β , com subdivisões em quase- α e β metaestável (LEYENS, 2003; BALAZIC et al., 2007). Na Tabela 1 são apresentados os três grupos de ligas de titânio já mencionadas.

Tabela 1 - Classificação das ligas de titânio de acordo com as fases presentes em sua microestrutura à temperatura ambiente

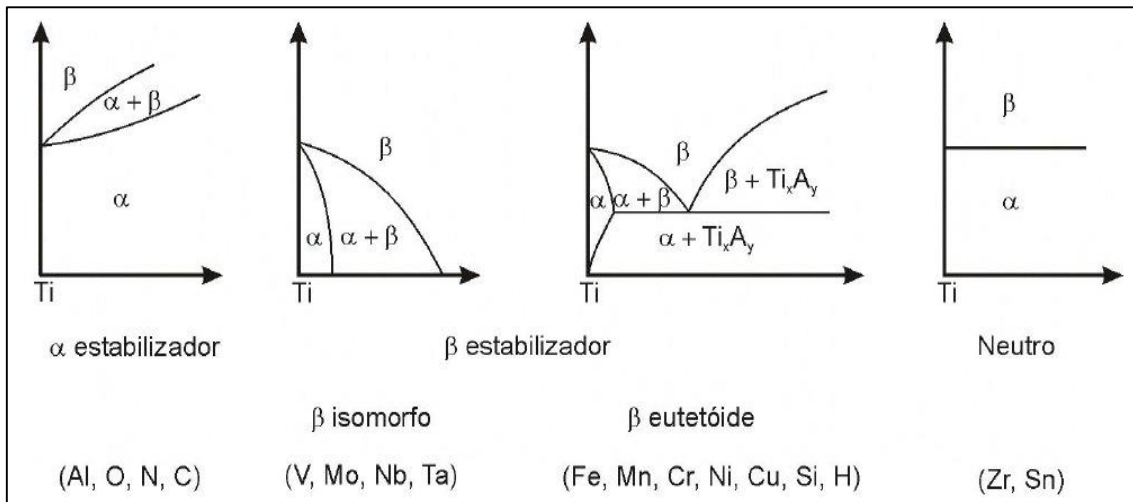
Alfa (α)	Alfa+beta ($\alpha+\beta$)	Beta (β)
Ti-0,2Pb	Ti-6Al-4V	Ti-13V-11Cr-3Al
Ti-5Al-2,5Sn	Ti-8Mn	Ti-Al-8V-5Fe
Ti-8Al-Mo-V	Ti-7Al-4Mo	Ti-12Mo-6Zr-2Fe
Ti-6Al-2Co-Ta-Mo	Ti-4Al-3Mo-V	Ti-13Nb-13Zr
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	Ti-3Al-2,5V	Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr

Fonte: Adaptado de Knoll (2006) e Niinomi, (2003)

Os elementos presentes na liga do titânio dividem-se em três categorias: α -estabilizadores (Al, O, N e C), β -estabilizadores, que podem ser subdivididos em isomorfos (Mo, V, Nb e Ta) e eutetóides (Cr, Fe, Si, Ni, Cu, Mn e W) e elementos neutros (Zr e Sn) (LONG, 1998).

Enquanto os elementos α -estabilizadores conduzem a um aumento da temperatura de transformação alotrópica da fase α para β , outros elementos, descritos como β -estabilizadores, provocam uma diminuição em tal temperatura. Quando uma transformação eutetóide ocorre, ou seja, uma fase sólida já transformada se transforma em duas novas fases sólidas diferentes entre si e da original, este β -estabilizador é denominado estabilizador- β eutetóide (Cr, Fe, Si, Ni, Cu, Mn e W), caso contrário, ele é chamado de estabilizador- β isomorfo (Mo, V, Nb e Ta). Se a temperatura de transformação alotrópica não for afetada, o elemento ligante é classificado como elemento neutro (PETERS et al., 2003). A Figura 5 mostra um esquema representativo dos tipos de diagrama de fases do titânio e seus elementos de ligas.

Figura 5- Efeito dos elementos de liga na estabilidade das fases em ligas de titânio: (a) estabilizador α (b) estabilizador β tipo isomorfo, (c) estabilizador β tipo eutetóide e (d) neutro



Fonte: Lütering (2010)

2.4.1 Ligas α

Ligas que apresentam pequenas quantidades em volume entre 2 – 5 % da fase β estabilizada são classificadas como ligas α (LOPES, 2009; LÜTJERING, 2010). Essas ligas apresentam a estrutura hexagonal compacta (HC) do titânio puro em baixas temperaturas e podem conter elementos de ligas substitucionais ou intersticiais (O, N, C) (LOPES, 2009).

A resistência mecânica pode ser aumentada através da diluição de pequenas quantidades de elementos de liga, tais como N, Fe e O, porém a ductilidade diminui significativamente, dificultando o processamento do material a temperatura ambiente. As ligas α apresentam um razoável nível de resistência mecânica, elevada tenacidade à fratura, boa soldabilidade e alta resistência à fluência, mas possuem pouca conformabilidade devido à estrutura cristalina HC (MORCELLI, 2009).

Segundo Lopes (2009) e Morcelli (2009), as ligas α apresentam alta resistência à fluência, o que possibilita a utilização em aplicações em alta temperatura e; ao contrário das ligas β , estas ligas não aumentam sua resistência por tratamento térmico uma vez que as fases metaestáveis não se mantêm após o resfriamento a partir de altas temperaturas, não sendo possíveis grandes modificações na microestrutura e nas propriedades mecânicas quando tratamentos térmicos a altas temperaturas são realizados. Estas ligas são utilizadas na condição recozida ou recristalizada para eliminar as tensões residuais de processos mecânicos.

Como a fase α não está sujeita a transição dúctil-frágil, estas ligas são adequadas para tratamentos à temperaturas muito baixas.

2.4.2 Ligas quase- α

As ligas classificadas como tipo quase- α apresentam uma estrutura $\alpha + \beta$ com fração volumétrica da fase β entre 5 – 10 %. Estas ligas são recomendadas para aplicações em altas temperaturas de serviço, devido à combinação de resistência à fluência das ligas α com resistência mecânica das ligas tipo $\alpha + \beta$. As ligas desenvolvidas atualmente para este fim podem operar em temperaturas entre 500 e 600 °C. O uso do elemento Al nas ligas de titânio foi limitado a no máximo 6 % em peso por gerar problemas de corrosão por tensões. Entre estas ligas temos a Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si e Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si (LEYENS, 2003; LÜTJERING, 2010; PETERS et al., 2005).

2.4.3 Ligas $\alpha + \beta$

São classificadas ligas $\alpha + \beta$ por apresentarem quantidade suficiente de estabilizadores α e β (entre 10 e 50 %) a temperatura ambiente e as combinações destas fases permitem obter um balanço ótimo de propriedades. Diferentemente das ligas α , as ligas $\alpha + \beta$ podem ser tratadas termicamente com a finalidade de melhorar suas propriedades mecânicas (PETERS et al., 2003; LOPES, 2009).

A liga $\alpha + \beta$ mais utilizada comercialmente é a Ti-6Al-4V com consumo de aproximadamente 50% de todo o titânio metálico produzido mundialmente (ZENG, 2005).

A liga Ti-6Al-4V é uma das ligas mais conhecidas por possuir estruturas cristalinas hexagonal compacta (fase alfa) e cúbica de corpo centrado (fase beta) presentes à temperatura ambiente. Devido ao fato que o Al é um elemento estabilizador da fase α e o V é um elemento estabilizador da fase β , esta liga apresenta excelentes propriedades, tais como boa conformabilidade mecânica, baixa densidade, boa ductilidade, elevada resistência à fadiga e excelente resistência à corrosão pois, a presença do alumínio nesta liga aumenta a resistência mecânica a altas temperaturas, enquanto a adição de 4% de vanádio aumenta a resistência mecânica por dois mecanismos: por solução sólida e por estabilizar a fase β à temperatura ambiente (JESUINO et al., 2001; LOPES, 2009).

Quanto à microestrutura, em função do tratamento térmico empregado as fases α e β podem coexistir em três configurações diferentes: na forma lamelar ou Widmanstätten, equiaxial e bimodal (LEE, 2008; RAMOSOEU, 2010; GREGOLIN, 2013).

2.4.4 Ligas quase- β

As ligas quase- β possuem elevada quantidade de elementos β -estabilizadores misturados com pequenas concentrações de α -estabilizadores. Por apresentar baixos teores de solutos estabilizadores da fase α , a cinética de nucleação e crescimento da fase estável α é bastante lenta, permitindo a manutenção da fase β metaestável à temperatura ambiente, podendo assim ser trabalhada dentro do campo β à 800 °C. Em geral, as ligas quase- β apresentam boa resistência mecânica e ductilidade. Pode-se citar como exemplo de ligas quase- β a liga Ti-13Nb-13Zr (MELLO, 2004; NIINOMI, 1998).

2.4.5 Ligas β estáveis e metaestáveis

O estado metaestável é quando um sistema aparenta e preenche os requisitos para ter atingido o equilíbrio, mas não está em um estado de equilíbrio verdadeiro (STOLEN, 2004).

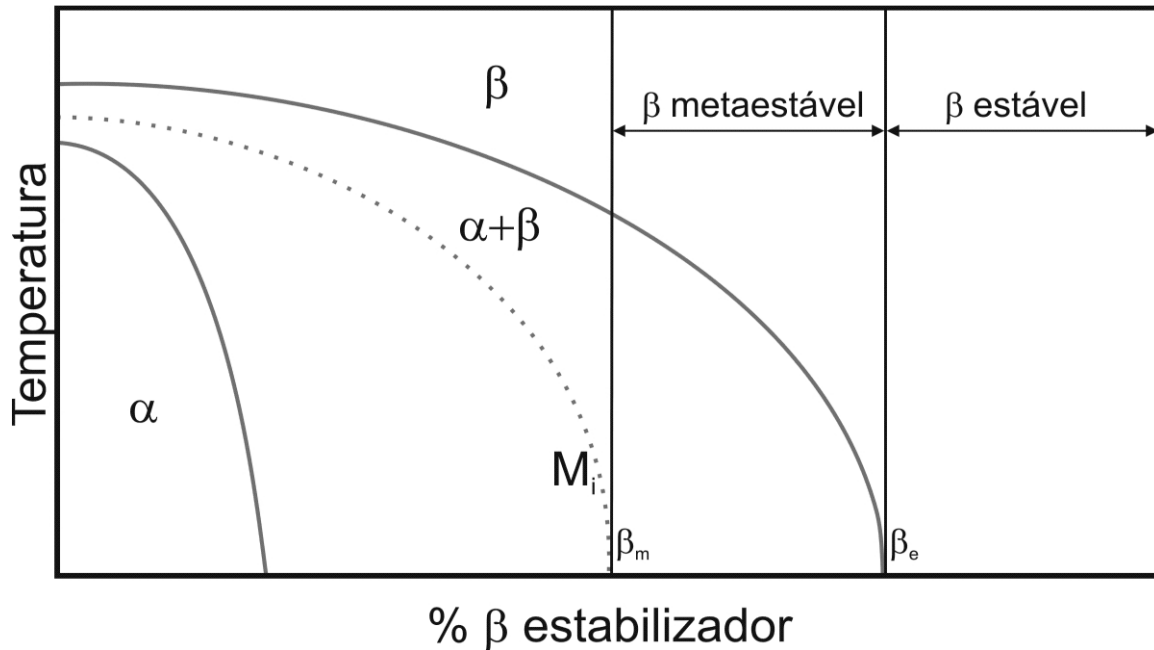
As ligas de titânio tipo β são obtidas pela adição de elementos β estabilizadores em quantidade suficiente para alterar a temperatura β *transus* de modo a tornar a fase β estável à temperatura ambiente (CARDOSO, 2008).

Segundo Morcelli (2009), se a quantidade de β estabilizador é elevada o suficiente para diminuir a temperatura de início da transformação martensítica (M_s) para uma temperatura inferior à temperatura ambiente, a nucleação e crescimento da fase α será muito dificultada e assim, a fase β metaestável será mantida mesmo à temperatura ambiente sob resfriamento rápido.

De acordo com Lopes (2009), o diagrama da Figura 6 demonstra que quando o teor de β estabilizador é menor que o ponto crítico β_e a liga quando resfriada rapidamente de altas temperaturas poderá apresentar microestrutura com fases metaestáveis, como as fases martensíticas α' e α .

Pode-se citar como exemplo de ligas β da liga Ti-16Nb-10Hf e da liga β metaestável podem ser mencionadas as ligas Ti-15Mo e Ti-10V-2Fe-3Al (LIMA, 2004; CARDOSO, 2008; PETERS et al., 2005).

Figura 6- Esquema da influência do elemento β estabilizador no diagrama de fase binário do titânio



Fonte: Long (1998)

Algumas dessas ligas quando processadas corretamente apresentam excelente combinação de resistência mecânica, tenacidade à fratura, moderada resistência à fadiga em alto ciclo, baixa resistência à fluência, baixo módulo de elasticidade, além de boa conformabilidade à frio (BALAZIC et al., 2007; LOPES, 2009). Porém, o uso das ligas tipo β é restrito pelo relativo alto peso específico, pobre resistência à corrosão, modesta soldabilidade e microestrutura complexa (LEYENS, 2003).

Segundo Lopes (2009), uma das características importantes das ligas β é que quando envelhecidas elas apresentam a fase α nucleada preferencialmente nos contornos de grão, formando uma camada livre de elementos β estabilizadores.

2.5 FASES METAESTÁVEIS DAS LIGAS DE TITÂNIO

Segundo Lopes (2009), as fases comumente formadas em condições de equilíbrio termodinâmico em ligas de titânio são α e β . As ligas de titânio apresentam diferentes fases de acordo com os seguintes fatores: temperatura, pressão, taxa de resfriamento e teor de elementos de ligas. As ligas tipo β tratadas termicamente podem apresentar fases metaestáveis, por exemplo, martensita α' ou α'' .

2.5.1 Fase α'

A fase α' é uma estrutura supersaturada da fase α que é produto de um processo de transformação martensítica. Este processo de transformação ocorre sem difusão e por cisalhamento de planos atômicos, produto de um resfriamento rápido a partir de temperaturas acima da temperatura de início de formação da martensita (M_s). Esta fase apresenta a mesma composição da matriz com estrutura HC devido ao fato de ser produto de uma transformação sem difusão atômica e apresenta morfologias martensíticas em forma de agulhas e acicular (LOPES, 2009).

2.5.2 Fase α''

Segundo Lopes (2009) acima de determinados teores de elemento β estabilizador, as ligas resfriadas rapidamente a partir do campo β apresentam a fase α' com distorção, dando origem à fase martensítica ortorrômbica α'' , a qual é uma fase de transição formada durante a transformação $\beta \rightarrow \alpha'$.

A fase α'' tem origem basicamente por meio do resfriamento rápido a partir de temperaturas no campo β devido processo de transformação por cisalhamento microscópico e homogêneo (LÜTJERING, 2010) ou pela transformação martensítica induzida por tensão mecânica à temperatura ambiente (LAHEURT, 2005).

2.6 A LIGA Ti-6Al-4V

O titânio e a liga Ti-6Al-4V tem sido usados em aplicações como biomaterial desde 1960, gradativamente o titânio comercialmente puro foi sendo substituído pela liga Ti-6Al-4V que atualmente é a liga mais utilizada em implantes devido à suas excelentes propriedades, tais como boa conformabilidade mecânica, excelente grau de biocompatibilidade, elevada resistência à fadiga e excelente resistência à corrosão e uma relação peso/resistência das melhores já encontrada nos metais. As fases α e β podem coexistir em três configurações diferentes: lamelar, equiaxial ou bimodal (RAMOSOEU, 2010; JARDINI et al., 2014; LOPES, 2009; GREGOLIN, 2013).

Com a adição do elemento α estabilizador (alumínio) e β estabilizador (vanádio), ambas as fases, α e β , podem coexistir à temperatura ambiente nas ligas Ti-6Al-4V. Porém, devido à presença do alumínio, a temperatura da linha de transição β (T_β) é de 995 °C, ou

seja, maior do que para o titânio puro. Na literatura referente ao Ti-6Al-4V, reporta-se que a microestrutura martensítica é obtida quando a taxa de resfriamento é maior do que 410 K/s (WANG, 2006; MURR et al., 2008; AHMED; RACK, 1998; CRESPO, 2008).

2.7 MICROMECHANISMOS DE FRATURA

Novas ligas são desenvolvidas pela necessidade de materiais de alta resistência mecânica, elevada tenacidade e elevada resistência à corrosão. A falha de materiais de engenharia é quase sempre indesejável, pois, são colocadas em risco vidas humanas, perdas econômicas dentre outras. Por este motivo, a determinação do processo de fratura é importante para o entendimento dos motivos que levaram à falha (SOKEI et al., 2012).

A fractografia é uma excelente ferramenta para obter informações e compreender como sucede o processo de falha nos materiais. O termo fractografia vem da união dos termos “*fractus*” (fratura) e “*grapho*” (tratamento descritivo, desenho) do latim sendo a técnica empregada para a descrição da topografia da superfície de fratura com o objetivo de avaliar as causas e mecanismos da fratura ocorrida.

Do ponto de vista microscópico, a fratura pode acontecer basicamente por cinco micromecanismos: alveolar (“dimples”), intergranular, clivagem, quase-clivagem e fadiga (DIETER, 1988). O micromecanismo de fratura alveolar é associado à deformação plástica microscópica intensa que ocorre em vários materiais de estrutura cristalina e composição química diferentes. A ruptura por “dimples” se caracteriza por possuir três estágios distintos: nucleação, crescimento e coalescimento de microvazios por quebra ou decoesão das partículas de segunda fase com a matriz, dependendo da natureza da partícula e da matriz (FERREIRA, 1998; GUIMARÃES, 1997).

Muitos materiais usados em engenharia são ligas contendo grande quantidade de partículas tais como carbonetos, nitretos, carbonitretos e inclusões não metálicas. Interferem no processo fatores metalúrgicos tais como: tamanho das partículas, resistência das partículas, distribuição das partículas e concentração da deformação.

Em geral, podem acontecer nos materiais grandes deformações por cisalhamento, mas uma pequena quantidade de material ao redor da partícula não será deformada causando um sério defeito entre a partícula e o seu redor imediato. Logo, grandes tensões serão exercidas na interface e aparecerão na frente da trinca microvazios como resultado da quebra de partículas ou da decoesão da interface, que passam a atuar como concentradores de tensões. Com a deformação do material estes microvazios crescem e coalescem por um mecanismo interno de

estricção formando os alvéolos. (FERREIRA, 1998; GUIMARÃES, 1997; HERTZBERG, 1996).

Os alvéolos podem ser transgranulares quando a fratura acontecer na condição subenvelhecida e intergranulares na condição superenvelhecida. Por meio da análise das superfícies de fratura de diversos materiais, comumente constatamos a presença de “dimples” (microcavidades) de tamanhos diversos que são formados de acordo com os espaços entre os microvazios adjacentes e de acordo com os tipos e dimensões das inclusões. (FERREIRA, 1998; GUIMARÃES, 1997).

Através da literatura, constatou-se que a microestrutura equiaxial possui boa resistência à nucleação de trinca, enquanto que a microestrutura acicular possui boa resistência à propagação de trinca (ZIMMER, 2011).

2.8 COALESCIMENTO DAS MICROCAVIDADES

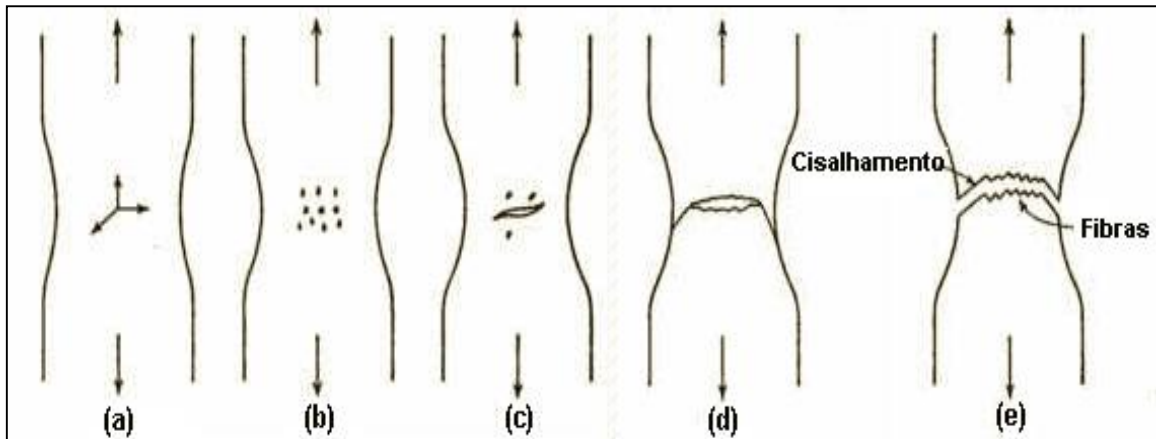
A análise do comportamento da maioria dos materiais metálicos dúcteis no ensaio de tração permite verificar a presença de vários estágios característicos que conduzem a fratura dúctil:

1. Após a máxima carga aplicada haverá o início de deformação localizada com a formação de estricção acentuada em uma região do corpo de prova. (empescoçamento do corpo de prova).
2. Uma vez que o material apresenta boa ductilidade inicialmente haverá um descolamento das inclusões (ou partículas de segunda fase) com respeito à matriz metálica surgindo as microcavidades.
3. Crescimento e união destas microcavidades (coalescimento das microcavidades) na região estrita.
4. Nucleação da trinca e propagação dessa trinca em direção perpendicular a direção de tração do corpo de prova.
5. Distribuição da trinca em direção a 45° com a direção de tração, provocando a ruptura do corpo em duas partes no modo típico de taca-cone.

Na figura 7, é apresentada a estricção de um corpo de prova seguido pela nucleação de cavidades na seção central do mesmo. A fratura é controlada por deformação. A figura 8

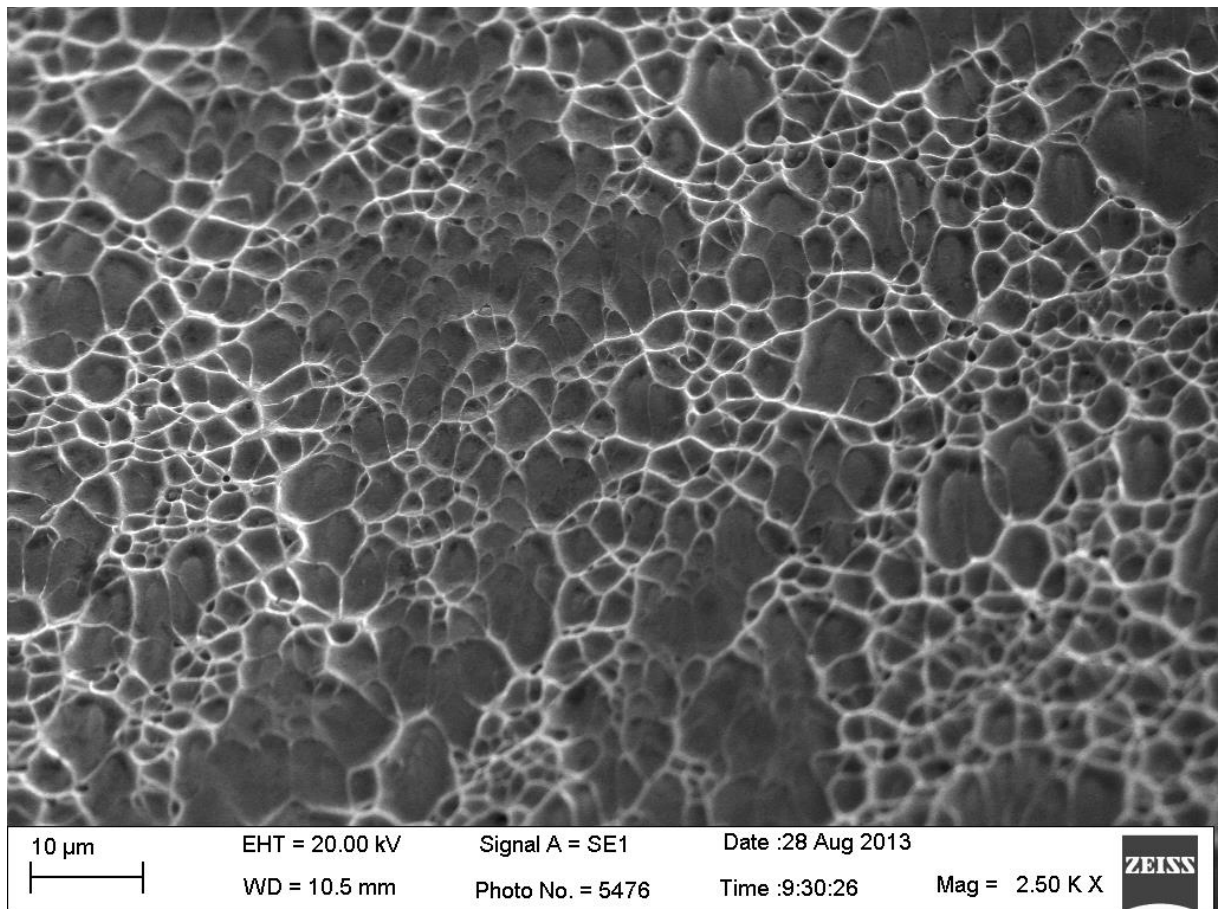
apresenta o aspecto de uma fratura por coalescimento de microcavidades que vai diminuindo a seção resistente do corpo.

Figura 7 - Estricção de um corpo de prova cilíndrico. Na figura o desenho esquemático do fenômeno



Fonte: Metals Handbook. (1980)

Figura 8 - Microcavidades na seção de fratura de uma amostra analisada via MEV



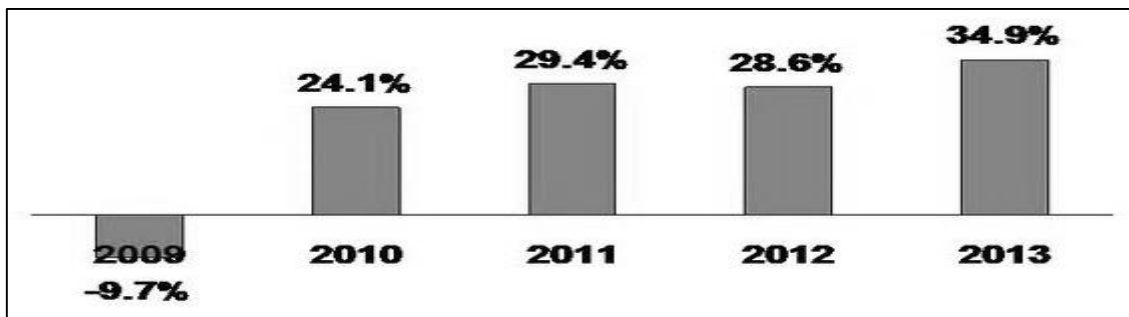
Fonte: Próprio autor.

3 MANUFATURA ADITIVA

A manufatura aditiva (MA) teve sua origem na década de 70 e seu desenvolvimento no final da década de 80 e logo se tornou uma inovação tecnológica dos processos de fabricação por adição de material. O mesmo foi denominado prototipagem rápida (PR) pois, sua concepção inicial tinha como propósito a fabricação rápida de protótipos, sem muitas exigências em termos de resistência e precisão, visando criar uma estratégia mais bem elaborada para futuros problemas, antes de uma produção em larga escala (CARVALHO; VOLPATO, 2007).

Segundo relatórios de 2010 a 2014 de uma das maiores empresas do ramo de consultoria na área de prototipagem e que participa desde 1993 ativamente no mercado dando informações sobre a manufatura aditiva através de revistas, a indústria de impressão 3D teve um crescimento de 34,9 % no ano de 2013 como pode ser visto no gráfico da Figura 9 (WOHLERS, 2013).

Figura 9 - Crescimento anual da indústria de impressão 3D



Fonte: Wohlers Report (2013)

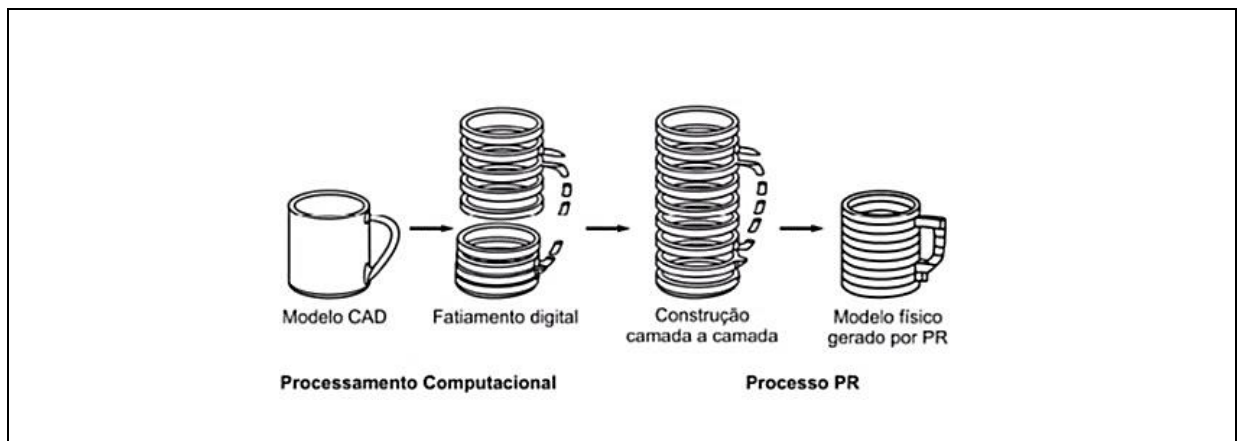
O resultado negativo de 2009 se deve ao fato da recessão global, onde houve uma grande crise econômica. No mesmo período de 2009 a 2013 foram arrecadados em torno de 3,07 bilhões de dólares ao todo da indústria de impressão 3D.

Um tempo atrás, a MA era considerada pelo Brasil uma maravilha tecnológica, contudo empresas que tiveram o contato direto com esta nova tecnologia, hoje a encaram com mais naturalidade e uma visão empreendedora. Apesar dos altos custos de importação, que variam em torno de 70 % (taxas, impostos, transporte e seguro) e custos com manutenção anual que variam em torno de 15 % do valor de aquisição, existe uma crescente demanda por protótipos rápidos (VOLPATO et al., 2006).

Segundo Volpato et al. (2006) apesar de o Brasil não possuir um incentivo direto para a MA, no final do ano de 2004 já existia um total de 51 máquinas instaladas. Comparando este número com outros países no mesmo período, como por exemplo, EUA com 5.852 máquinas (114 vezes a mais), Japão com 2.278 máquinas (44 vezes a mais) e China com 1.023 máquinas (20 vezes a mais), o Brasil possuía uma diferença considerável.

A manufatura aditiva é baseada em um processo de camadas que gera a peça pela união gradativa de material, camada por camada, utilizando seções transversais obtidas a partir do modelo 3D de um software de desenho assistido por computador (CAD) (WOHLERS, 1998; ULBRICH, 2007; GUO; LEU, 2013). Segundo Oliveira (2008), por ser um processo adição de material camada a camada, a partir de um modelo computacional, a manufatura aditiva permite a obtenção de modelos físicos com geometrias bastante complexas. Todas as técnicas de MA existentes no mercado atual, basicamente seguem as etapas apresentadas na Figura 10.

Figura 10 – Representação das etapas básicas do processo de manufatura aditiva



Fonte: Volpato et al. (2006)

Atualmente existem mais de 20 técnicas de manufatura aditiva. O Quadro 2 apresenta as tecnologias disponíveis no mercado nacional classificada de acordo com o tipo de processo.

O processo de manufatura aditiva pode produzir peças em polímeros, cerâmicos, metais e compósitos e possui um amplo campo de aplicação, compreendendo o setor joalheiro, de brinquedos, de projetos e protótipos, a paleontologia, além dos setores da medicina, aeronáutica e automobilismo (FERREIRA; SANTOS; SILVA, 2007; GUO; LEU, 2013; LONGHITANO, 2015).

Quadro 2 - Processos e tecnologias da MA

Processo	Tecnologia
Processos baseados em líquido	➤ Estereolitografia (SL) ➤ Impressão a Jato de tinta (IJP) “Polyjet”
Processos baseados em pó	➤ Sinterização Seletiva a Laser (SLS) ➤ Sinterização Direta de Metal por Laser (DMLS) ➤ Impressão Tridimensional (3DP ou 3DPrinter).
Processos baseados em sólido	➤ Modelagem por Fusão e Deposição (FDM)

Fonte: Dados adaptados de Silva e Kaminski (2007)

O fato das propriedades mecânicas não serem as mesmas dos materiais fabricados por métodos convencionais configura uma desvantagem para o processo de manufatura aditiva, pois como a confecção é feita em camada o material apresenta anisotropia, a precisão e acabamento superficial da peça são inferiores aos das peças produzidas por usinagem e o preço das máquinas de prototipagem é alto (CARVALHO; VOLPATO, 2007; GUO; LEU, 2013).

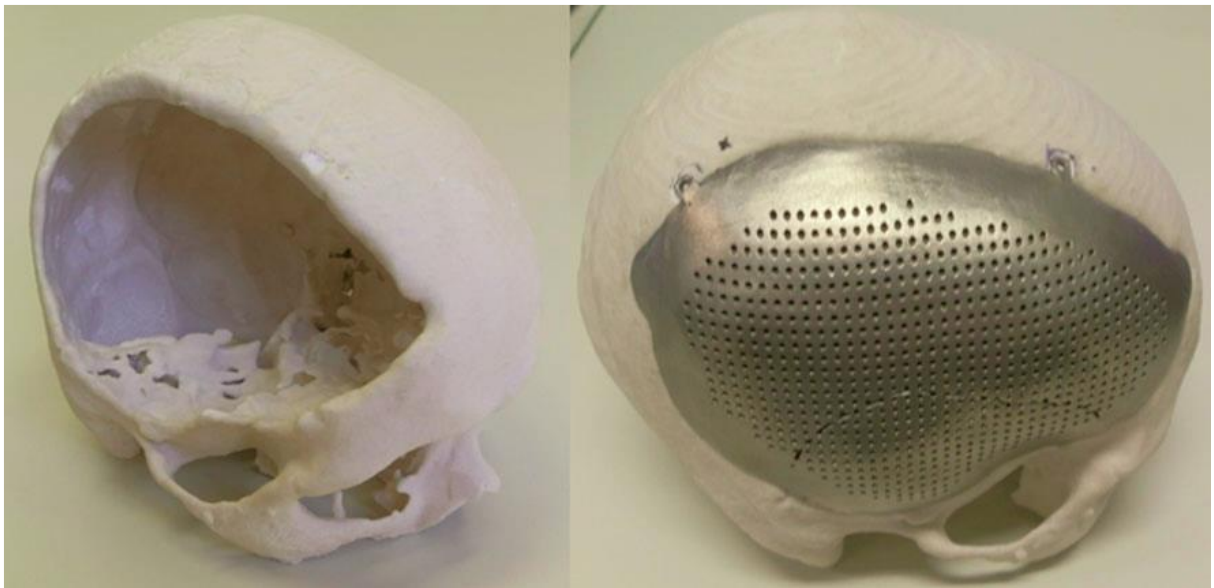
Segundo Bertol (2010), um assunto de grande interesse dentro da engenharia biomédica são as próteses personalizadas. Este tipo de produto se destaca por auxiliar o diagnóstico e o planejamento de cirurgias complexas, apresentar uma redução no tempo de cirurgia, diminuindo a possibilidade do paciente adquirir infecção hospitalar, e obter melhores resultados estéticos devido à sua perfeita interação com a anatomia humana. Em contrapartida, as próteses personalizadas possuem custo mais elevado quando comparadas às próteses padronizadas e métodos de moldagem “in-situ”.

3.1 PROTÓTIPOSCOM FINALIDADECIRURGICA

A metodologia de fabricação de biomodelos (termo amplamente utilizado para descrever os protótipos utilizados para fins de planejamento cirúrgico e outras aplicações médicas) exige forte integração entre a área de manufatura aditiva e diagnóstico de imagens. Os biomodelos podem ser utilizados para facilitar o planejamento cirúrgico e promover uma

boa comunicação entre médico e paciente. Sua utilização facilita os procedimentos cirúrgicos, diminui os riscos de infecção e rejeição, diminui o tempo de cirurgia e, portanto, o tempo de anestesia (MEURER, 2002; VOLPATO, 2007; JARDINI et al., 2014). A Figura 11 mostra um biomodelo em gesso reproduzido a partir do crânio danificado de um paciente e a prótese metálica de Ti-6Al-4V via Sinterização Direta de Metal por Laser (DMLS).

Figura 11 - Biomodelo e implante personalizado produzido na Ti-6Al-4V via DMLS para cirurgia craniana



Fonte: Jardim et al. (2014)

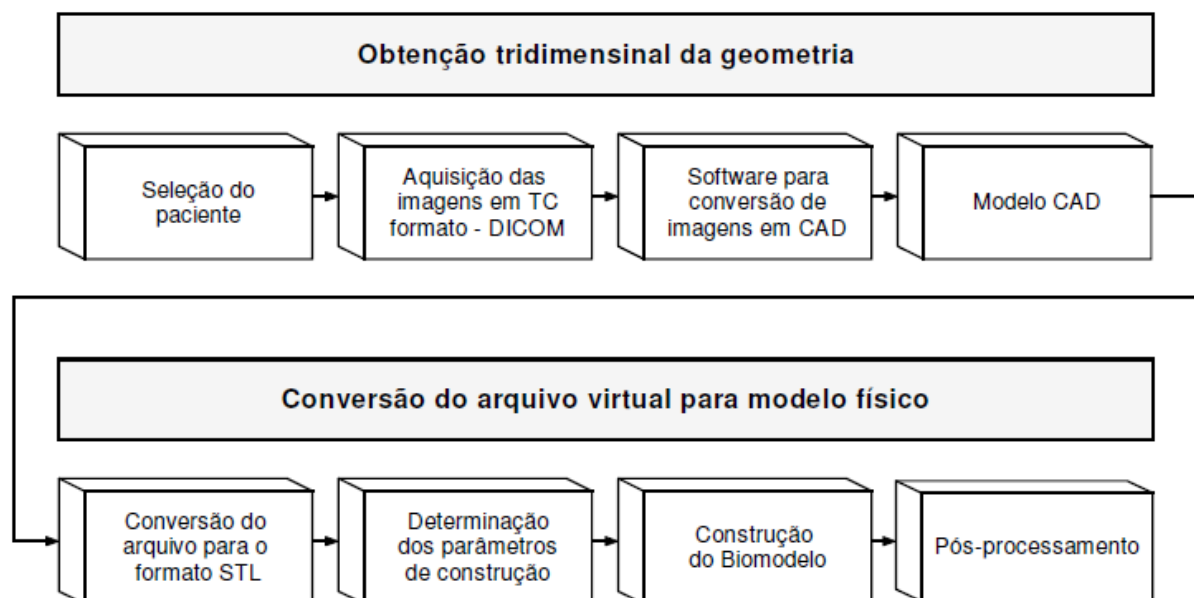
Segundo Ulbrich (2007), o planejamento cirúrgico pode ser auxiliado pelas tecnologias de prototipagem rápida e digitalização. Atualmente estão disponíveis no mercado vários tipos de softwares comercializáveis com o objetivo de fazer a conversão dos dados da tomografia para um modelo 3D.

Meurer (2002) considera oito etapas no processo de obtenção dos biomodelos, a saber: (1) Seleção do paciente; (2) Aquisição das imagens bidimensionais em tomografia computadorizada ou ressonância magnética e apresentam arquivo formato DICOM (*Digital Imaging Communications in Medicine*); (3) Software específico - Manipulação das imagens - produz o modelo CAD; (4) Modelo CAD (*Computer Aided Design*); (5) Conversão do Arquivo para o formato STL (*Structure Triangularization Language*), onde os softwares mais utilizados são InVesallius, Analyze, Mimics, VWorks, ScanIP, 3D Doctors, BioBuild, Anatomics, Julius, Osirix e SliceOMatic; (6) Determinação dos parâmetros de construção; (7) Construção do Biomodelo e (8) Pós-processamento.

Já Lima (2003) resume estas etapas em dois grupos, sendo: (1) diagnóstico de uma tomografia computadorizada pode ser apresentado e os resultados obtidos podem ser codificados como uma malha triangular, sendo esta malha convertida em um arquivo do tipo STL; (2) conversão deste arquivo virtual em um modelo físico para análise do problema, onde o arquivo STL é utilizado para a confecção do protótipo.

Na Figura 12 é apresentado um modelo esquemático representando as etapas do processo de obtenção do biomodelo físico, adaptadas das informações dos dois autores citados anteriormente.

Figura 12 - Representação das etapas do processo de aquisição de um biomodelo



Fonte: Ulbrich (2007)

3.2 SINTERIZAÇÃO DIRETA DE METAL POR LASER (DMLS)

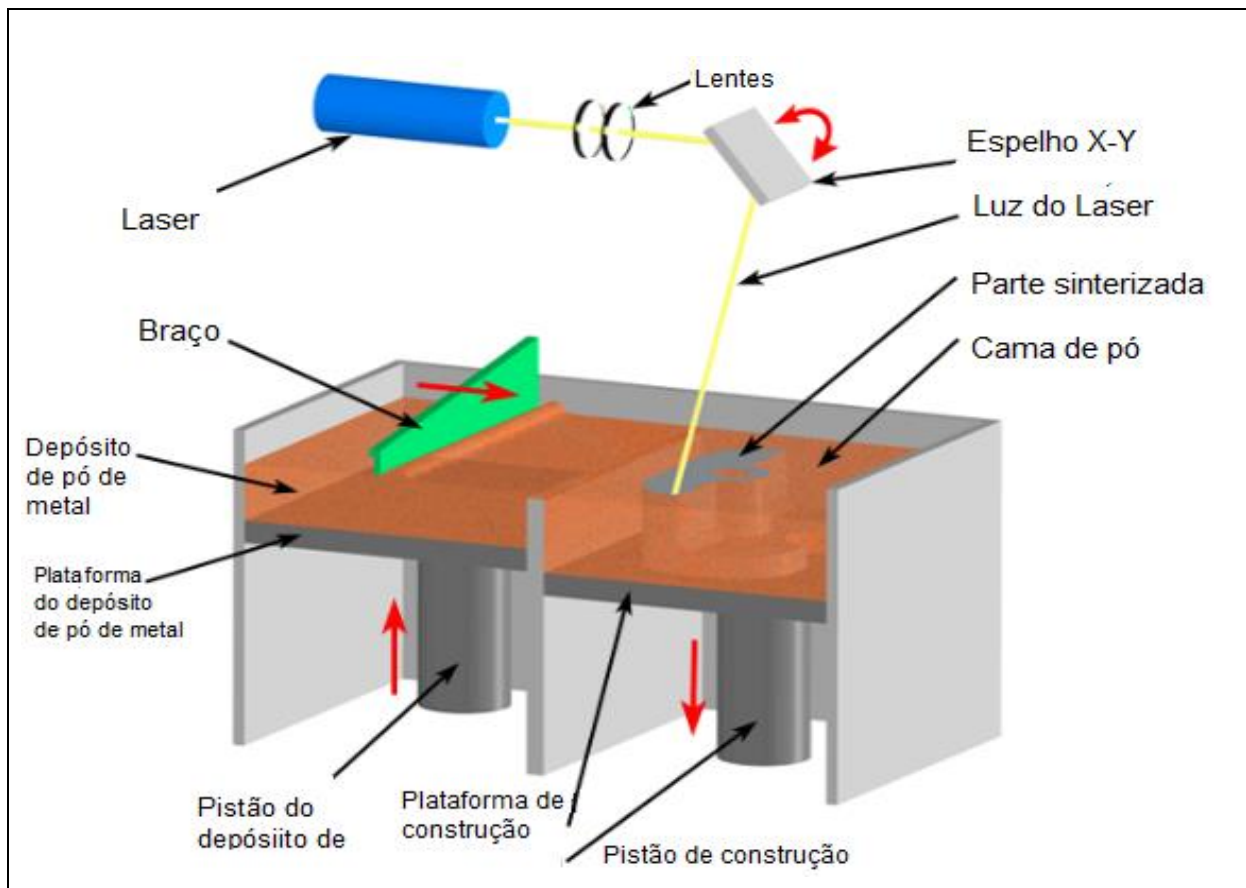
A Sinterização Direta de Metal por Laser, do inglês, *direct metal laser sintering*, é também chamada por alguns autores de fusão seletiva por laser, do inglês, *selective laser melting* (SLM) (LONGHITANO, 2015).

Integrada às técnicas de imagens digitais de tomografia computadorizada e ressonância magnética, o processo DMLS tem sido largamente aplicada na área biomédica visando a produção de implantes de reconstrução óssea, principalmente confeccionados em titânio e suas ligas (ESPERTO; OSÓRIO, 2008; GALVANI et al., 2012).

O processo de construção inicia-se conforme as demais metodologias de fabricação de biomodelos e implantes personalizados, a partir da obtenção de imagens médicas. As imagens são adquiridas, como já citado, e é realizado a transferência dos arquivos como *input* do processamento para a máquina/equipamento de sinterização (GALVANI et al., 2012).

O equipamento apresenta uma câmara que permite, em seu interior, a manutenção de um ambiente inerte e termicamente controlado para a construção da peça. A Figura 13 apresenta um desenho esquemático do processo DMLS. Dentro da câmara, em uma plataforma de construção, uma fina camada de pó metálico é espalhada por meio de um espalhador (ou raspador) formando camadas com espessura uniforme. Na sequência, o pó espalhado é processado por ação de um potente laser (em torno de 150W à 250W) controlado por um sistema de espelhos que efetua a varredura da área a ser sinterizada, correspondente a cada camada (seção XY) da peça, promovendo a confecção de um suporte na placa de Ti-6Al-4V da plataforma caso seja a primeira camada, ou a uma camada de pó sinterizado. Com a incidência do laser, as partículas do material são aquecidas até a temperatura de fusão, unindo-se umas às outras e também à camada anterior. Após a varredura e solidificação da área, a plataforma de construção move-se para baixo (direção Z). O modelo é formado pelas várias camadas de pó sobrepostas e uma atmosfera de gás protetora é mantida sobre a zona de interação do feixe de *laser* e o do pó metálico (LAROSA et al., 2012; GALVANI et al., 2012).

Figura 13 - Princípio de funcionamento do processo DMLS



Fonte: <http://www.3dnatives.com/es/sinterizado-directo-de-metal-por-laser-les-explicamos-todo/>

Segundo Volpato et al (2006), Esperto e Osório (2008), algumas vantagens e desvantagens do processo DMLS, podem ser destacadas:

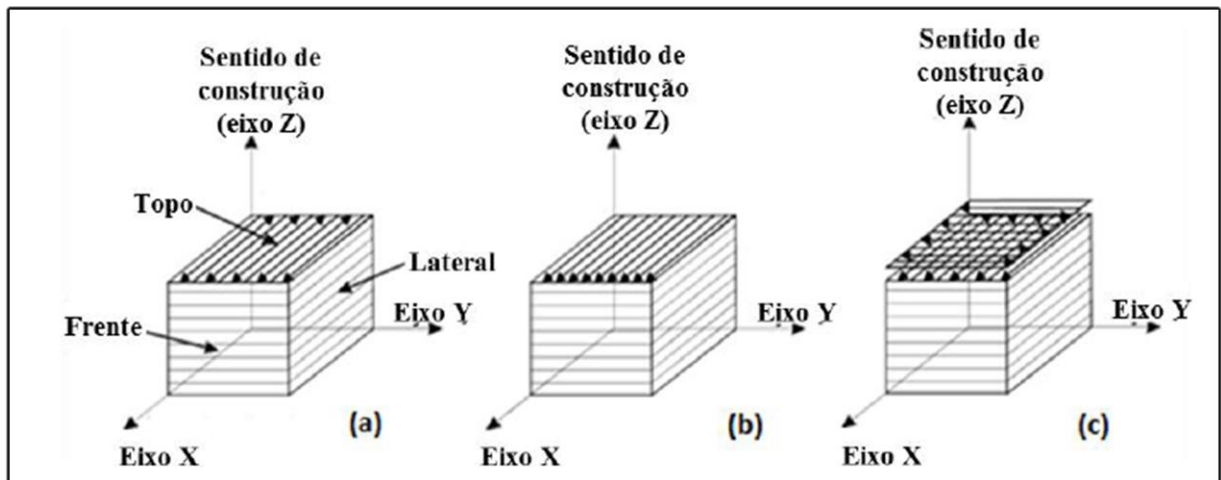
VANTAGENS	DESVANTAGENS
➤ Não utiliza materiais tóxicos. Disponibilidade de várias ligas metálicas. ➤ Fabricação de protótipos para visualização ou mesmo produtos finais para testes. ➤ Reutilização do pó não sinterizado. ➤ Podem ser fabricados vários	➤ Laser de alta potência. ➤ Alto custo de investimento do equipamento. ➤ Necessidade de um equipamento para cada tipo de material ➤ Alto consumo de energia para a realização do processo.

componentes com diferentes estratégias de construção.	➤ Reprogramação dos parâmetros do processo de acordo com o pó metálico utilizado como matéria prima.
➤ Alto grau de flexibilidade.	➤ Tensão residual.
➤ Excelente precisão dimensional, fabricando peças com alto grau de complexidade.	➤ Segregação na microestrutura das peças fabricadas.
➤ Possibilidade de trabalhar com materiais com alto ponto de fusão.	➤ Rugosidade superficial

Segundo Esperto e Osório (2008), os parâmetros de *set up* como, por exemplo, potência do feixe de laser, velocidade de varredura, distância entre as linhas de prototipagem (ou construção) e a estratégia de construção influenciam na sinterização do pó metálico. Conforme apresentado na Figura 14, a estratégia de fabricação pode ser realizada através de três tipos de varrimento: unidirecional, sem mudança entre camadas, em ziguezague, sem mudança entre camadas; e em ziguezague, girando em 90° a cada camada. A estratégia de construção tem influência direta na porosidade, formato dos grãos e na tensão residual na peça gerada (THIJS ET AL., 2010; FACCHINI et al., 2010). A escolha dos parâmetros define o tamanho da poça de fusão, o tempo total da construção de peça, a qualidade de superfície, a porosidade e as propriedades mecânicas (THIJS et al., 2010; BINELI et al., 2011; VRANCKEN et al., 2012).

Em relação ao tempo de fabricação também existem fatores que influenciam, como por exemplo a velocidade de varredura do laser, o tipo de construção, dimensão da peça a ser sinterizada.

Figura 14 - Tipos de varrimento do feixe de laser do processo DMLS: em ziguezague, sem mudança entre camadas (a); unidirecional, sem mudança entre camadas (b); e em ziguezague, girando em 90° a cada camada (c)



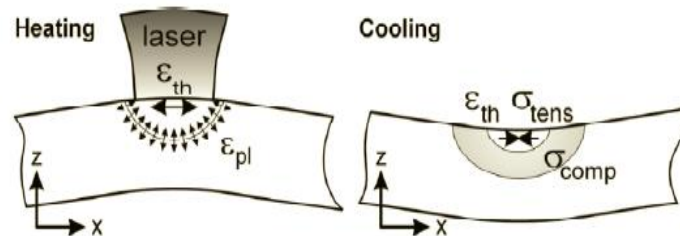
Fonte: Thijs et al. (2010)

3.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS NA LIGA Ti-6Al-4V

A microestrutura desempenha um papel fundamental nas propriedades mecânicas das ligas, tais como a resistência, ductilidade, resistência à fluência, tenacidade à fratura e resistência à propagação de trincas. Isso depende primeiramente da composição química, do processamento e dos tratamentos térmicos (DING, 2002).

Os mecanismos de tensão residual em componentes produzidos via DMLS são causados pela elevada temperatura do raio laser e pelas altas taxa de resfriamento. Este mecanismo de arrefecimento resulta numa tensão na camada superior e uma tensão de compressão na camada inferior (Figura 15). O tratamento térmico é particularmente relevante para a metodologia DMLS uma vez que é a menos invasiva em termos de mudanças de processo (KNOWLES, 2012).

Figura 15 - Mecanismo de gradiente térmico na fabricação de componentes por manufatura aditiva à base de laser



Fonte: Knowles (2012)

As ligas de titânio são tratadas termicamente para diminuir a tensão residual gerada no processo de fabricação (alívio de tensões); para produzir uma combinação ótima de ductilidade e estabilidade estrutural (recozimento); aumento de resistência (envelhecimento) e para otimizar propriedades especiais como tenacidade à fratura, resistência à fadiga e resistência à fluência. A resposta das ligas de titânio ao tratamento térmico depende da composição da liga e dos efeitos dos elementos de liga na transformação α - β do titânio (GILBERT; SHANNON, 1991). A liga de Ti-6Al-4V produzida por DMLS tem alta resistência mecânica e através de tratamentos térmicos é possível aumentar os valores de ductilidade. No entanto, com o tratamento térmico pode ocorrer a perda da resistência mecânica, o que gera a necessidade de otimização dos parâmetros usados (FACCHINI et al., 2010; THÖNE ET AL., 2012, VRANCKEN et al., 2012).

4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Neste trabalho foram estudadas amostras da liga Ti-6Al-4V produzidas por Sinterização Direta de Metal por Laser (DMLS) submetidas a diferentes tratamentos térmicos.

4.1 PRODUÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova foram produzidos pela técnica de Sinterização Direta de Metal por Laser (DMLS). O equipamento de manufatura aditiva utilizado foi o EOSINT M 270 (Figura 16), da EOS GmbH (ElectroOptical Systems), pertencente ao Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia em Biofabricação (INCT-BIOFABRIS), sediado na Faculdade de Engenharia Química (FEQ) da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Para a produção das amostras foi utilizado o pó comercial da liga Ti-6Al-4V ELI (*extra low interstitial*) também da empresa EOS GmbH (Figura 17). Durante o processamento das amostras, o gás argônio foi utilizado para controlar o nível de oxigênio dentro da câmara, agindo também como gás de proteção. Segundo Larosa et al. (2014), o tamanho da partícula do pó comercial da liga Ti-6Al-4V ELI (*extra low interstitial*) é em média 57 μm , enquanto que a espessura da camada de pó no processamento dos corpos-de-prova via DMLS é de 0,03 mm, indicando que as partículas do pó são achatadas pelo espalhador.

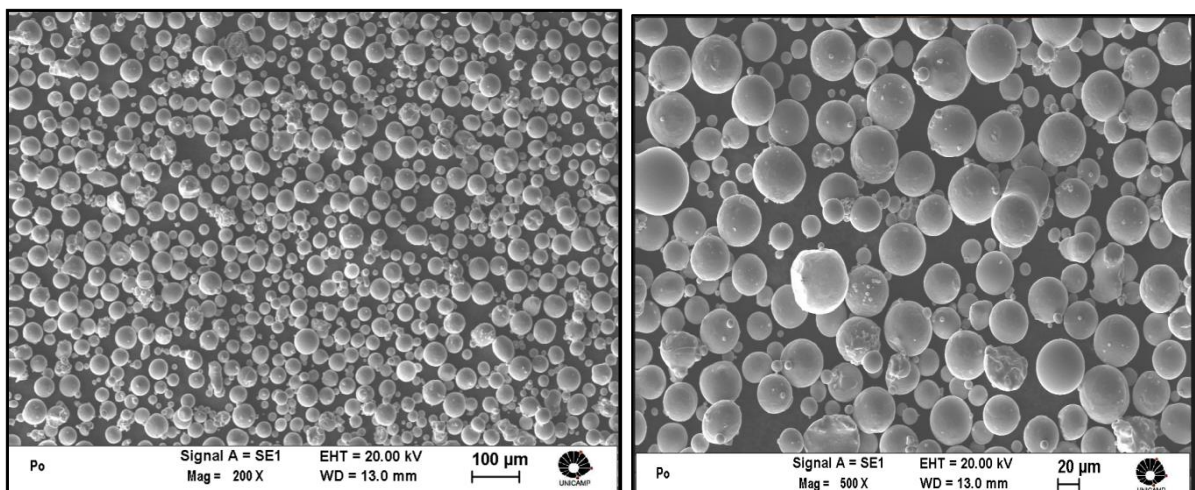
O Quadro 3 apresenta os parâmetros de processamento para produção das amostras de Ti-6Al-4V produzidas por DMLS. Após a produção, as amostras foram retiradas da plataforma de construção do equipamento utilizando o equipamento de corte a fio por eletroerosão FX20K da Mitsubishi, apresentado na Figura 18, pertencente à Fábrica de Protótipos.

Figura 16 - Equipamento de prototipagem rápida EOSINT M 270



Fonte: Próprio autor.

Figura 17 - Morfologia do pó comercial pré-ligado EOS Titanium Ti64



Fonte: Próprio autor.

Quadro 3 - Parâmetros de processamento para fabricação das amostras via DMLS

Parâmetros de processamento	
Potência do Laser (W)	170
Velocidade de varredura do feixe de laser (mm/s)	1250
Ângulo de Varredura e Estratégia de Construção	45° entre camadas - Ziguezague
Distância entre linhas (mm)	0,1
Espessura da camada de pó (mm)	0,03

Figura 18 - Equipamento de corte a fio por eletroerosão FX20K da Mitsubishi



Fonte: Longhitano (2015)

4.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS

As amostras produzidas por DMLS foram submetidas a diferentes tratamentos térmicos (Tabela 2). Para o tratamento de alívio de tensões residuais, as amostras foram aquecidas e mantidas a 650 °C por 1 hora e também a 650 °C por 3 horas. Para decompor a fase metaestável α' resultante do processo DMLS, as amostras foram tratadas termicamente a 800 °C por 4 horas de acordo com a recomendação do fabricante da liga. Para garantir que a temperatura de transformação martensítica fosse atingida, as amostras foram tratadas termicamente a 850 °C por 2 horas. Todos os tratamentos foram realizados em um forno de alto vácuo (10^{-5} mbar), pertencente ao Grupo de Materiais do Laboratório Nacional de Luz

Síncrotron (LNLS) do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM) (Figura 19). As amostras foram aquecidas a uma taxa 10 °C/min e o resfriamento, em forno, foi realizado a uma taxa de aproximadamente 5 °C/min.

Tabela 2 - Tratamentos térmicos realizados nas amostras produzidas por DMLS

AMOSTRAS	TEMPERATURA (°C)	TEMPO (h)
ACOMOMAN (como prototipada)	-	-
A6501h	650°C	1 Hora
A6503h	650°C	3 Horas
A8004h	800°C	4 Horas
A8502h	850°C	2 Horas

Fonte: Próprio autor.

Figura 19 - Forno de alto vácuo utilizado para o alívio de tensões

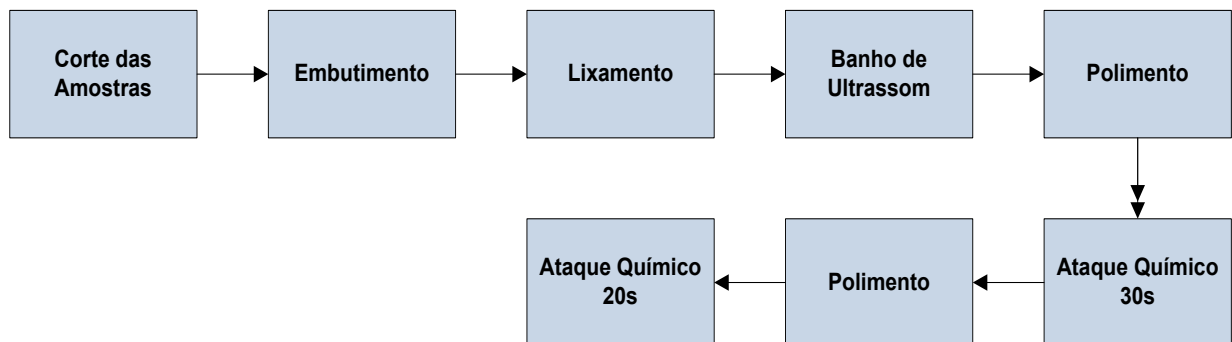


Fonte: Próprio autor.

4.3 PREPARAÇÃO METALGRÁFICA DAS AMOSTRAS

A preparação metalográfica para a caracterização microestrutural das amostras foi realizada seguindo as etapas apresentadas na Figura 20.

Figura 20 - Fluxograma das etapas de preparação metalográfica das amostras



Fonte: Próprio autor.

O corte das amostras foi realizado manualmente nos sentidos transversal e longitudinal no Laboratório de Preparação de Amostras do Departamento de Engenharia Mecânica-UNESP-FEIS. Os demais processos foram realizados no Laboratório de Caracterização de Materiais do Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais (DEMM) da Faculdade de Engenharia Mecânica (FEM) da UNICAMP. As amostras foram embutidas em baquelite, a uma pressão mínima de 100 kgf/cm² e máxima de 150 kgf/cm², com resfriamento de 5 minutos. Foi utilizada a embutidora modelo PRE 30Mi da AROTEC (Figura 21a). A etapa de lixamento foi realizada em uma politriz/lixadeira modelo AROPOL 2V da AROTEC (Figura 21b). As amostras foram lixadas com lixas de granulometria de 60, 80, 120, 220, 320, 400, 600, 800 e 1200, respectivamente. A cada troca de lixa a amostra foi girada em 90° para retirada das marcas provenientes da lixa anterior.

Posteriormente, as amostras foram submetidas a limpeza com álcool durante 10 minutos através de um banho ultrassônico no equipamento modelo MaxiClean 750A da UNIQUE (Figura 21c). O polimento foi realizado em um equipamento igual ao utilizado no processo de lixamento. Primeiramente foi utilizado um pano de polimento de 1µm (Figura 21d) e pano um suspensão de diamante de 1 µm da AROTEC e, em seguida uma solução de sílica coloidal de 0,04 µm. Na sequência, as amostras foram limpas com água e álcool e secas com ar quente. Para revelar as microestruturas, as amostras foram atacadas com reagente KROLL (5 ml deHNO₃, 10 ml de HF e 85 ml deH₂O). As amostras foram imersas na solução

por 30 segundos, lavadas em água corrente e polidas novamente. Após o segundo polimento, as amostras (Figura 21e) foram submetidas novamente ao ataque químico por 20 segundos.

Figura 21 - Equipamentos para utilizados na preparação das amostras: embutidora (a), lixadeira/politriz (b), ultrassom (c) pano de polimento (d) e amostras embutidas (e)



a)



b)



c)



d)



e)

Fonte: Próprio autor.

4.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

As microestruturas foram analisadas por microscopia óptica (MO) utilizando o microscópio óptico modelo DM IL LED da Leica (Figura 22) e o software Leica Application System V4 pertencentes ao Laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais do DEMM/FEM/UNICAMP.

Figura 22 - Microscópio Óptico DM IL LED da Leica



Fonte: Próprio autor.

A análise por difração de raios-X foi realizada para determinar as fases presentes na liga antes e após os tratamentos térmicos e sua orientação cristalográfica. Foi utilizado o difratômetro Philips Analytical X Ray, modelo X'Pert – MPD e o software X'Pert Data Collector, pertencentes ao Laboratório de Recursos Analíticos e Calibração (LRAC) da Faculdade de Engenharia Química – UNICAMP. O ângulo de varredura variou de 20° a 100°, a uma velocidade de 0,016°/s e passo de 0,02 °. Foi utilizada uma fonte de radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,54060 \text{ \AA}$). As fichas utilizadas para a identificação das fases foram a 044-1294 e a 044-1288 (ANEXO I e II).

4.5 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E FRACTOGRAFIA

No ensaio de microdureza Vickers, as medidas foram realizadas utilizando o microdurômetro digital Shimadzu, modelo HMV-2T (Figura 23), que pertence ao Laboratório de Biomateriais e Biomecânica (LABIOMEK/DEMM/FEM/UNICAMP). A carga aplicada foi de 500 gf por 15 segundos. Os ensaios de microdureza foram feitos segundo a norma ASTM E 384 (2010) e foram feitas 15 medidas para cada amostra e o resultado apresentado é a média dos valores.

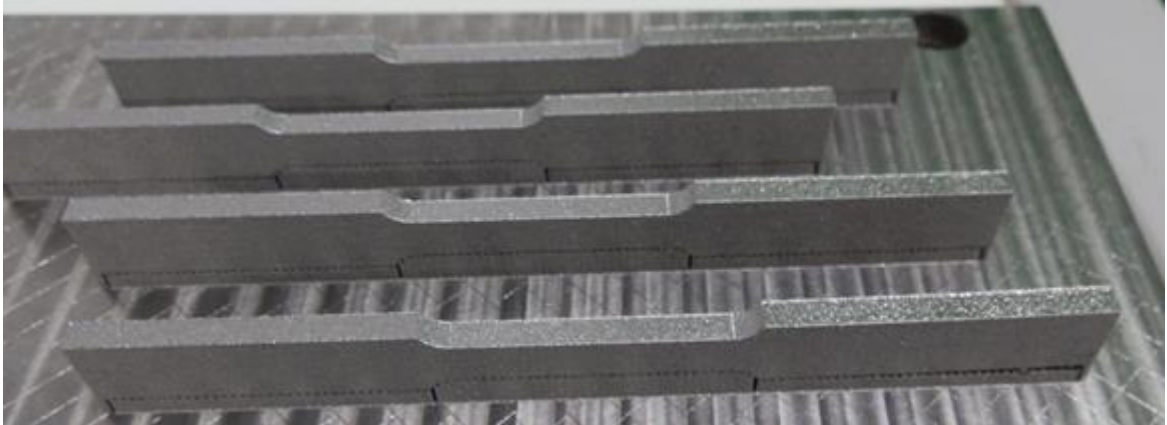
Figura 23 - Microdurômetro digital Shimadzu, modelo HMV-2T



Fonte: Próprio autor.

Os ensaios de tração foram realizados segundo a norma ASTM E8/E8M (2009) utilizando o equipamento servo-hidráulico MTS-810 e o extensômetro MTS – 632.24C-50 pertencentes ao Laboratório de Ensaios Mecânicos do DEMM/FEM/UNICAMP. Foram utilizados corpos de prova medindo 120mm x 10mm x 4mm (Figura 24). Foram determinados os valores médios de limite de resistência à tração, limite de escoamento, módulo de elasticidade e alongamento à ruptura do material. Para cada condição do material foram realizados três ensaios.

Figura 24 - Corpos de prova de tração da liga Ti-6Al-4V produzidos por DMLS



Fonte: Próprio autor.

As fractografias foram feitas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando o microscópio Zeiss EVO LS 15 (Figura 25a) localizado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica da FEIS/UNESP e a análise da microestrutura do material utilizando microscópio Zeiss EVO MA 15 (Figura 25b) pertencente ao Laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais do DEMM/FEM/UNICAMP. As imagens foram obtidas utilizando-se a emissão de elétrons secundários e análise de elementos por espectrometria de energia dispersiva de raios-X (EDS).

Figura 25 - Microscópio Eletônico de Varredura: Zeiss EVO LS 15 (a) e Zeiss EVO MA 15 (b)



a)



b)

Fonte: Próprio autor.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos na caracterização microestrutural e mecânica da liga Ti-6Al-4V em diferentes condições de tratamentos térmicos e também a análise das superfícies de fratura.

5.1 PARTE 1 – CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

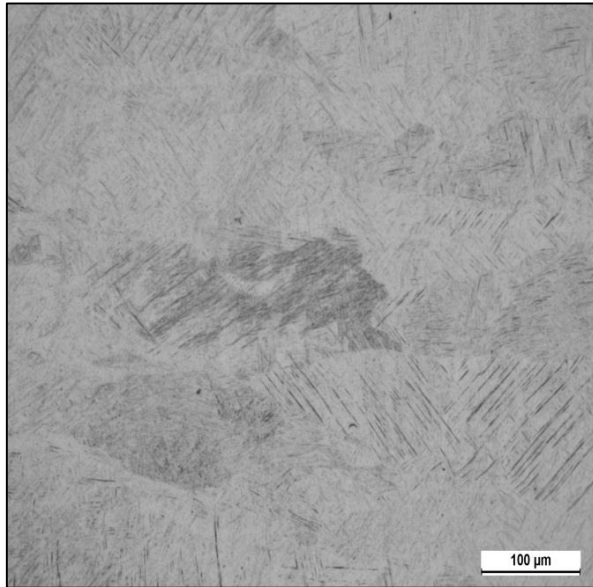
5.1.1 Microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura

As microestruturas foram analisadas nos sentidos longitudinal e transversal por meio de microscopia óptica (MO), com aumentos de 200x e 500x, e por microscopia eletrônica de varredura (MEV), com aumento de 2000x e 5000x. na região plana e oblíqua da amostra fraturada. No sentido longitudinal (perpendicular à plataforma de construção) é possível visualizar o crescimento do grão colunar e no sentido transversal (paralelo à plataforma de construção) são evidenciados grãos equiaxiais.

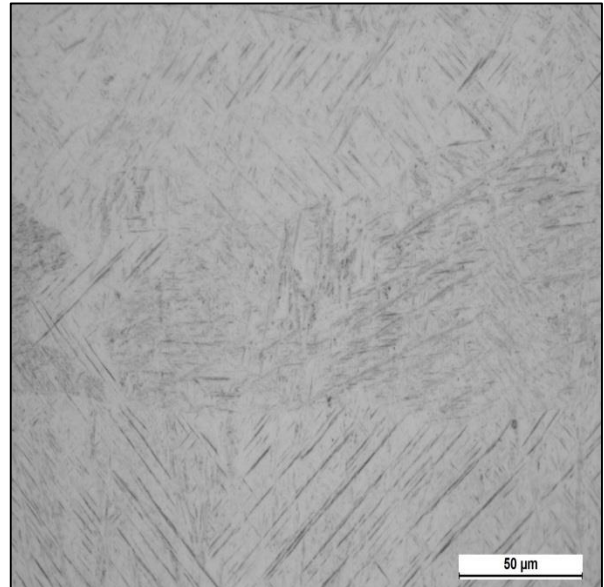
5.1.1.1 Amostra ACOMOMAN

A análise metalográfica da amostra ACOMOMAN revelou uma microestrutura martensítica, conforme apresentado na Figura 26. A formação desse tipo de microestrutura se dá devido às altas taxas de resfriamento alcançadas no processo de sinterização por laser. Na literatura referente ao Ti-6Al-4V, reporta-se que a microestrutura martensítica é obtida quando a taxa de resfriamento é maior do que 410 K/s (CRESPO, 2008). A presença de agulhas finas de martensita caracteriza a fase α' (martensita hexagonal). Na análise da amostra ACOMOMAN no sentido transversal (Figura 27) também é possível identificar a presença da fase martensita hexagonal α' .

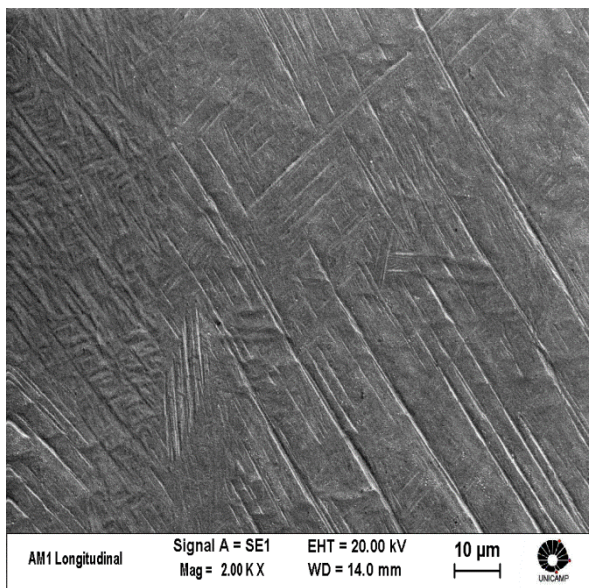
Figura 26 - Microestrutura da amostra ACOMOMAN produzida por DMLS. Corte longitudinal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) e 5000x (d)



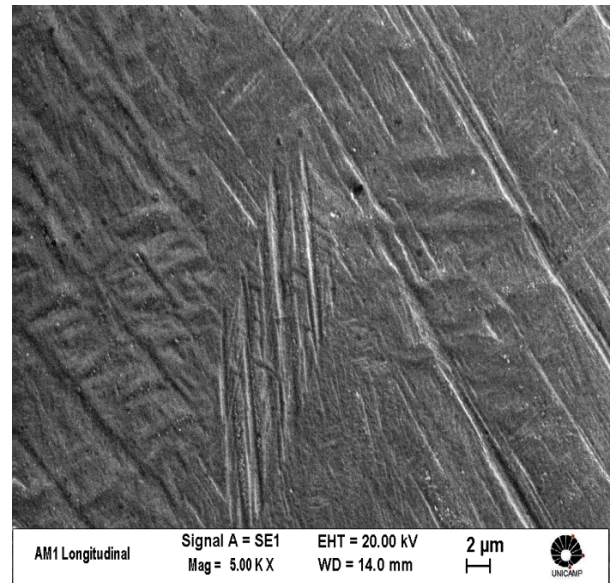
a)



b)



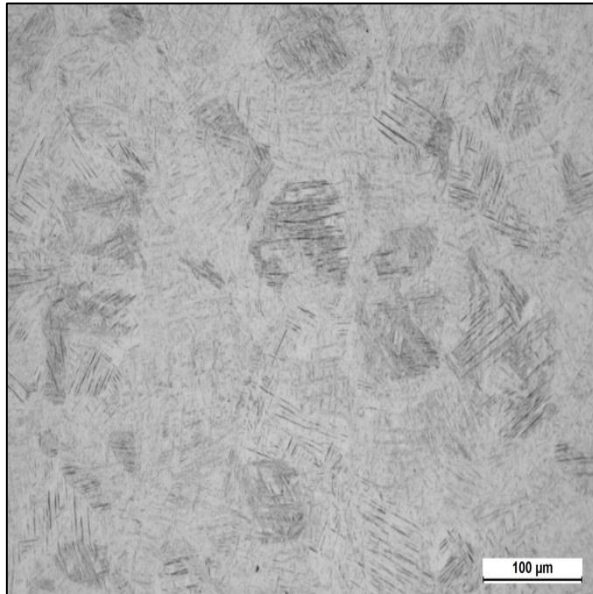
d)



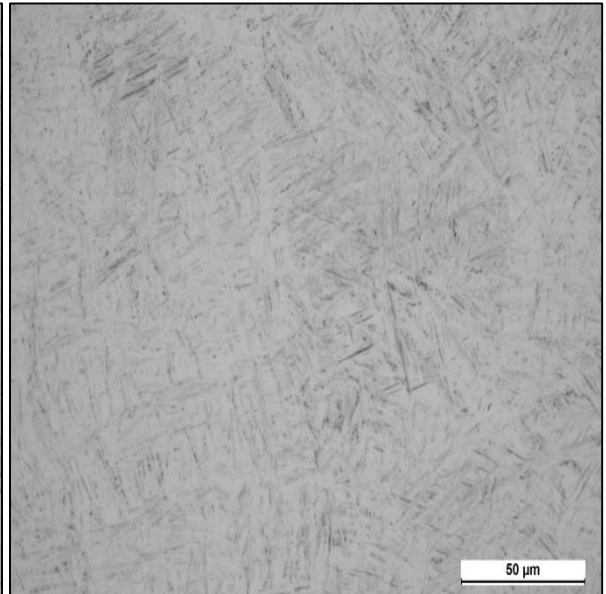
c)

Fonte: Próprio autor.

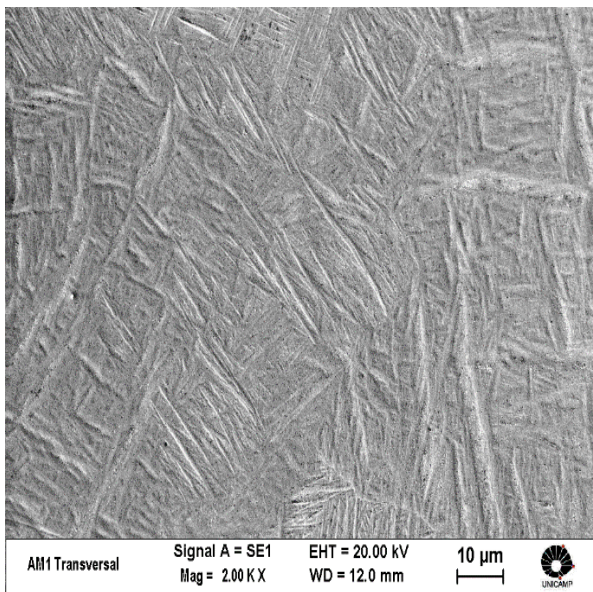
Figura 27 - Microestrutura da amostra ACOMOMAN produzida por DMLS. Corte transversal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) e 5000x (d)



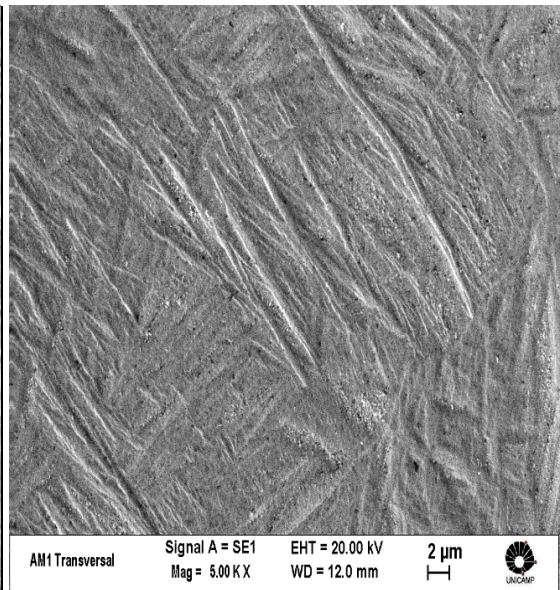
a)



b)



c)



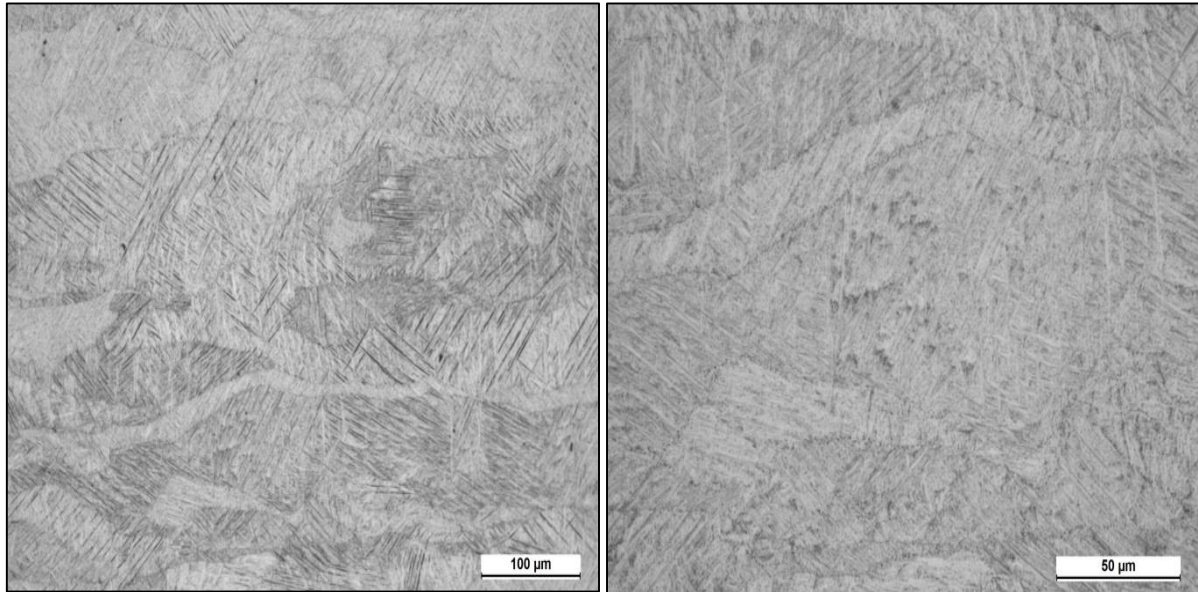
d)

Fonte: Próprio autor.

5.1.1.2 Amostra AM6501h e AM6503h

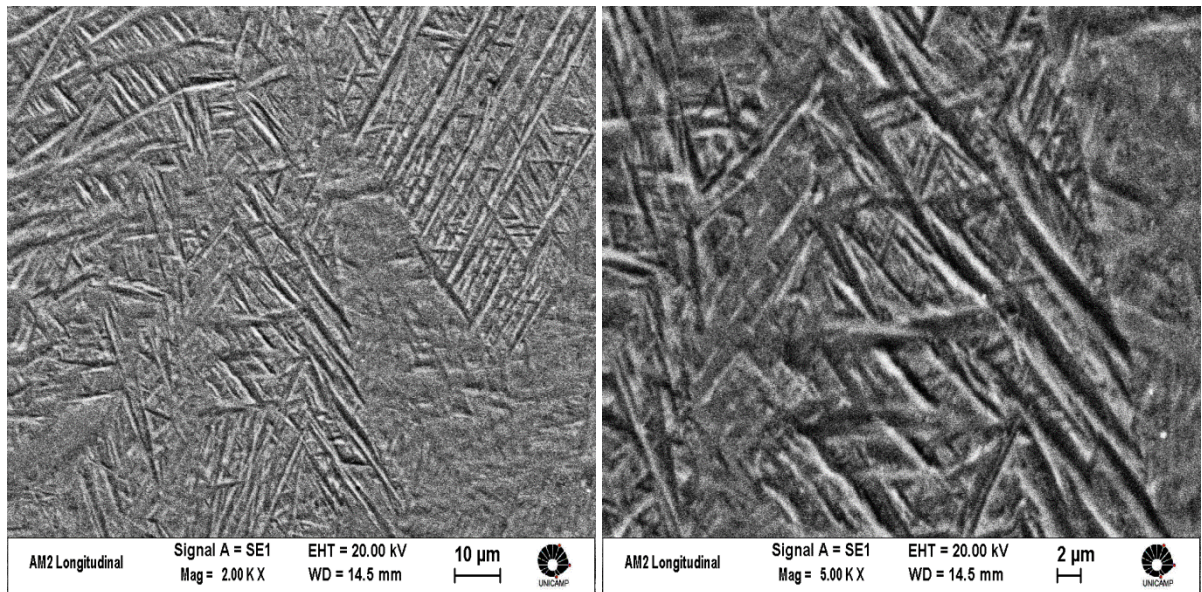
Como é possível observar na Figura 28 e 29, a microestrutura martensítica acicular resultante do processo DMLS não se decompôs após o tratamento térmico realizado a 650 °C. Tal como na amostra ACOMOMAN, a fase α' é perceptível na microestrutura da amostra A6501h. Na amostra A6503h é possível visualizar precipitados da fase β na microestrutura martensítica (Figura 30 e 31). Apesar do tempo de tratamento ter sido maior, evidencia-se que o tempo e a temperatura ainda não foram suficientes para decompor a fase α' e promover mudanças no tamanho e morfologia dos grãos.

Figura 28 - Microestrutura da amostra A6501h produzida por DMLS. Corte longitudinal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x c) 5000x (d)



a)

b)

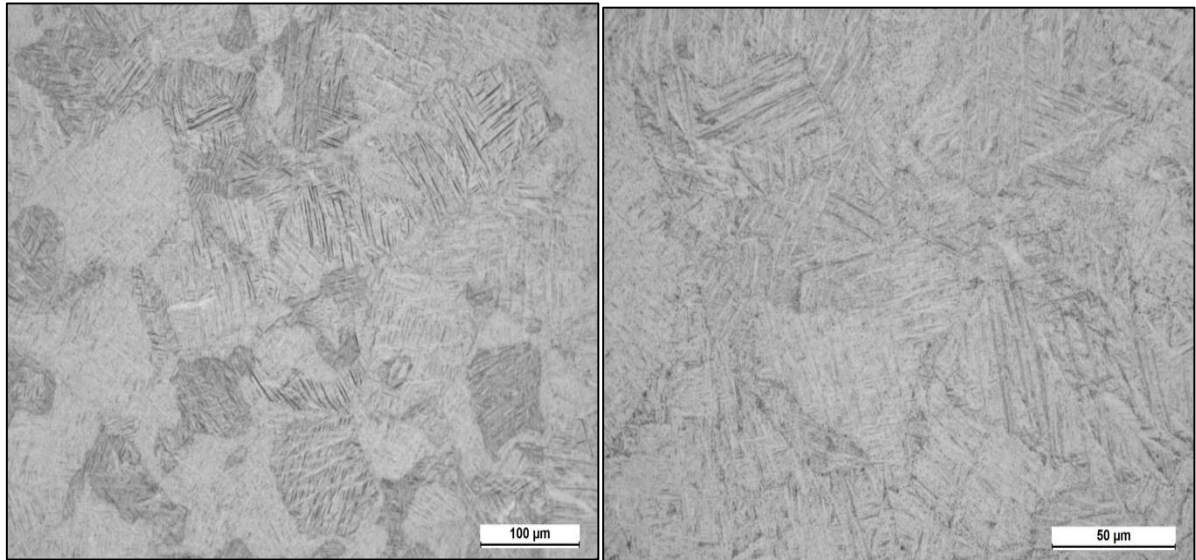


c)

d)

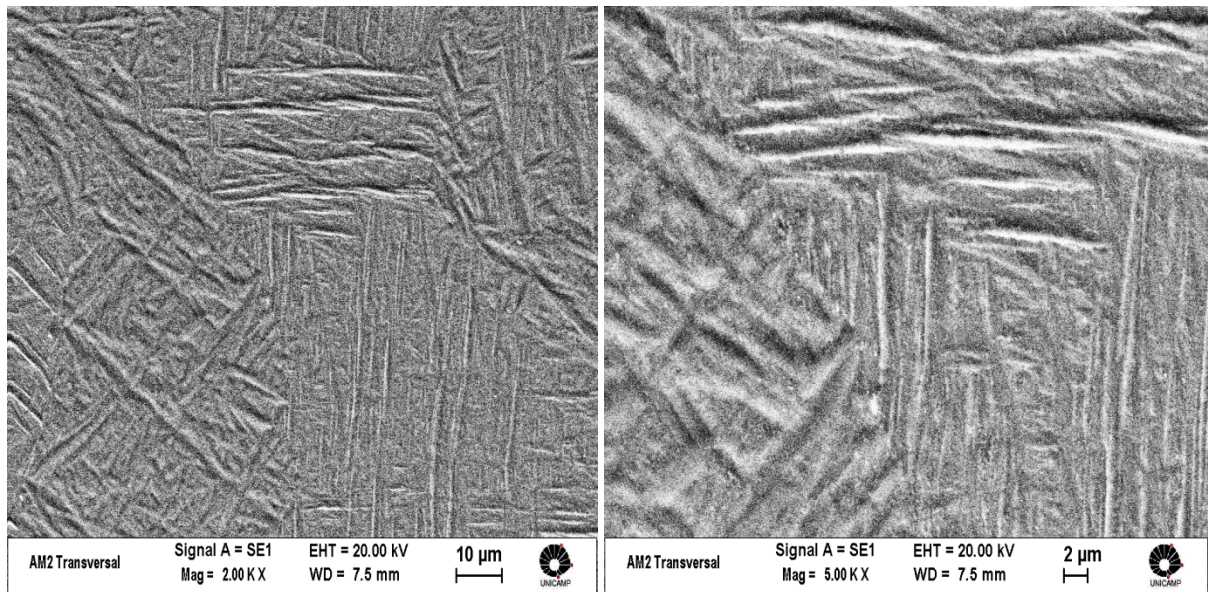
Fonte: Próprio autor.

Figura 29 - Microestrutura da amostra A6501h produzida por DMLS. Corte transversal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x(d)



a)

b)

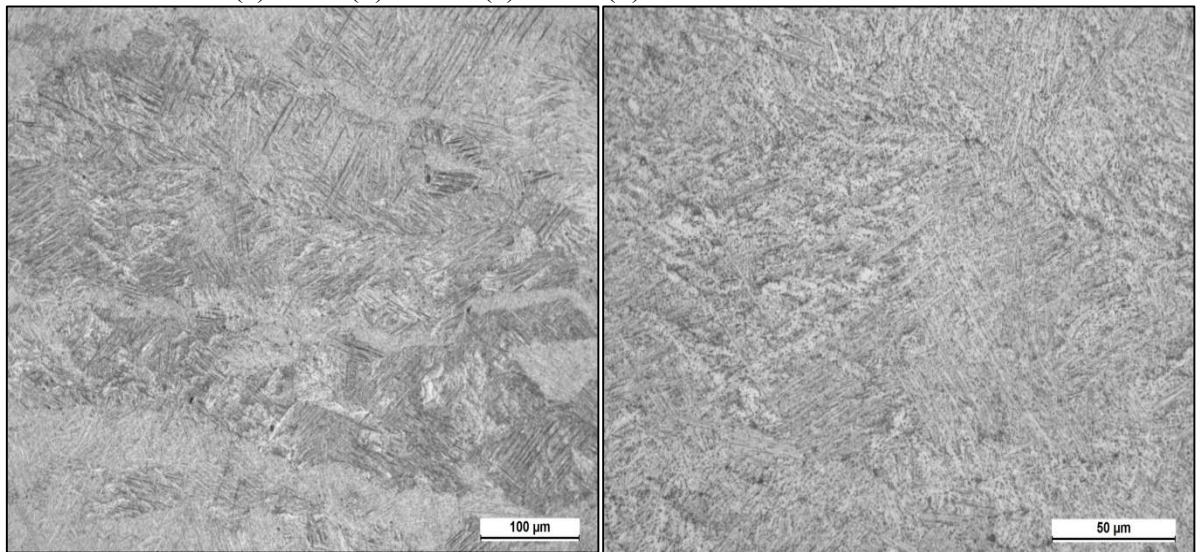


c)

d)

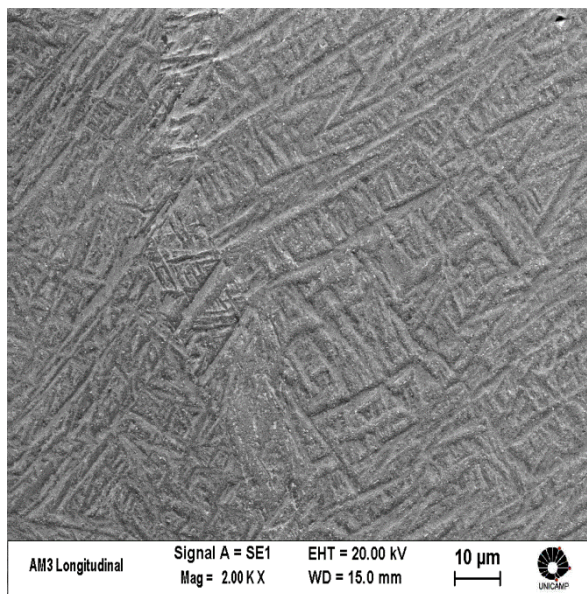
Fonte: Próprio autor.

Figura 30 - Microestrutura da amostra A6503h produzida por DMLS. Corte longitudinal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x(d)

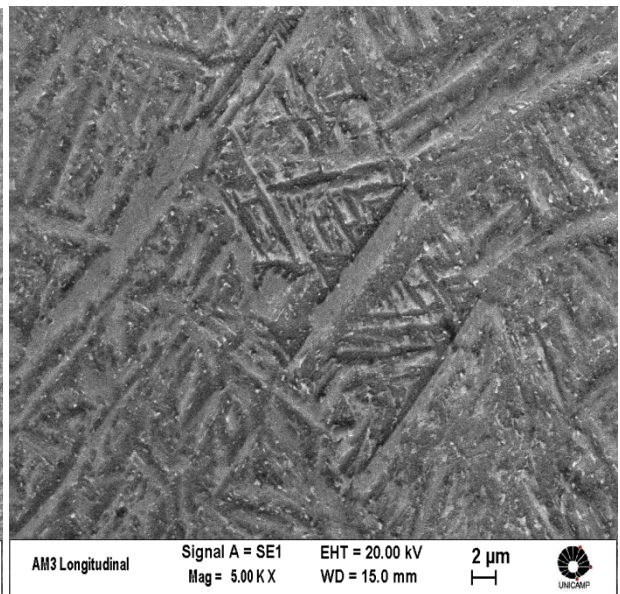


a)

b)



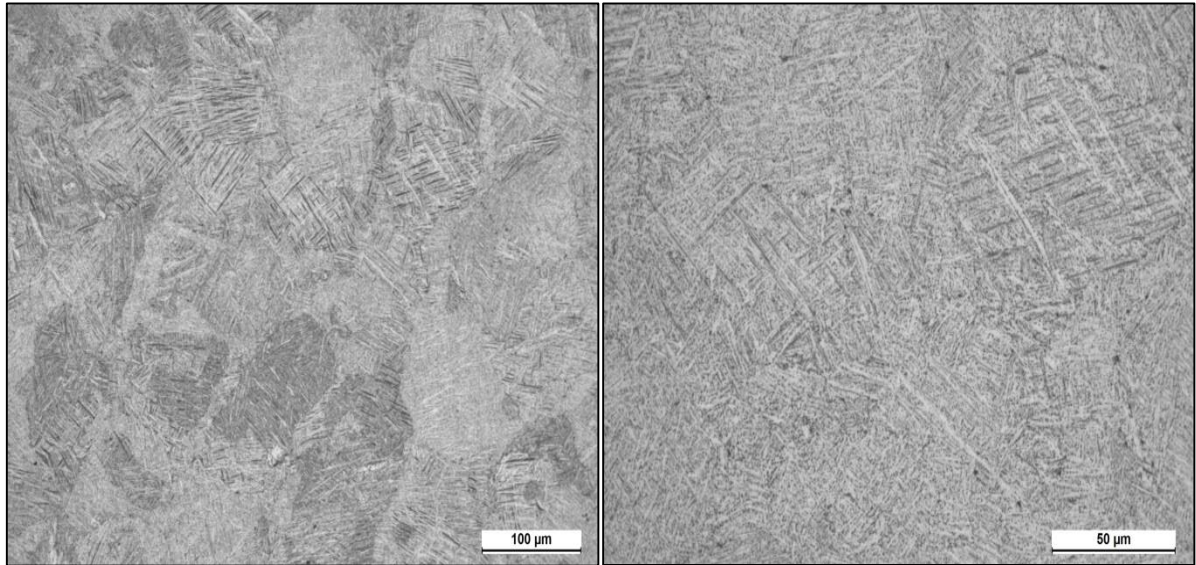
c)



d)

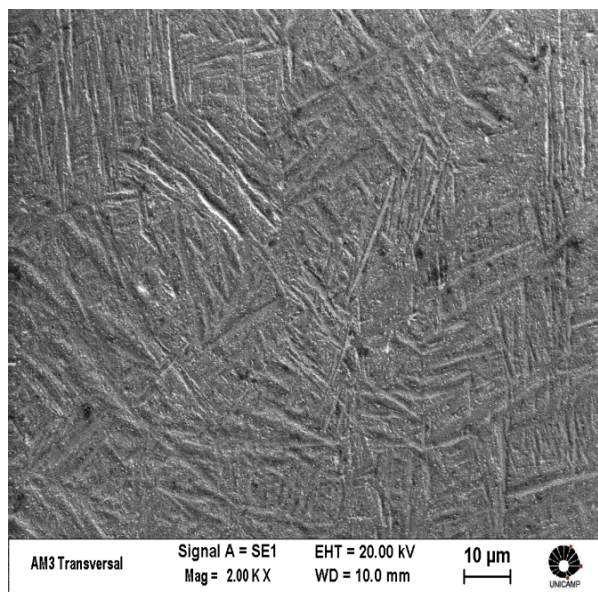
Fonte: Próprio autor.

Figura 31 - Microestrutura da amostra A6503h produzida por DMLS. Corte transversal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x(d)

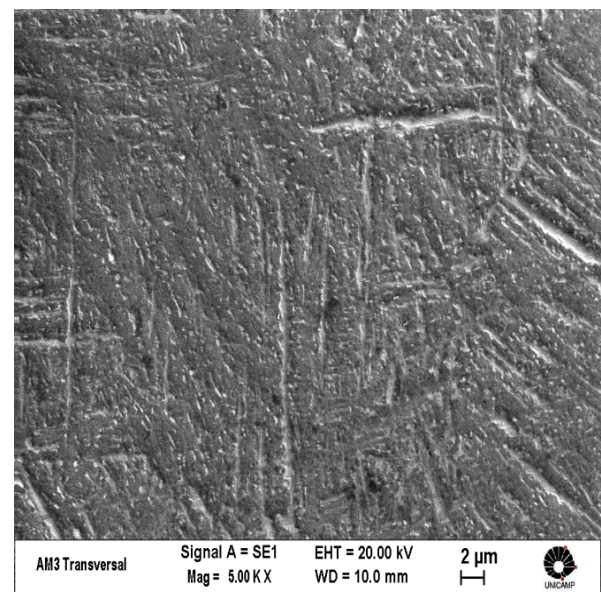


a)

b)



c)



d)

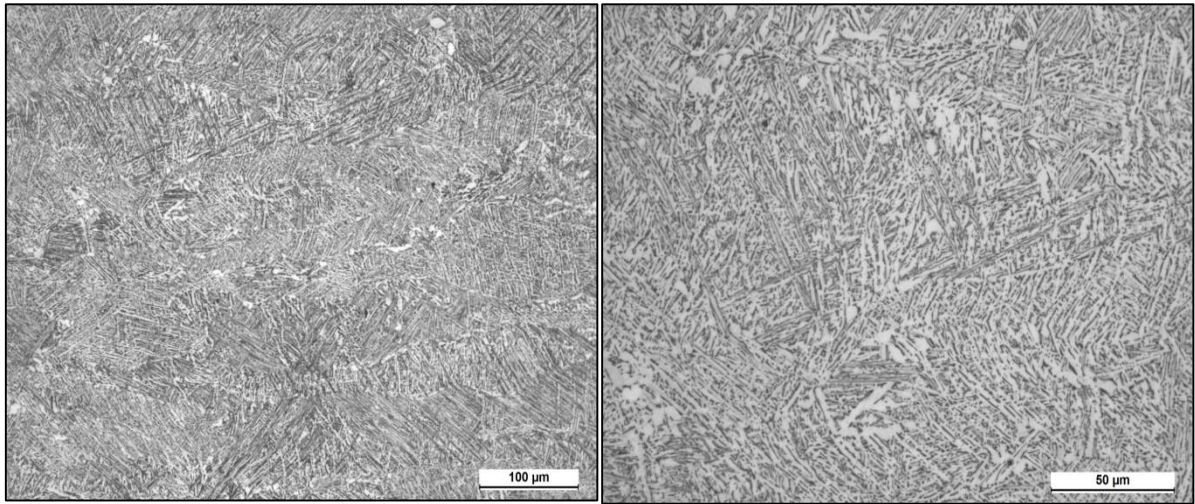
Fonte: Próprio autor.

5.1.1.3 Amostra – A8004h e A8502h

Para a amostra A8004h (Figura 32a e 32b), a presença da fase β (fase escura) indica que houve uma decomposição da fase martensítica durante esses tratamentos. No entanto, ainda é possível observar a presença de algumas agulhas de martensita. Isso significa que a fase martensítica se transformou parcialmente em fase α e fase β , e essas fases se mantiveram até a temperatura ambiente devido ao resfriamento lento realizado em forno. Na análise da Figura 33, observa-se a presença de duas fases, revelando a microestrutura ($\alpha + \beta$), com a fase β distribuída na matriz de α . Como a temperatura de tratamento é abaixo da temperatura de transição T_{β} , não é gerada energia de ativação suficiente para a nucleação e crescimento de novos grãos e a alteração da morfologia inicial.

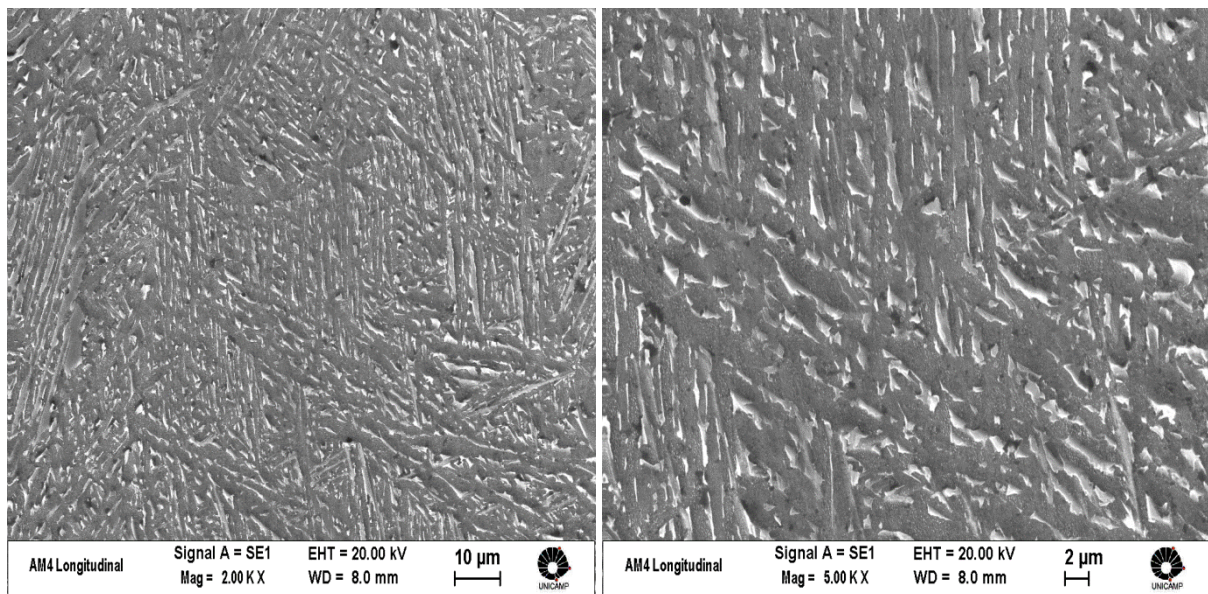
As Figuras 34 e 35 apresentam as micrografias obtidas para a condição A8502h. Ding et. al. (2002), relata que o processamento termomecânico abaixo da temperatura de transição T_{β} leva a uma estrutura ($\alpha + \beta$) para liga Ti-6Al-4V, com fase α anterior retida à temperatura ambiente e parte da fase β transformada. Durante a formação da fase α o elemento vanádio é expulso para as extremidades dos cristais de α , levando a microestrutura final de fase $\alpha + \beta$ com lamelas de fase α e fase β precipitada nos contornos. Nas amostras A8004h e A8502h, pode-se notar que o ataque químico teve um efeito mais forte do que para as condições anteriores. Indicando o surgimento de fase β , que é mais suscetível ao ataque químico porque possui menor resistência à corrosão. Nas propriedades das ligas $\alpha + \beta$, por exemplo, as quantidades e tipos de presença da fase β , podem ser controlados através de tratamento térmico.

Figura 32 - Microestrutura da amostra A8004h produzida por DMLS. Corte longitudinal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x (d). Fase β (fase escura) e fase α (fase clara) para (a) e (b) e para (c) e (d) fase β (fase clara) e fase α (fase escura)



a)

b)

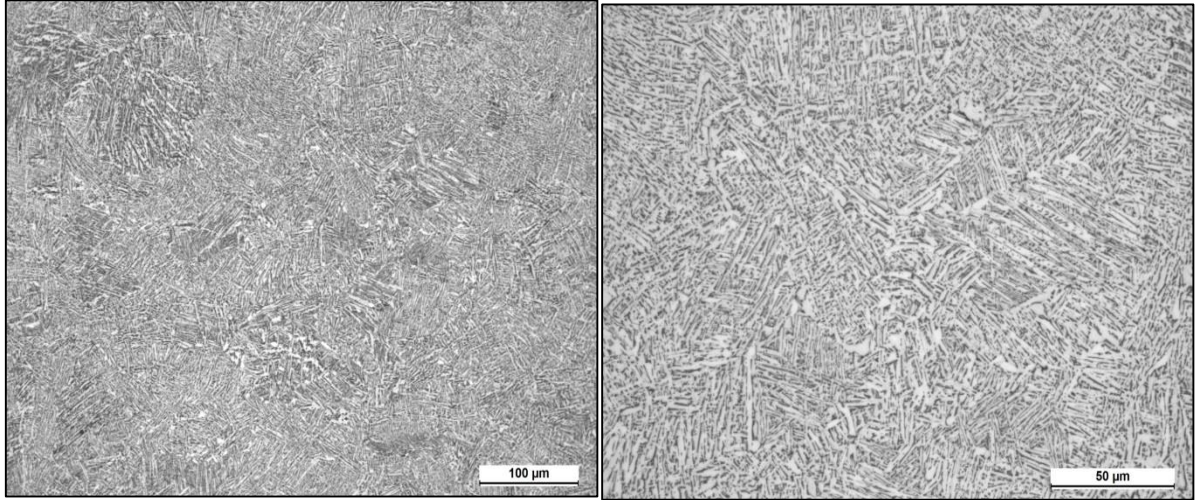


c)

d)

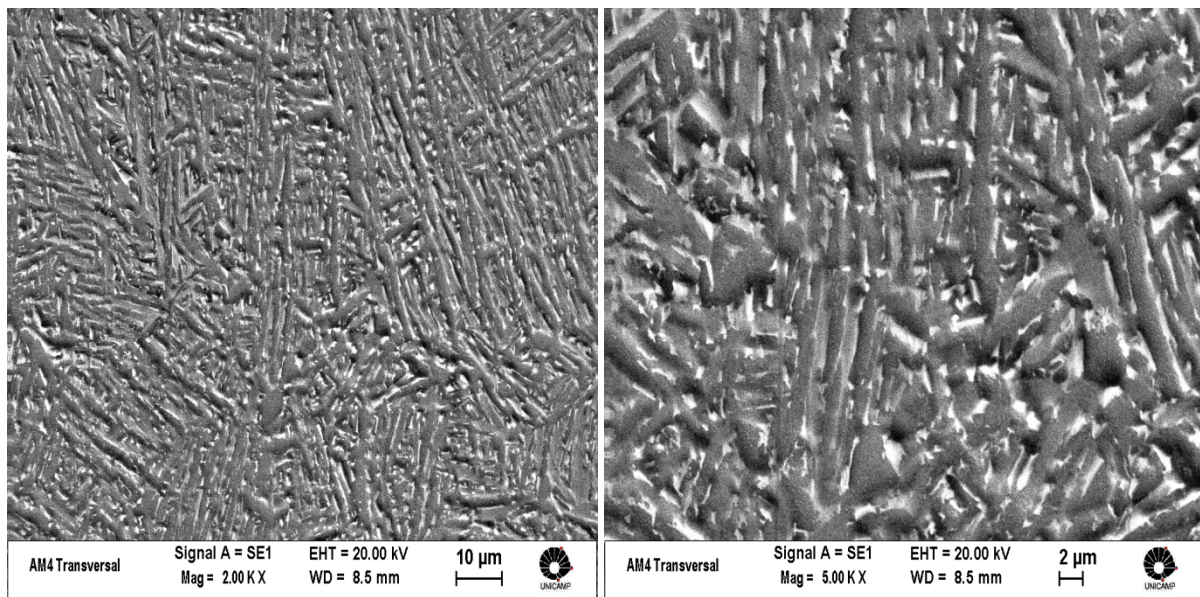
Fonte: Próprio autor.

Figura 33 - Microestrutura da amostra A8004h produzida por DMLS. Corte transversal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x (d). Fase β (fase escura) e fase α (fase clara) para (a) e (b) e para (c) e (d) fase β (fase clara) e fase α (fase escura)



a)

b)

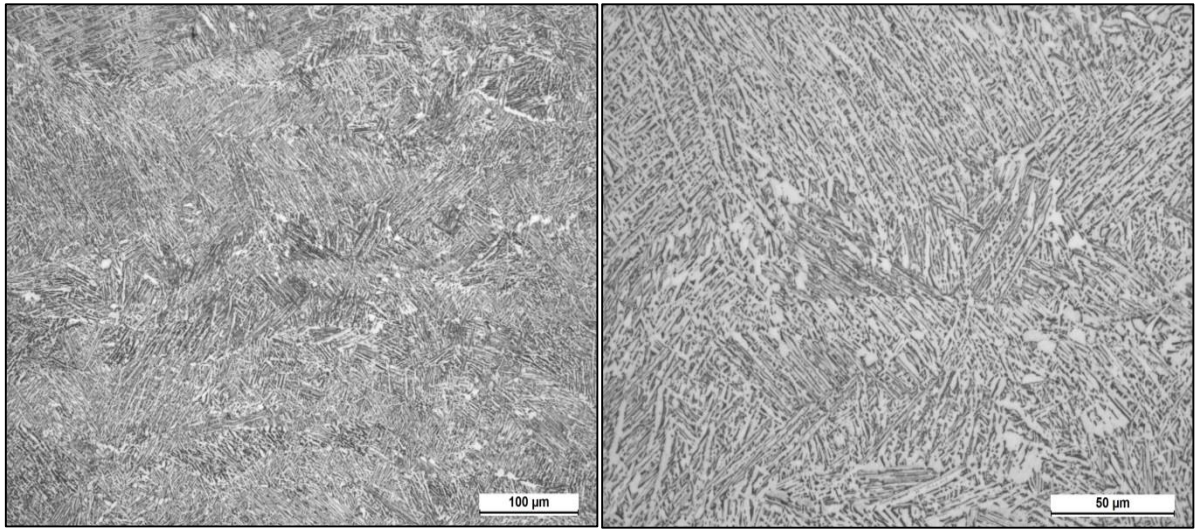


c)

d)

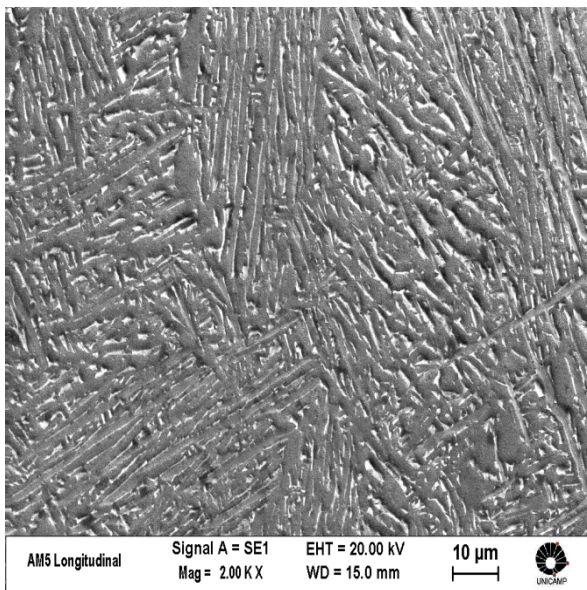
Fonte: Próprio autor.

Figura 34 - Microestrutura da amostra A8502h produzida por DMLS. Corte longitudinal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x (d). Fase β (fase escura) e fase α (fase clara) para (a) e (b) e para (c) e (d) fase β (fase clara) e fase α (fase escura)

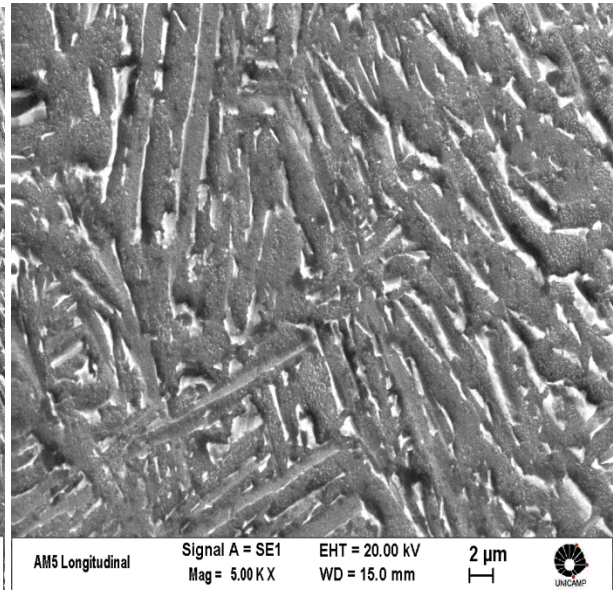


a)

b)



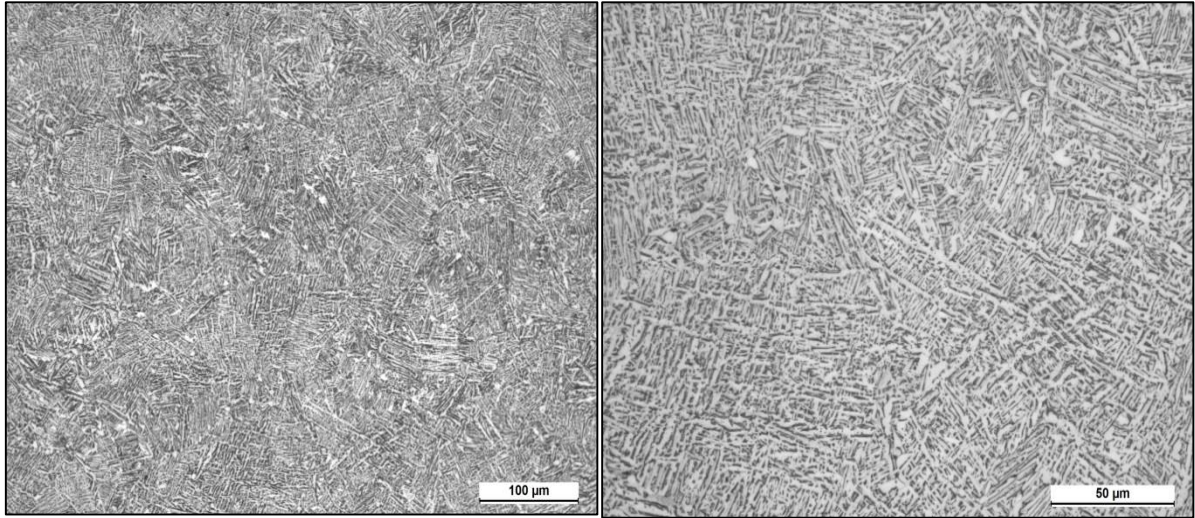
c)



d)

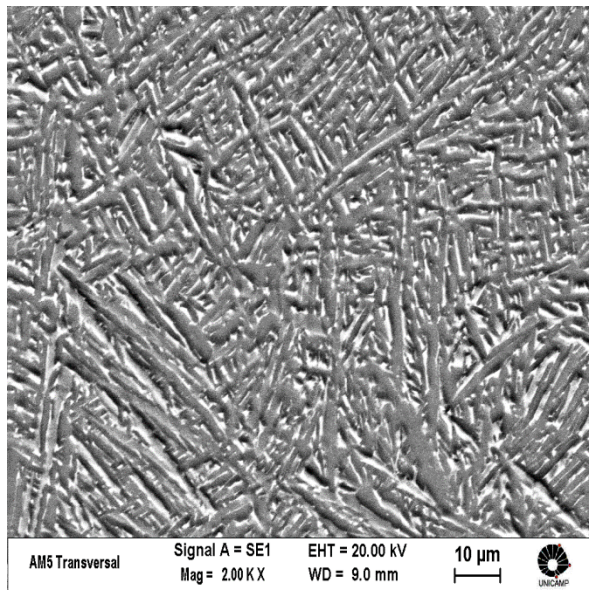
Fonte: Próprio autor.

Figura 35 - Microestrutura da amostra A8502h produzida por DMLS. Corte transversal com aumento de 200x (a) 500x (b) 2000x (c) 5000x (d). Fase β (fase escura) e fase α (fase clara) para (a) e (b) e para (c) e (d) fase β (fase clara) e fase α (fase escura)

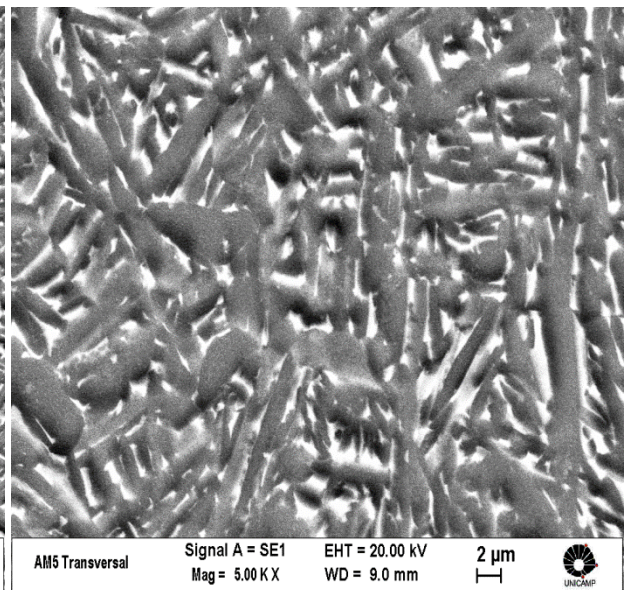


a)

b)



c)



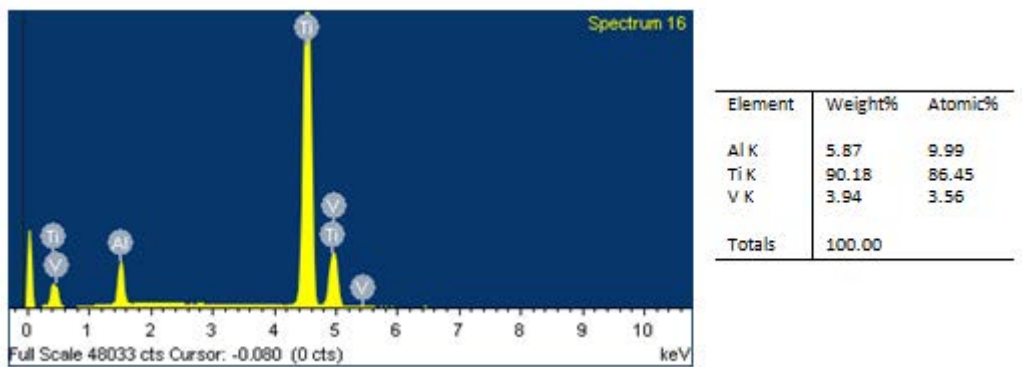
d)

Fonte: Próprio autor.

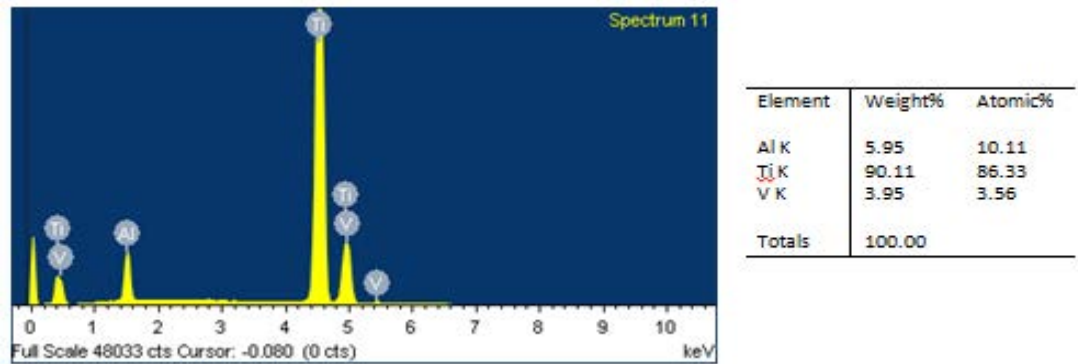
5.1.2 Espectro de energia dispersiva (EDS)

A Figura 36 mostra o Espectro de Energia Dispersiva (EDS) obtido após a microanálise de superfície, onde se observa a sobreposição dos picos dos elementos químicos Ti e V, presentes nas amostras Ti-6Al-4V para as amostras ACOMOMAN, A6501h, A6503h, A8004h e A8502h.

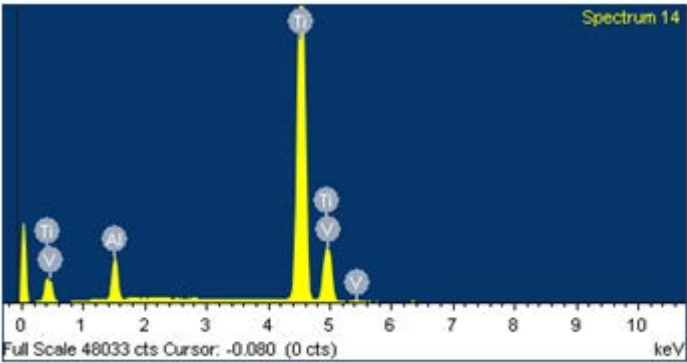
Figura 36 - Espectro de Energia Dispersiva (EDS) para as amostras produzidas por DMLS: ACOMOMAN (a), A6501h(b), A6503h(c), A8004h (d) e A8502h(e)



a)

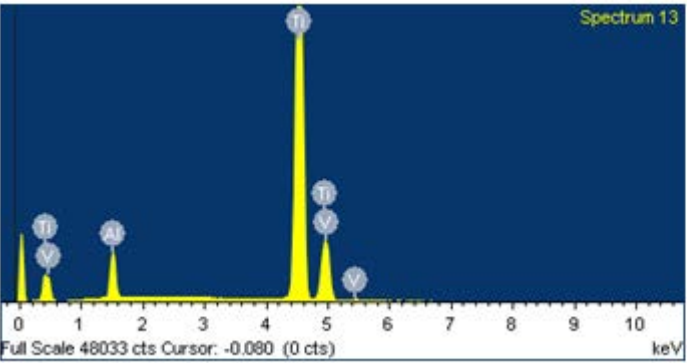


b)



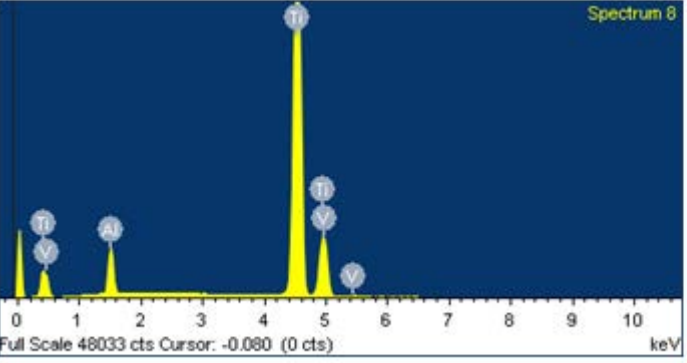
Element	Weight%	Atomic%
Al K	5.75	9.80
Ti K	90.28	86.62
V K	3.96	3.58
Totals	100.00	

c)



Element	Weight%	Atomic%
Al K	5.74	9.78
Ti K	90.22	86.58
V K	4.04	3.64
Totals	100.00	

d)



Element	Weight%	Atomic%
Al K	5.72	9.74
Ti K	90.22	86.59
V K	4.06	3.67
Totals	100.00	

e)

Fonte: Próprio autor.

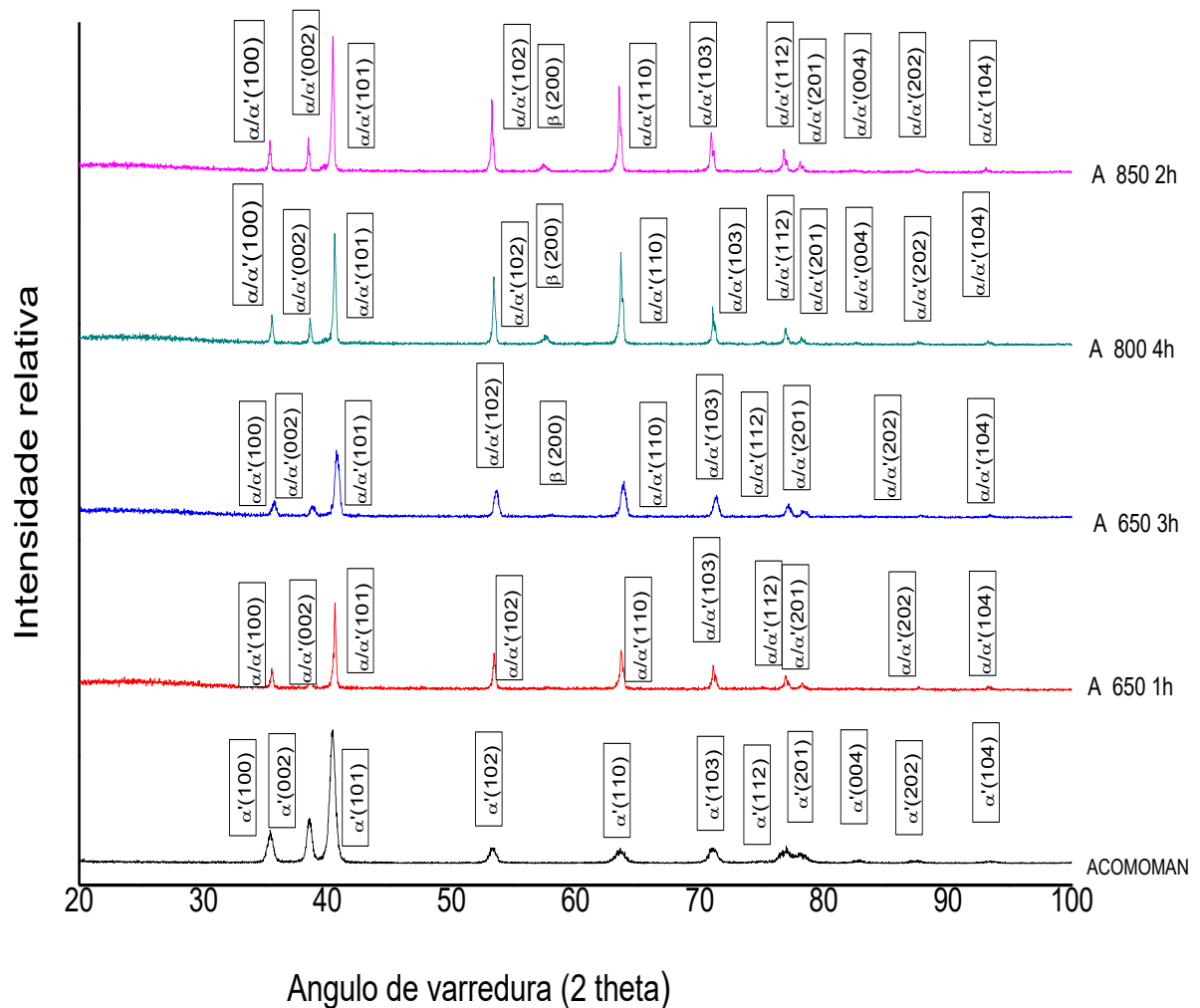
5.1.3 Difração de Raios – X (DRX)

A Difração de Raios - X (DRX) foi realizada com o objetivo de analisar a presença da fase α e β e sua orientação cristalográfica das amostras da Ti-6Al-4V antes e após os tratamentos térmicos. A Figura 37 mostra os difratogramas obtidos para as amostras de Ti-6Al-4V. A identificação dos picos foi realizada a partir das JCPDS 44-1294 e 44-1288 (Anexos I e II).

Analizando os picos de difração para a condição ACOMOMAN foi possível determinar a presença de onze picos, sendo todos relativos a fase α' (Ti α – HC), confirmando o que foi visto nas Figuras 26 e 27. Para a amostra A6501h, os dez picos obtidos na curva determinam a presença da fase α/α' , de acordo com apresentado na Fig. 28 e 29. Analisando os valores dos onze picos obtidos na curva da amostra A6503h, ao contrário do que foi visto na Figura 30 e 31, foi evidenciado dez picos referente a fase α/α' e um pico da fase β (Ti β – CCC) e corresponde ao plano de reflexão (200).

Avaliando as condições A8004h e A8502h foi possível determinar a presença das fases α/α' , que apresenta estrutura hexagonal compacta (HC), e β que apresenta estrutura cúbica de corpo centrado (CCC). As fases α e β são validadas conforme já apresentado por MO.

Figura 37 - Difração de Raios - X das amostras de Ti-6Al-4V via DMLS



Fonte: Próprio autor.

5.2 PARTE 2 – CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

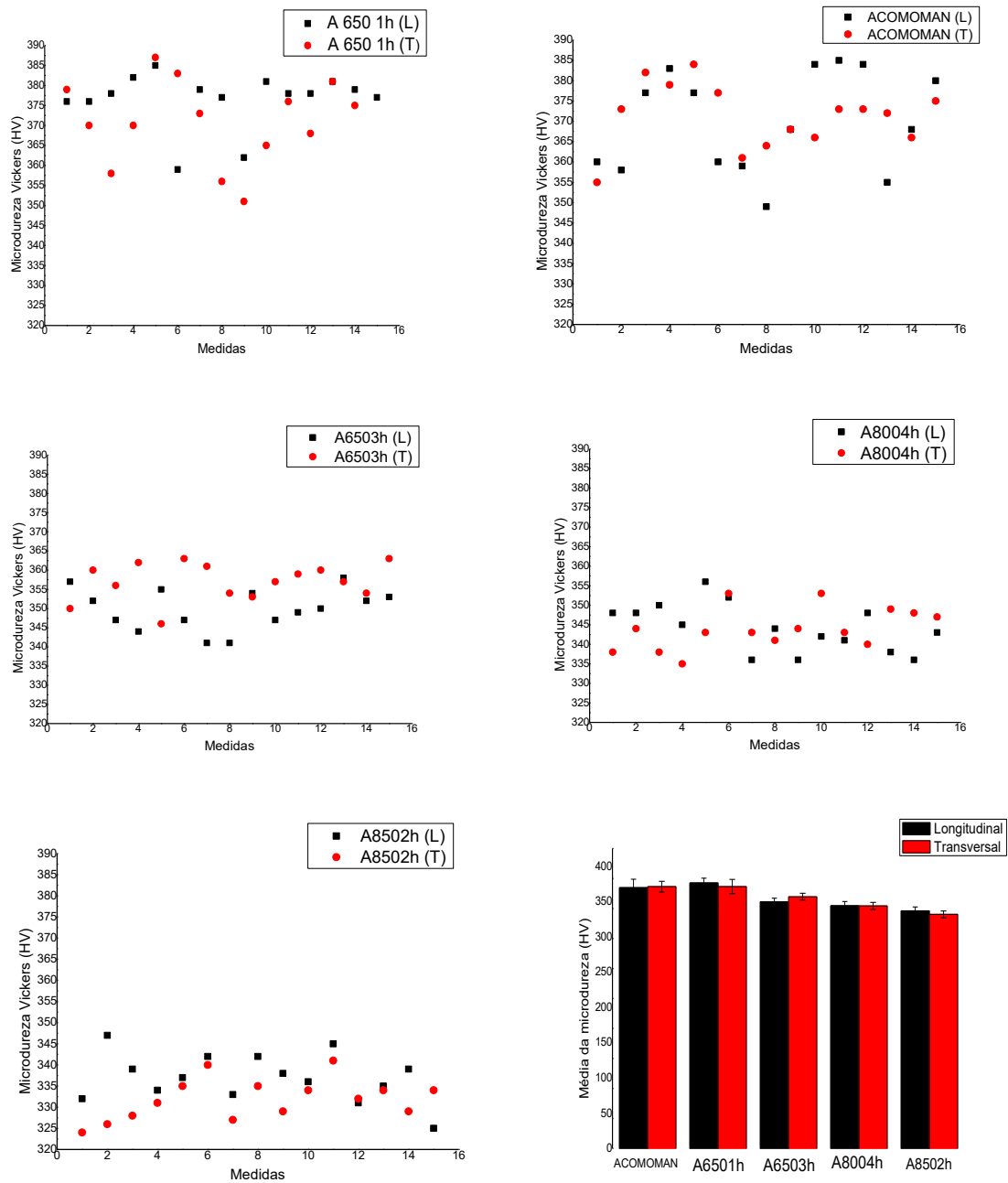
5.2.1 Ensaio de Microdureza Vickers

A Figura 38 mostra os resultados de microdureza obtidos para as seções longitudinal e transversal das amostras estudadas neste trabalho. Analisando a Figura 38 e a Tabela 6, observa-se uma proximidade nos valores de microdureza nas amostras ACOMOMAN e das condições A6501h e A6503h o que pode ser explicado pelo fato das amostras nessas

condições apresentarem a fase martensítica α' como a fase predominante em sua microestrutura. Isso indica que não ocorreu a dissolução da fase α' durante os tratamentos térmicos a 650 °C, o que confirma as análises microestruturais e os resultados apresentados anteriormente nos difratogramas. No entanto, é possível observar que as amostras A6503h apresentaram valores médios de microdureza ligeiramente mais baixos, o que pode estar relacionado ao surgimento da fase β como mostrado no difratograma da Figura 38.

As amostras A8004h e A8502h apresentam valores médios de microdureza muito próximos e esses valores são mais elevados no sentido longitudinal. Os valores de microdureza são menores que aqueles obtidos para as demais amostras devido à presença da fase β . Como é citado na literatura, a fase β é menos dura do que a fase α e esta é menor do que a fase α' (Crespo, 2008). A presença da fase β indica que houve decomposição da martensita durante o tratamento a 800 °C (4h) e 850 °C (2h), ao menos de forma parcial. Neste caso, o mais provável é que toda a fase martensítica transformou-se em uma mistura das fases α e β . A Tabela 3 apresenta as médias e seus desvios padrão obtidos no ensaio de microdureza para todas as condições e nos sentidos analisados.

Figura 38 - Valores de dureza para as amostras da liga Ti-6Al-4V estudadas neste trabalho



Fonte: Próprio autor.

Tabela 3 - Resultados do ensaio de microdureza Vickers para todas as amostras estudadas neste trabalho

Condição da Amostra	Sentido da Amostra medida	Médias das medidas (HV)	Desvio padrão
ACOMOMAN	Longitudinal	369.80	± 11.9
ACOMOMAN	Transversal	371.20	± 7.67
A6501h	Longitudinal	376.53	± 6.73
A6501h	Transversal	371.40	± 10.04
A6503h	Longitudinal	349.80	± 5.14
A6503h	Transversal	357.00	± 4.76
A8004h	Longitudinal	344.20	± 5.97
A8004h	Transversal	343.93	± 5.12
A8502h	Longitudinal	337.00	± 5.53
A8502h	Transversal	331.93	± 4.73

Fonte: Próprio autor.

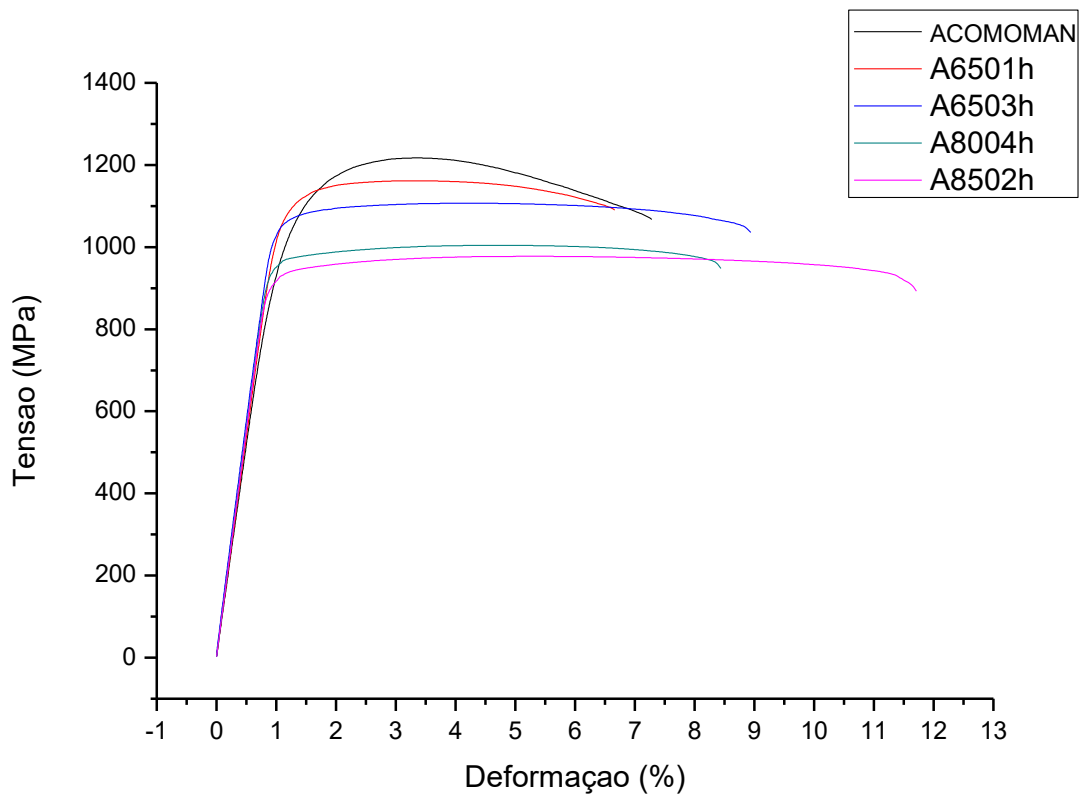
5.2.2 Ensaio de Tração

A Figura 39 mostra o gráfico tensão x deformação dos corpos de prova em titânio produzidos via DMLS para todas as condições estudadas neste trabalho. Foram ensaiados três corpos de prova de tração para cada condição.

Na Tabela 4 são apresentados os resultados obtidos para os ensaios de tração. Não houve uma diferença significativa nos valores de módulo de elasticidade (E), mostrando que os tratamentos térmicos não alteraram o módulo de elasticidade do material. Porém a amostra ACOMOMAN apresentou um valor ligeiramente mais baixo em relação às demais condições. No entanto, percebe-se que amostra ACOMOMAN apresenta maior valor de dureza e menor limite de escoamento quando comparada com a amostra A6503h, o que pode ser explicado pelo pico de titânio β apresentado na Difração de Raios - X.

Os valores de alongamento à ruptura mostram que as amostras ACOMOMAN e A6501h apresentaram menor ductilidade, o que pode ser explicado por uma ligeira fragilização devido à fusão por laser. Para as amostras A8004h e A8502h, o tratamento térmico melhora a ductilidade do material e diminui o limite de escoamento. O tratamento térmico mais indicado para a utilização em implantes de Ti-6Al-4V produzidos por DMLS, dentre os que foram aqui analisados, é a condição A8502h, pois é a que melhor atende às propriedades mecânicas exigidas pela norma ASTM F136 (Tabela 5).

Figura 39 - Curvas tensão x deformação dos ensaios de tração das amostras de Ti-6Al-4V via DMLS



Fonte: Próprio autor.

Tabela 4 - Propriedades mecânicas obtidas dos ensaios de tração das diferentes condições das amostras de Ti-6Al-4V via DMLS

Condição da Amostra	Limite de Escoamento (Mpa)	Limite de Resistencia à Tração (MPa)	Módulo de elasticidade (GPa)	Alongamento (%)
ACOMOMAN	1004 ± 10.59	1218 ± 2.3	111 ± 6.16	5.1 ± 1.22
A6501h	1092 ± 12.46	1162 ± 5.35	117 ± 8.02	5.3 ± 1.15
A6503h	1054 ± 10.22	1110 ± 8.76	115 ± 2.89	8.8 ± 0.69
A8004h	961 ± 10.38	1007 ± 9.05	113 ± 1.01	7.2 ± 0.4
A8502h	925 ± 7.59	981 ± 13.6	112 ± 1.43	9.9 ± 0.92

Fonte: Próprio autor.

Tabela 5 - Propriedades mecânicas exigidas pela norma ASTM F136 da liga Ti-6Al-4V para o uso em implantes

Propriedades mecânicas	Limite de escoamento	Limite de resistência	Alongamento
ASTM F136	795 MPa	860 MPa	10 %
A8502H	925 MPa	981 MPa	9.9 %

Fonte: ASTM F136 (2014) e Próprio autor

5.3 PARTE 3 – ANÁLISE DA FRATURA

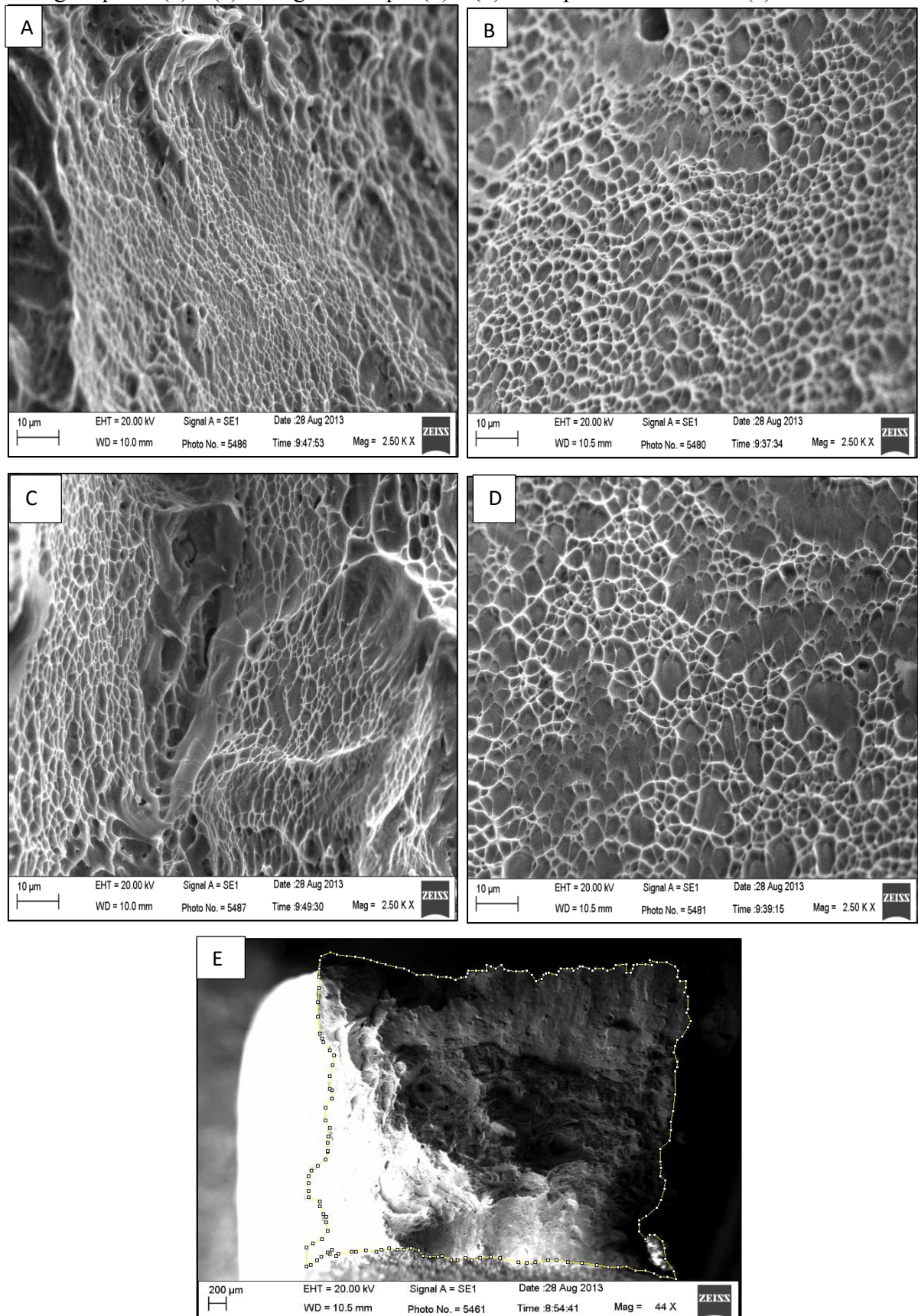
De acordo com Serra et al. (2002), citado por Morcelli (2009), uma das grandes dificuldades de entender os mecanismos de deformação nas ligas de titânio decorre da complexa competição entre os diferentes sistemas de escorregamento e sua forte dependência com: composição química, temperatura, morfologia microestrutural ou orientação cristalográfica.

As superfícies de fratura resultantes para as diferentes condições de ciclos térmicos foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura, na qual foi possível verificar a existência de microcavidades (Figura 40 a 44).

As microcavidades são nucleadas em regiões de descontinuidades como inclusões e regiões envolvendo empilhamento de discordâncias, cujas tensões localizadas levam a formação de vazios como forma de aliviar a tensão local. (OLIVEIRA, 2010)

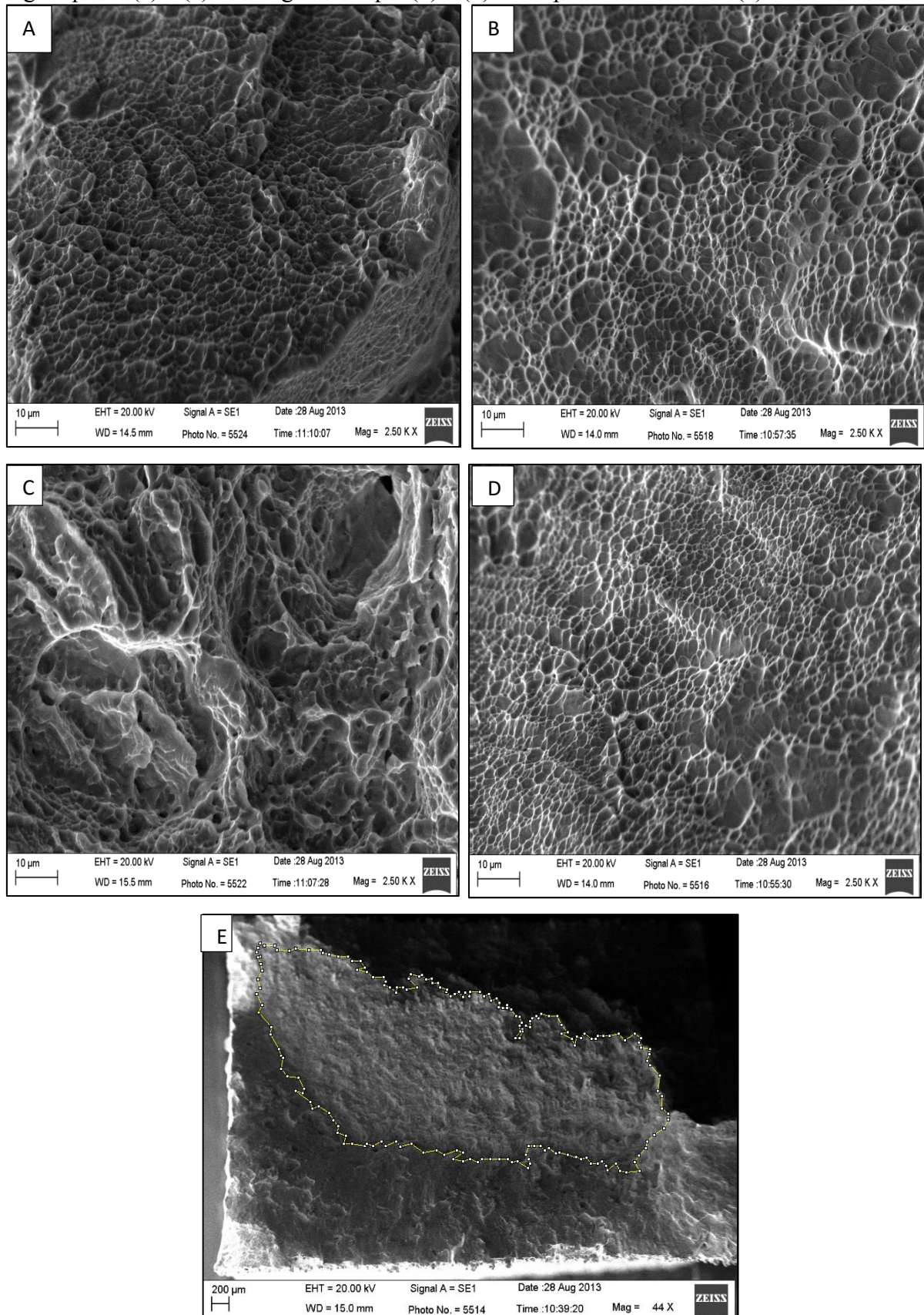
A análise fractográfica mostra que o material apresentou fratura dúctil caracterizada pela formação e coalescência de microcavidades com forma e tamanhos variados. O mecanismo de fratura dúctil por microcavidades foi identificado nas amostras tratadas termicamente e também na amostra ACOMOMAN, que não passou por tratamento térmico. A fratura dúctil é conduzida por tensões de cisalhamento que provocam deformações plásticas. Ela apresenta uma aparência macroscópica fosca e fibrosa, e os mecanismos de nucleação e propagação estão intimamente ligados a presença de vazios internos (poros), de inclusões e de barreiras ao movimento de discordâncias no material metálico do corpo solicitado.

Figura 40 –Fractografia da amostra ACOMOMAN de Ti-6Al-4V via DMLS: microcavidades na região plana (a) e (c) na região oblíqua (b) e (d) e a superfície de fratura (e)



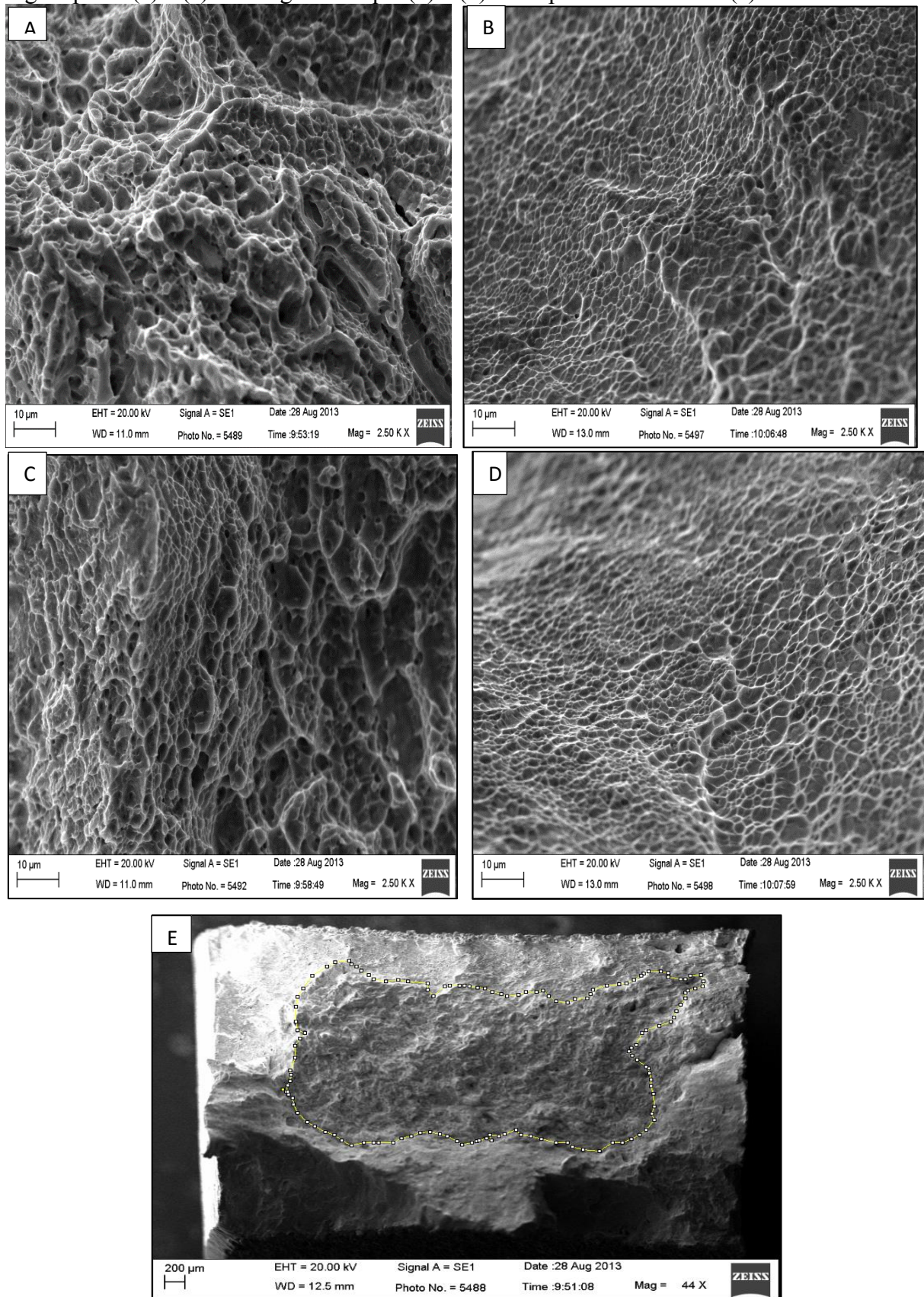
Fonte: Próprio autor.

Figura 41 – Fractografia da amostra A6501h de Ti-6Al-4V via DMLS: microcavidades na região plana (a) e (c) e na região oblíqua (b) e (d) e a superfície de fratura (e)



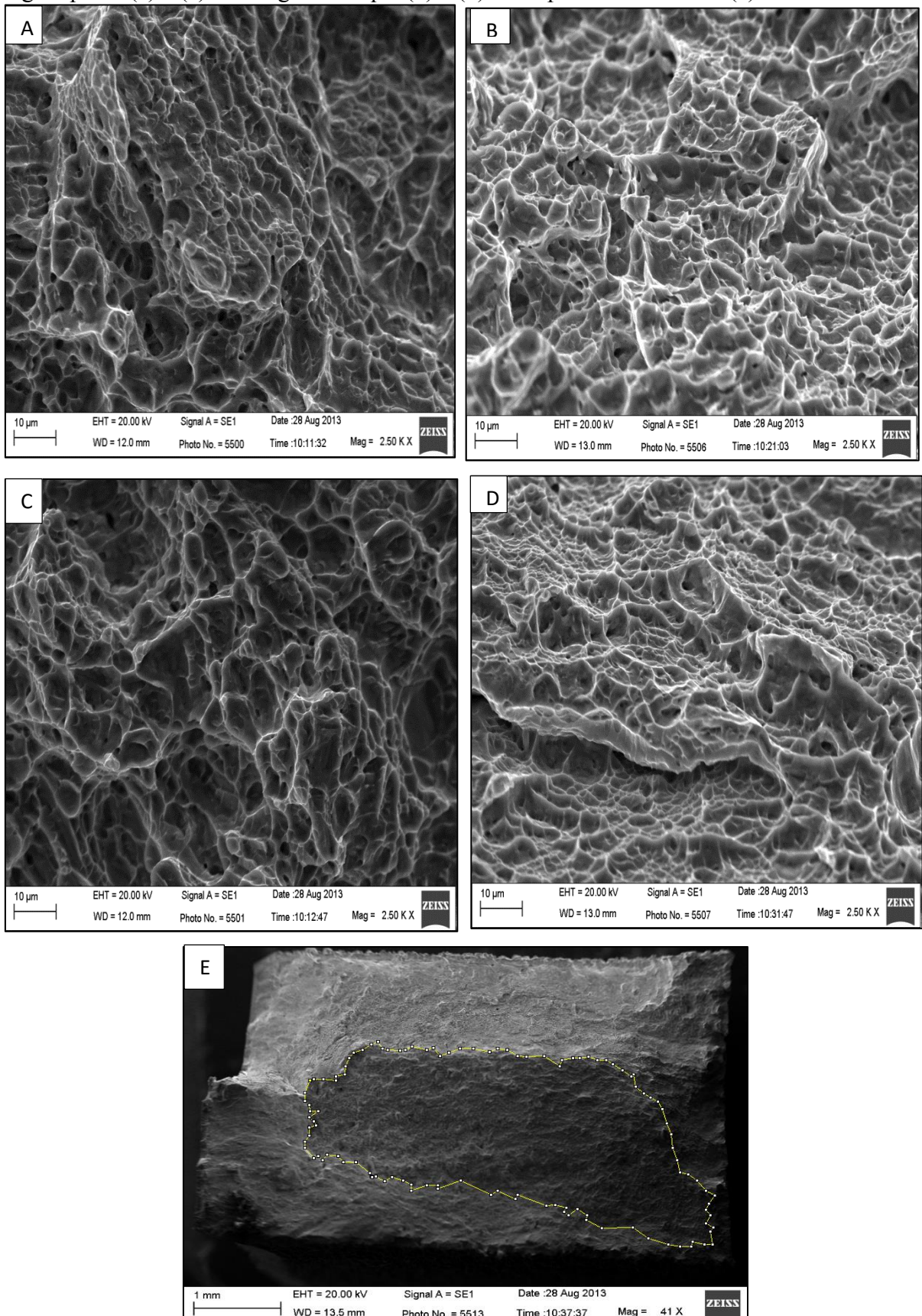
Fonte: Próprio autor.

Figura 42 – Fractografia da amostra A6503h de Ti-6Al-4V via DMLS: microcavidades na região plana (a) e (c) e na região oblíqua (b) e (d) e a superfície de fratura (e)



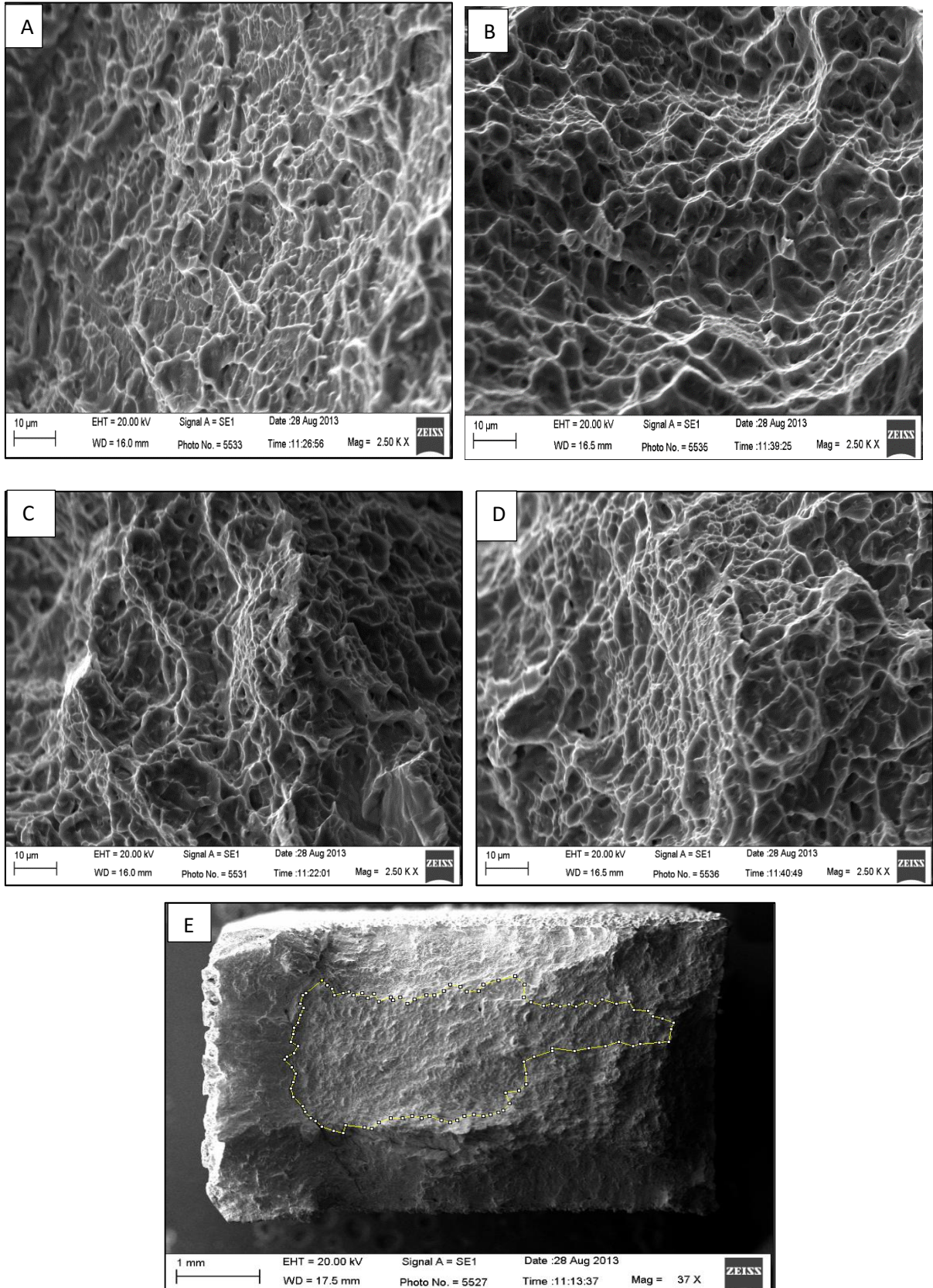
Fonte: Próprio autor

Figura 43 – Fractografia da amostra A8004h de Ti-6Al-4V via DMLS: microcavidades na região plana (a) e (c) e na região oblíqua (b) e (d) e a superfície de fratura (e)



Fonte: Próprio autor

Figura 44 – Fractografia da amostra A8502h de Ti-6Al-4V via DMLS: microcavidades na região plana (a) e (c) e na região oblíqua (b) e (d) e a superfície de fratura (e)



Fonte: Próprio autor.

O tamanho médio das microcavidades das regiões planas e oblíquas da superfície de fratura foram medidas através do método de contagem de interceptos por contagem manual utilizando de imagens de acordo com a norma ASTM E 112 – 96. A Tabela 6 apresenta os valores de tamanhos médios obtidos para ambas as regiões.

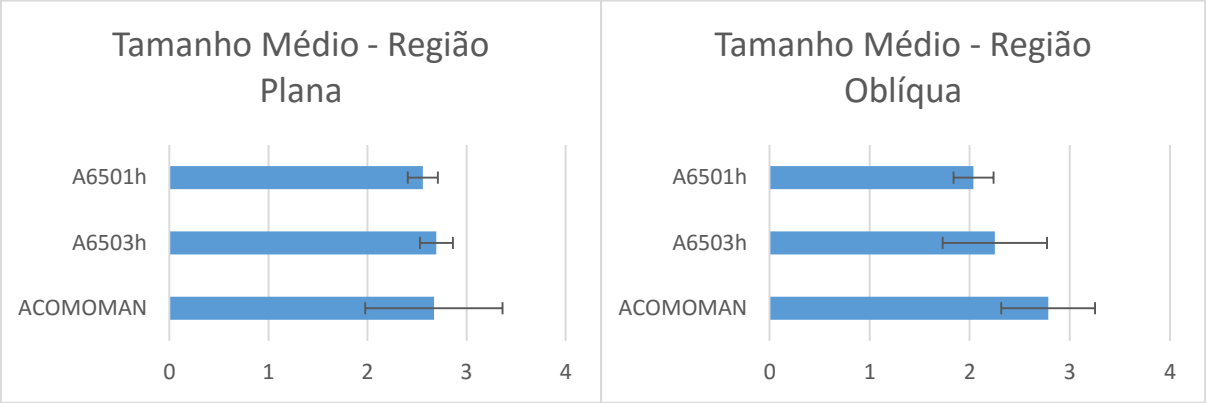
A Figura 45 apresenta um gráfico comparativo entre os tamanhos médios das microcavidades presentes nas amostras ACOMOMAN e A6501h e A6503h. A Figura 46 apresenta o gráfico comparativo com as amostras A8004h e A8502h. A amostra ACOMOMAN apresenta microcavidades maiores na região oblíqua, enquanto que as amostras A6501h, A6503h, A8004h e A8502h apresentam microcavidades maiores na região plana.

Tabela 6 - Tamanho médio das microcavidades das amostras prototipadas de Ti-6Al-4V via DMLS

Amostra	Região Oblíqua (μm)	Desvio	Região Plana (μm)	Desvio
ACOMOMAN	2.784	± 0.468	2.67	± 0.692
A6501h	2.038	± 0.199	2.557	± 0.152
A6503h	2.252	± 0.521	2.695	± 0.167
A8004h	3.024	± 0.262	3.169	± 0.4
A8502h	2.676	± 0.567	3.127	± 0.391

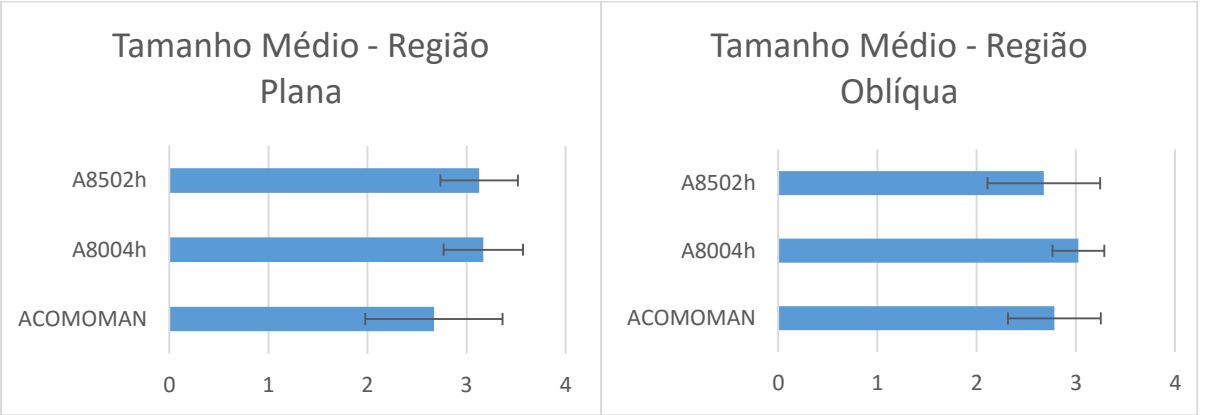
Fonte: Próprio autor.

Figura 45 - Tamanhos médios das microcavidades presentes nas regiões plana e oblíqua para as amostras ACOMOMAN, A6501h e A6503h



Fonte: Próprio autor.

Figura 46 - Tamanhos médios das microcavidades presentes nas regiões plana e oblíqua para as amostras ACOMOMAN, A8004h e A8502h



Fonte: Próprio autor.

6 CONCLUSÕES

A microestrutura final da amostra ACOMOMAN resultante do processo de manufatura aditiva por *DMLS* revelou uma microestrutura martensita hexagonal α' . A formação desta estrutura se dá devido às altas taxas de resfriamento envolvidas no processo de sinterização a laser. Para os tratamentos de alívio de tensões foi possível observar através das imagens preliminares que para a amostra A6501h, a microestrutura martensítica resultante do processo DMLS não se decompôs. Na amostra A6503h é possível evidenciar através do Difractograma e pelas imagens do MEV, que a microestrutura martensítica começa a se decompor, pois são observados precipitados da fase β . Já nas amostras A8004h e A8502h observa-se uma estrutura ($\alpha + \beta$), com cristais de fase α e fase β precipitada nos contornos. Pelo fato que o tratamento térmico foi feito abaixo da temperatura de transição T_β leva a uma estrutura ($\alpha + \beta$) para as amostras da liga Ti-6Al-4V.

Observa-se uma proximidade nos valores de microdureza nas amostras da condição ACOMOMAN e das condições A6501h e A6503h, devido a predominância da fase martensítica α' em suas microestruturas. Em relação às demais amostras, as tratadas termicamente A8004h e A8502h apresentaram valores médios de microdureza ligeiramente mais baixos devido à presença da fase β . Com o aumento da temperatura, melhora a ductilidade do material e diminui o limite de escoamento.

Para todas as amostras estudadas, a análise fractográfica mostra que o material apresentou fratura dúctil caracterizada pela formação e coalescência de microcavidades com forma e tamanhos variados. A amostra ACOMOMAN apresenta microcavidades maiores na região oblíqua, enquanto que as amostras tratadas termicamente apresentam microcavidades maiores na região plana.

6.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- ✓ Analisar os micromecanismos de fratura para tratamentos térmicos acima da temperatura de transição T_β .
- ✓ Analisar a microestrutura e propriedades da Liga Ti-6Al-4V produzida via DMLS para tratamentos térmicos acima da temperatura de transição T_β .

- ✓ Analisar ciclos térmicos com diferentes temperatura, tempos e taxas de resfriamento para caracterização da microestrutura da liga Ti-6Al-4V produzida via DMLS.
- ✓ Avaliar o fenômeno de transformação martensítica após o tratamento térmico por mais de 2 horas a 850 °C.
- ✓ O comportamento de fluência da liga Ti- 6Al- 4V via DMLS.
- ✓ Comparar os micromecanismos de fratura de uma amostra convencional feita por usinagem com uma amostra produzida via DMLS.

REFERÊNCIAS

- ABRAHAM, G. A.; GONZALES, M. F.; CUADRADO, T. R. La ciencia y la ingeniería de los biomateriales, um desafio interdisciplinario. **Ciencia Hoy**, Buenos Aires, v. 9, n. 49, 1998.
- AHMED, T.; RACK, H. J. Phase transformations during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys. **Materials Science and Engineering**, Amsterdam, v. 243, n. 1-2, p. 206-211, 1998.
- ALEIXO, G. T. **Obtenção, caracterização microestrutural e mecânica de ligas de Ti-Nb-Sn aplicadas em implantes ortopédicos**. 2009. 176 f. Dissertação (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. **ASTM e 112**: standard test methods for determining average grain size. Conshohocken: ASTM International, 1996.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. **ASTM F136**: Standard Specification for Wrought Titanium-6Aluminum-4Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy for Surgical Implant Applications (UNS R56401). Conshohocken: ASTM International, 2014.
- BALAMURUGAN, A. et al. Corrosion aspects of metallic implants: an overview. **Materials and Corrosion**, Weinheim, v. 59, n. 11, p. 855-869, 2008.
- BALAZIC, M.; KOPAC, J.; JACKSON, M. J.; AHMED, W. Review: titanium and titanium alloy applications in medicine. **Int. J. Nano and Biomaterials**, Bucks, v.1, n.1, p. 3-34, 2007.
- BERTOL, L. S.; JÚNIOR, W. K.; SILVA, F. P.; AUMUND-KOPP, C. Medical design: direct metal laser sintering of Ti-6Al-4V. **Materials & Design**, London, v. 31, n. 8, p. 3982-3988, 2010.
- BILESSIMO, L.D. **Extrusão inversa de pequenas peças em titânio GR 4 para implantes dentário: ferramenta e processo**. 2012.119 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012.
- BINELI, A. R. R.; JARDINI, A. L.; PERES, A. P. G.; BERNARDES, L. F.; FILHO, R. M. **Microchannels fabrication in Direct Metal Laser Sintering (DMLS)**. Boca Raton: CRC Press, 2011.
- BUSER, D. et al. Interface shear strength of titanium implants with a sandblasted and acid-etched surface: a biomechanical study in the maxilla of miniature pigs. **Journal of biomedical materials research**, Hoboken, v. 45, n. 2, p. 75-83, 1999.
- CARDOSO, F. F. **Análise de parâmetros de influência na ‘microestrutura e propriedades de ligas Ti-Mo-Zr aplicadas em próteses ortopédicas**. 2008. 89 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2008.

CARVALHO, J.; VOLPATO, N. Prototipagem rápida como processo de fabricação. In: VOLPATO, N. et al. **Prototipagem rápida: tecnologias e aplicações**. São Paulo: Edgard Blücher, 2007. Cap.1, p.1-15.

CRESPO, A.; DEUS, A.; VILAR, R. Modeling of phase transformations and internal stresses in laser powder deposition. **Proc. of SPIE**, Bellingham, v. 7131, p. 713120-713120-10, 2008.

DIETER, G. E. Mechanical metallurgy. London: **McGraw-Hill Book Company**, 1988. 751p.

DING, R.; GUO, Z.X.; WILSON, A. Microstructure evolution of a Ti-6Al-4V alloy during thermomechanical processing. **Materials Science & Engineering**, Bethesda, v. A 327, p. 233-245, 2002.

ESPERTO, L.; OSÓRIO, A. Rapid tooling, sinterização directa por laser de metais. **Revista da Associação Portuguesa de Análise Experimental de Tensões**, Lisboa, v. 15, p. 117-124, 2008.

FACCHINI, L.; MAGALINI, E.; ROBOTTI, P.; MOLINARI, A.; HÖGES, S.; WISSENBACH, K. Ductility of a Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting of pre alloyed powders. **Rapid Prototyping Journal**, Bingley, v. 16, n. 6, p. 450-459, 2010.

FRAY, D. Novel methods for the production of titanium. **International Materials Reviews**, Leeds, v. 53, n. 6, p.317-325, 2008.

FERREIRA I. **Mecânica e mecanismos de fratura**. Campinas: Universidade Estadual de Campinas, 1998.

FERREIRA, C. V.; SANTOS, J. R. L.; SILVA, J. V. L. Exemplos de aplicações da prototipagem rápida. In: VOLPATO, N. et al. **Prototipagem rápida: tecnologias e aplicações**. São Paulo: Edgard Blücher, 2007. Cap. 6, p. 196-224.

GALVANI, E. T. et al. Avaliação do desenvolvimento microestrutural da liga Ti-6Al-4V sinterizada a vácuo e por sinterização direta de metais a laser a partir de pós préligados. In: CONGRESSO LATINO AMERICANO DE ÓRGÃOS ARTIFICIAIS E BIOMATERIAIS, 7., 2012, Natal. **Anais...** Natal: Colaob, 2012.

GREGOLIN, R. F. **Desenvolvimento, comportamento mecânico e microestrutural de uma prótese mandibular em liga de titânio produzida por sinterização a laser de metal (DMLS)**. 2013. 108 f. Dissertação (Mestre em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Ilha Solteira, São Paulo. 2013.

GILBERT, R.; SHANNON, C.R. Heat Treating of titanium. In: **ASM metals handbook**. Ohio: ASM International, 1991.

GUIMARÃES, V. A. **Influência da taxa de resfriamento nas propriedades mecânicas e no micromecanismo de fratura de um aço microligado com nióbio e titânio**. 1997. 157 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica. Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1997.

GUO, N.; LEU, C. Additive manufacturing: technology, applications and research needs. **Frontiers of Mechanical Engineering**, Beijing, v. 8, n. 3, p. 215-243, 2013.

GUO, C. Y.; MATINLINNA, J. P.; TANG, A. T. H. Effects of surface charges on dental implants: past, present, and future. **International Journal of Biomaterials**, New York, v. 2012, p. 1-5, 2012.

GURAPPA, I. Characterization of different materials for corrosion resistance under simulated body fluid conditions. **Materials Characterization**, Philadelphia, v. 49, p. 73-79, 2002.

HERTZBERG, R.W. Deformation and fracture mechanics of engineering materials. 4.ed. New York: **John Wiley & Sons**, 1996. 786 p.

JARDINI, A. L.; LAROSA, M. A.; FILHO, R. M.; ZAVAGLIA, C. A. C.; BERNARDES, L. F.; LAMBERT, C. S.; CALDERONI, D. R.; KHARMANDAYAN, P. Cranial reconstruction: 3D biomodel and custom-built implant created using additive manufacturing. **Journal of Cranio-Maxillofacial Surgery**, London, v. 42, n. 8, p. 1-8, 2014.

JARDINI, A. L.; LAROSA, M. A.; BERNARDES, L. F.; ZAVAGLIA, C. A. C.; FILHO, R. M. Application of direct metal laser sintering in titanium alloy for cranioplasty. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO, 6., 2011, Caxias do Sul. **Anais...** Caxias do Sul: ABCM, 2011. p. 1-7.

JESUINO, G. A.; RIBEIRO, L. M. F.; NAKAZATO, R. Z.; CODARO, E. N.; OHEIN, L. R. Propriedades mecânicas e resistência à corrosão da liga Ti-6Al-4V obtida da reciclagem da liga Ti-6Al-4V. **Materials Research**, São Carlos, v. 4, n. 2, p. 63-69, 2001.

KNOLL, P.K.; SCHAEFFER, L. Análise microestrutural da liga de titânio $\alpha+\beta$, Ti-6Al-4V, forjada à quente. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 2006, Foz do Iguaçu. **Anais...** Foz do Iguaçu: [s. n.], 2006. p. 7440-7451.

KNOWLES, C.R.; BECKER, T.H.; TAIT, R.B. 2012. The effect of heat treatment on the residual stress levels within direct metal laser sintered Ti-6Al-4V as measured using the hole-drilling strain gauge method. In: INTERNATIONAL RAPDASA CONFERENCE, 13., Sun City. **Proceedings...** Sun City: [s. n.], 2014. p. 1-10.

LAHEURTE, P.; EBERHARDT, A.; PHILIPPE, M. J. Influence of microstructure on the pseudoelasticity of a metastable beta titanium alloy. **Materials Science and Engineering**, Amsterdam, v. 396, p. 223-230, 2005.

LAROSA, M.A. **Análise da resistência à corrosão e ao desgaste do aço inoxidável austenítico ASTM F 138 tratado por Laser**. 2010. 118f. Dissertação (Tese de Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2010.

LAROSA, M. A. et al. Produção de implantes customizados em liga de titânio através de sinterização direta de metais por laser (DMLS): caracterização microestrutural e mecânica. In: CONGRESSO LATINO AMERICANO DE ÓRGÃOS ARTIFICIAIS EBIOMATERIAIS, 7., 2012, Natal. **Anais...** Natal: Colaob, 2012.

LAROSA, M. A; JARDINI, A. L; ZAVAGLIA, C. A. C; KHARMANDAYAN, P.; CALDERONI, D. R; MACIEL FILHO, R. Microstructural and mechanical characterization of a custom-built implant manufactured in titanium alloy by direct metal laser sintering. **Advances in Mechanical Engineering**, London, p 1-8, 2014.

LEE, D.; LEE, S.; LEE, Y. Effect of precipitates capacity and mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy. **Materials Science and Engineering A**, Amsterdam, v. 486, p. 19-26, 2008.

LEYENS, C.; PETERS, M. **Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications**. DLR – German Aerospace Center – Institute of Materials Research, Wiley-VCH, Köln, Germany, 2003.

LIMA, P. M. **Caracterização de revestimentos de hidroxiapatita depositados por aspersão térmica a plasma sobre a liga Ti-13Nb-13Zr para aplicação em implantes dentários**. 2004. Tese (Doutorado em) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2004.

LIMA, C. B. **Engenharia reversa: estudo de casos**. Campinas: Universidade Estadual de Campinas, 2003. 98 p.

LIU, X.; CHU, P.; DING, C. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. **Materials Science and Engineering**, Amsterdam, v. 47, n. 3-4, p. 49-121, 2004.

LONG, M.; RACK, H.J. Titanium alloys in total joint replacement: a materials science perspective. **Biomaterials**, Amsterdam, v. 19, p. 1621-1639, 1998.

LONGHITANO, G. A. **Estudo de tratamentos térmicos e acabamentos de superfície na Liga Ti-6Al-4V produzida via DMLS para aplicação em implantes**. 2015. 108 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2015.

LOPES, E. S. N. **Correlação entre transformações de fases e comportamento mecânico de ligas Ti-Nb-Sn e sua aplicação na concepção de implantes ortopédicos com propriedades otimizadas**. 2009. 142 f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

LÜTJERING, G.; WILLIAMS, J. C. **Titanium**, London: Springer, 2010.

MELLO, G. M. R. **Efeito de elementos betagênicos na estabilidade de fases e propriedades de ligas de titânio para implantes ortopédicos**. 2004. 131 f. Tese (Doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2004.

METALS HANDBOOK. **Failure analysis and prevention**. 9. ed. Washington: ASM, 1980. v. 11.

MEURER, E. **As tecnologias CAD-CAM em cirurgia e traumatologia bucomaxilofacial**. Porto Alegre: Pontificia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, 2002. 231 p.

MORCELLI, A. E. **Estudo dos micromecanismos de deformação e fratura da liga de titânio Ti-6Al-4V utilizando-se técnicas de microscopia eletrônica e difração de raios X**. 2009. 126 f. Dissertação (Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear- Materiais) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nuclear, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

NATIVE, 3D. **Sinterizado directo de metal por laser, les explicamos todo!** [S. l.], 2015. Disponível em: <<http://www.3dnatives.com/es/sinterizado-directo-de-metal-por-laser-les-explicamos-todo/>>. Acesso em: 10 jul. 2015.

MURR, L. E.; et al. Microstructure and mechanical behavior of Ti–6Al–4V produced by rapid-layer manufacturing, for biomedical applications. **Journal of the mechanical behavior of biomedical materials** **2**, Amsterdam, 2008.

NIINOMI, M. Mechanical properties of biomedical titanium alloys. **Materials Science & Engineering**, Bethesda, v. A243, 231.236. 1998.

NIINOMI, M. Recent research and development in titanium alloys for biomedical applications and healthcare goods. **Science and Technology of Advanced Materials**, Bristol, v. 4, p. 445-454, 2003.

OLIVEIRA, M. F. **Aplicações da prototipagem rápida em projetos de pesquisa**. 2008. 107 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2008.

OLIVEIRA, V. M. C. A. **Estudo do fenômeno da fluência na liga Ti-6Al-4V submetida a tratamentos de nitretação e carbonetação por plasma**. 2010. 118 f. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2010.

PEIXOTO, E. M. A. **Metal handbook**. 10 ed. Castings: Divisão de Estudo de Química, 2006.

PEREIRA, M. M.; BUONO, V. T. L.; ZAVAGLIA, C. A. C. Materiais metálicos: ciência e aplicação como biomateriais. In: ORÉFICE, R.L.; PEREIRA, M.M.; MANSUR, H.S. **Biomateriais: fundamentos e aplicações**. Rio de Janeiro: Cultura Médica, 2006. Cap.2, p. 39-58.

PETERS, M. et al. (Ed). **Titanium and titanium alloys**. Weinheim: Wiley-VCH; Chichester: John Wiley & Sons, 2003.

PETERS, M.; HEMPTENMACHER, J.; KUMPFERT, J.; LEYENS, C. **Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications**. Weinheim: Wiley-VCH; Chichester: John Wiley & Sons, 2005.

PILLACA, M. **Síntesis y caracterización de hidroxiapatita: silício obtenida mediante reacción mecano-química $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6-x(\text{SiO}_4)_x\text{OH}_{2-x}$** . 2011. 73 f. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Ciências Físicas, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, 2011.

RAMOSOEU, M. E.; CHIKWANDA, H. K.; BOLOKANG, A. S.; BOOYSEN, G.; NGONDA, T. N. Additive manufacturing: characterization of Ti6-6Al-4V alloy intended for biomedical application. **The Light Metals Conference**. p. 337-344, 2010.

SILVA, G. C., KAMINSKI, P. C. Prototipagem rápida aplicada às peças utilizadas em ensaios estáticos de embalagens para acondicionamento e transporte de peças automotivas. In: CONGRESSO E EXPOSIÇÃO INTERNACIONAIS DA TECNOLOGIA DA MOBILIDADE, 16., 2007, São Paulo. **Anais...** São Paulo: SAE Technical Paper Series, 2007. p. 1-9.

SILVA, J. C. **Estudo comparativo de superfícies de titânio utilizadas em implantes**. 226.68 f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

SOKEI, C. R.; TOKIMATSU, R. C.; FERREIRA, I.; VENTRELLA, V. A.; DELFORGE, D. I. M.; ZANELATTI, R. S. Micromecanismos da fratura decorrentes da ruptura por impacto de um aço inoxidável ISO 5832-9. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 20., 2012, Joinville. **Anais...** Joinville: [s. n.], 2012. p. 6559-6566.

SPENCER, N. D.; TEXTOR, M. Surface modification, surface analysis, and biomaterials. **Laboratory for Surface and Technology**, Orono, v. 15, n. 5, 2007.

STOLEN, S.; GRAND, T. Chemical thermodynamics of materials: macroscopic and microscopic aspects. Nottingham: **John Wiley & Sons**, 2004. 396 p.

THIJS, L.; VERHAEGHE, F.; CRAEGHS, T.; HUMBEECK, J. V.; KRUTH, J. P. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V. **Acta Materialia**, Kidlington, v. 58, n. 9, p. 3303-3312, 2010.

THÖNE, M.; LEUDERS, S.; RIEMER, A.; TRÖSTER, T.; RICHARD, H. A. **Influence of heat-treatment on selective laser melting products:** e.g. Ti6Al4V. In: Austin: Solid Freeform Fabrication symposium, 2012.

ULBRICH, C. B. L. **Inspeção por digitalização em aplicações de prototipagem rápida na medicina**. 2007. 254 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2007.

VOLPATO, N., FERREIRA, C. V., SANTOS, J. R. L. dos. **Prototipagem Rápida: tecnologias e aplicações**. São Paulo: Edgard Blücher, 2006.

VOLPATO, N. **Prototipagem rápida: tecnologias e aplicações**. São Paulo: Edgard Blücher, 2007.

VRANCKEN, B.; THIJS, L.; KRUTH, J. P.; HUMBEECK, J. V. Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties. **Journal of Alloys and Compounds**, Amsterdam, v. 541, p. 177-185, 2012.

WANG, F. Microstructure study of direct laser fabricated Ti alloys using powder and wire. **Applied Surface Science**, Amsterdam, v. 253, 2006.

WILCHES, L.V., URIBE, J.A., TORO, A. Wear of material used for artificial joints in total hip replacements. **Wear**, Amsterdam, v. 265, p. 143-149, 2008.

WOHLERS, T. T. **Rapid prototyping & tooling state of the industry**: 1998 worldwide progress *report*. [S. l.]: Wohlers Associates, 1998.

WOHLERS REPORT 2013. **Additive Manufacturing and 3D Printing State of the Industry**: annual worldwide progress report. [S. l.]: Wohlers Associates, 1987.

ZENG, L.; BIELER, T. R. Effects of working, heat treatment, and aging on microstructural evolution and crystallographic texture of α , α' , α'' and β phases in Ti-6Al-4V wire. **Materials Science and Engineering A**, Amsterdam, v. 392, p. 403-414, 2005.

ZIMMER, C.G. **Influência da oxidação térmica sobre as propriedades de fadiga da liga Ti-6Al-4V**. 2011. 94f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

ANEXO A - Ficha JCPDS 44-1294 Ti, Titanium

Name and formula

Reference code: 00-044-1294

PDF index name: Titanium

Empirical formula: Ti

Chemical formula: Ti

Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal

Space group: P6₃/mmc

Space group number: 194

a (Å): 2,9505

b (Å): 2,9505

c (Å): 4,6826

Alpha (°): 90,0000

Beta (°): 90,0000

Gamma (°): 120,0000

Calculated density (g/cm³): 4,50

Volume of cell (10⁶ pm³): 35,30

Z: 2,00

RIR: 0,90

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic

Alloy, metal or intermetallic

Common Phase

Forensic

Quality: Star (S)

Comments

Color: Gray

General comments: Average relative standard deviation in intensity of the ten strongest reflections for three specimen mounts = 6.7%.

Sample source: Sample was obtained from A.D. Mackay Inc.

Additional pattern: Validated by calculated pattern.

To replace 5-682.

References

Primary reference: Sailer, R., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA., *ICDD Grant-in-Aid*, (1993)

Peak list

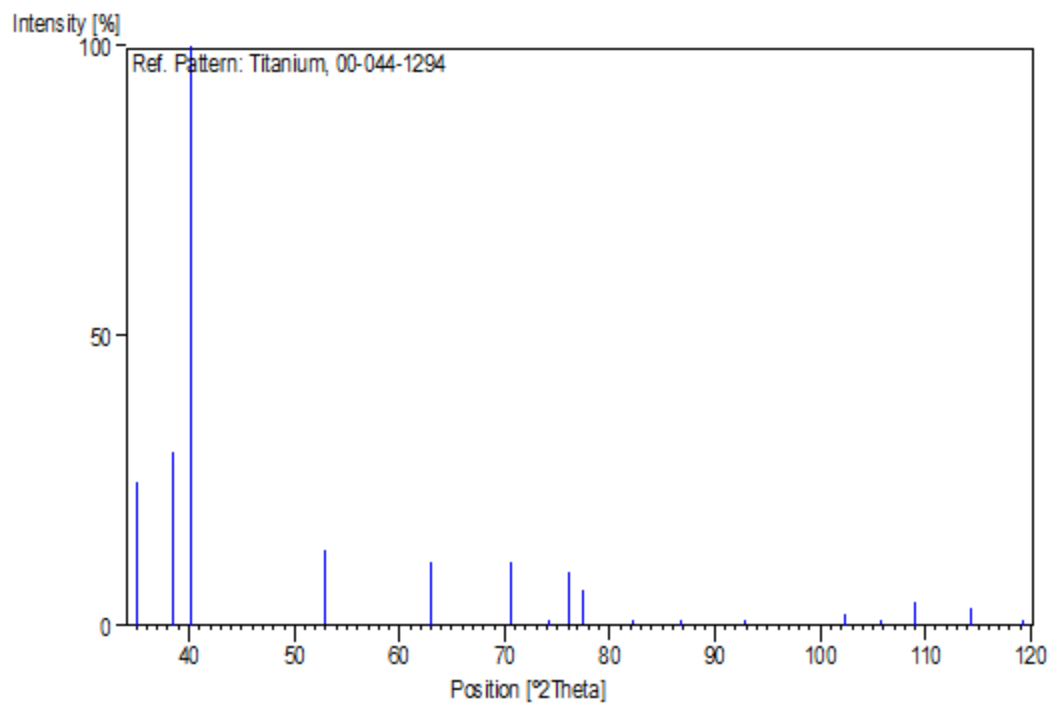
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	0	2,55500	35,094	25,0

2	0	0	2	2,34100	38,422	30,0
---	---	---	---	---------	--------	------

3	1	0	1	2,24300	40,171	100,0
---	---	---	---	---------	--------	-------

4	1	0	2	1,72620	53,005	13,0
5	1	1	0	1,47530	62,951	11,0
6	1	0	3	1,33200	70,663	11,0
7	2	0	0	1,27760	74,160	1,0
8	1	1	2	1,24810	76,221	9,0
9	2	0	1	1,23240	77,370	6,0
10	0	0	4	1,17070	82,292	1,0
11	2	0	2	1,12150	86,762	1,0
12	1	0	4	1,06430	92,732	1,0
13	2	0	3	0,98865	102,364	2,0
14	2	1	0	0,96578	105,802	1,0
15	2	1	1	0,94591	109,046	4,0
16	1	1	4	0,91701	114,283	3,0
17	2	1	2	0,89281	119,261	1,0

Stick Pattern



ANEXO B - Ficha JCPDS 44-1288 Ti, Titanium

Name and formula

Reference code: 00-044-1288
 PDF index name: Titanium
 Empirical formula: Ti
 Chemical formula: Ti

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
 Space group: Im3m
 Space group number: 229
 a (Å): 3,3065
 b (Å): 3,3065
 c (Å): 3,3065
 Alpha (°): 90,0000
 Beta (°): 90,0000
 Gamma (°): 90,0000
 Calculated density (g/cm³): 4,40
 Volume of cell (10⁶ pm³): 36,15
 Z: 2,00
 RIR: 8,68

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
 Alloy, metal or intermetallic
 Quality: Calculated (C)

Comments

General comments: High temperature phase, stable above 1153 K.

References

Primary reference: Calvert, L., Lakes Entrance, Victoria, Australia., *Private Communication*, (1993)
 Unit cell: Eppelsheimer, D., Perman, R., *Nature (London)*, **166**, 960, (1950)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	0	2,33750	38,482	100,0
2	2	0	0	1,65320	55,543	12,0
3	2	1	1	1,34960	69,607	17,0
4	2	2	0	1,16890	82,447	4,0
5	3	1	0	1,04540	94,927	5,0
6	2	2	2	0,95440	107,628	1,0
7	3	2	10	0,88370	121,308	6,0
8	4	0	0	0,82660	137,463	1,0
9	4	1	1	0,77930	162,568	4,0

Stick Pattern