



Universidade Federal
do Rio de Janeiro
Escola Politécnica

Consolidação de pós de Titânio via Extrusão Angular em Canal

Marcus Vinicius Azevedo da Silva

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários a obtenção do título de Engenheiro Metalúrgico.

Orientador: Juan Carlos Garcia de Blas

Rio de Janeiro

Março de 2016

CONSOLIDAÇÃO DE PÓS DE TITÂNIO VIA EXTRUSÃO ANGULAR EM CANAL

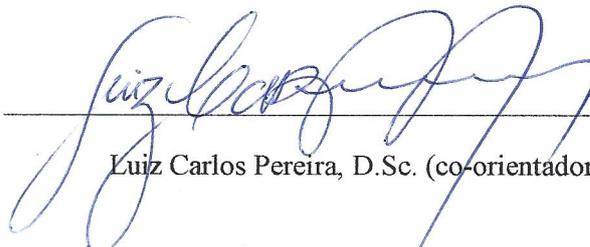
Marcus Vinicius Azevedo da Silva

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE ENGENHARIA METALÚRGICA DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO METALÚRGICO.

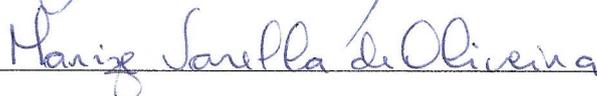
Examinada por:



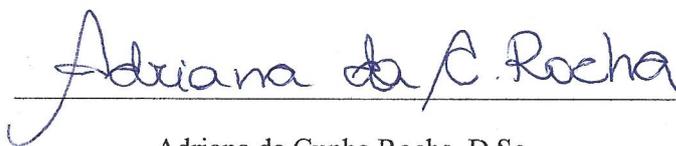
Juan Carlos Garcia de Blas, Dr.Ing. (Orientador).



Luiz Carlos Pereira, D.Sc. (co-orientador)



Marize Varella de Oliveira, D.Sc.



Adriana da Cunha Rocha, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL.

MARÇO DE 2016

Silva, Marcus Vinicius Azevedo

Consolidação De Pós De Titânio Via Extrusão Angular Em Canal – Marcus Vinicius Azevedo da Silva - Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2016.

VIII, 73 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Juan Carlos Garcia de Blas

Projeto de graduação – UFRJ/Escola Politécnica/ Engenharia Metalúrgica, 2016

Referências Bibliográficas: p. 72-73.

1 - Consolidação de pó de Titânio, 2 - Deformação Plástica Severa, 3 - Extrusão Angular em Canal I Blas, Juan Carlos Garcia. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia Metalúrgica. III Consolidação De Pós De Titânio Via Extrusão Angular Em Canal.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, primeiramente, pela a minha saúde e força de vontade durante todos os percalços durante o curso de graduação.

A minha família por todo o suporte financeiro e afetivo no decorrer desta longa caminhada.

A todos os meus amigos que sempre estiveram ao meu lado nestes tempos difíceis, especialmente a Rhanna Franco, Breno Feres, Lucas Kling, Pierluigi Raso, Camilla Bragança.

Agradeço aos colegas de turma que adquiri no decorrer da faculdade, Gabriel Bartholazzi, Anderson Pereira, Virginia Bertolo, Rodrigo Gonçalves, Marcus Lima, Hayla Miceli, Raphael Araujo, Leonardo Ciâncio, Rafael Ferreira, Carlos Carvalhal e Carlos Schaub, e a todos que me ajudaram em várias matérias durante a minha graduação.

Aos meus professores por transmitirem com bastante dedicação o conhecimento que detêm. Em especial aos professor Juan Garcia de Blas e Luiz Carlos Pereira por toda ajuda, paciência e atenção empregada para me orientar nesse projeto.

Aos técnicos do laboratório Termic Laercio e João por todo apoio e a paciência durante a preparação e a execução dos ensaios.

Ao Instituto Nacional de Tecnologia pelo fornecimento da matéria prima e por todo o suporte técnico oferecido durante os ensaios de flexão.

Resumo do Projeto de Graduação apresentado ao DEMM/EP/UFRJ como parte integrante dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheiro Metalúrgico

CONSOLIDAÇÃO DE PÓS DE TITÂNIO VIA EXTRUSÃO ANGULAR EM CANAL

Marcus Vinicius Azevedo da Silva

Março/2016

Orientador: Juan Carlos Garcia de Blas

Curso: Engenharia Metalúrgica

As ligas de titânio processadas por sinterização são largamente utilizadas na fabricação de implantes, pois este processo apresenta vantagens no que concerne à obtenção de formas mais complexas e eliminação da operação de usinagem. No entanto, são necessárias altas temperaturas e longos períodos de tempo, devido ao processo ser baseado no fenômeno de difusão atômica. Outro problema a ser ressaltado é que os elementos de liga normalmente utilizados para conferir as propriedades mecânicas do titânio são tóxicos. Este estudo aborda uma rota alternativa ao processamento por metalurgia do pó para a obtenção de componentes titânio puro, trata-se da aplicação de técnica de Deformação Plástica Severa via Extrusão Angular em Canal (EAC). Neste processo são aplicadas grandes deformações cisalhantes às partículas que leva a um aumento da área superficial dessas partículas, de modo a promover à junção dessas partículas deformadas eficientemente e em temperaturas mais baixas. A deformação plástica severa mostrou ser uma alternativa eficiente em para a obtenção de titânio puro para aplicações em implantes. Os valores de dureza conferido e resistência a ruptura transversal do titânio puro por EAC se aproximam daqueles encontrados para as liga Ti-6Al-4V obtidas pelas mesma técnica de processamento.

Palavras-chave: Consolidação de pó de Titânio, Deformação Plástica Severa e Extrusão Angular em Canal.

Abstract of Undergraduate Project presented to DEMM/POLI/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Metallurgical Engineer.

CONSOLIDATION OF TITANIUM POWDER VIA EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSURE

Marcus Vinicius Azevedo da Silva

March/2016

Advisor: Juan Carlos Garcia de Blas

Course: Metallurgical Engineering

The sintering of titanium alloys are widely used for implants fabrication, because this process shows some advantages to obtain elaborated shape molds and suppressed machining operation. However, this process needs high temperatures and long periods of time, due to the sintering being a diffusional process. Other problem is the toxic elements generally used to reach the mechanical properties. This work is looking forward an alternative route to obtain pure powder titanium through the application of Severe Plastic Deformation via Extrusion Channel Angular Pressing. In this process high shear deformation is applied to the particules to promote the increment of the superficial areas to stimulate the union of the new surfaces in a efficient way and using low temperatures. The Severe Plastic Deformation is presented as efficient alternative to sintering in order to obtain pure titanium to implant application. The values of hardness and rupture stress reached by Severe Plastic Deformation the material attain high green strength comparable with the Ti-6Al-4V consolidated through the Extrusion Channel Angular Pressing.

Keywords: Titanium powder consolidation, Plastic Severe Deformation and Extrusion Channel Angular Pressing.

SUMÁRIO

1- INTRODUÇÃO	13
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	14
2.1 Titânio	14
2.1.1 Considerações Gerais	14
2.1.2 Metalurgia Física do Titânio	15
2.1.3 Comparação entre Ti puro e a liga Ti-6Al-4V	17
2.2 Deformação Plástica Severa.....	19
2.2.1 Extrusão Angular em Canal	20
2.3 Consolidação de produtos da Metalurgia do Pó por EAC.....	22
2.3.1 Introdução	22
2.3.2 Sinterização	22
2.3.3 Consolidação por Deformação Plástica Severa	23
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	26
3.1 Materiais	26
3.2.1 Tarugo	26
3.2.2 Denso.....	27
3.2.3 Pó de Titânio	27
3.3 Processamento EAC.....	29
3.3.1 Equipamentos utilizados.....	29
3.3.2 Procedimentos dos ensaios	29
3.3.3 Rotas de Processamento	31
3.4 Caracterização	31
3.4.1 Dimensional.....	31
3.4.2 Metalográfica	32
3.4.3 Corpos de Prova para Ensaios de Fratura.....	32
3.5 Ensaios Mecânicos	34
3.5.1 Ensaio de Dureza Vickers.....	34
3.5.2 Ensaio de Flexão	34
3.6 Caracterização de Fratura	35

4	RESULTADOS	36
4.1	Amostras processadas em EAC	36
4.1.1	Aspectos Dimensionais	36
4.1.2	Valores de carga nos ensaios EAC	37
4.2	Caracterização Microestrutural	42
4.2.1	Tarugo	43
4.2.2	Denso	44
4.2.3	Pó de Titânio	44
4.3	Caracterização das Propriedades Mecânicas	49
4.3.1	Dureza	49
4.3.2	Flexão	51
5	DISCUSSÃO	63
5.1	Aspectos Dimensionais	63
5.2	Carregamentos obtidos nos ensaios EAC	63
5.3	Análise Microestrutural	64
5.4	Análise das Propriedades Mecânicas	65
5.4.1	Dureza	65
5.4.2	Ensaio de Flexão	65
6	CONCLUSÕES	69
7	PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS	71
8	REFERÊNCIAS	72

LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 1 –(a) Estrutura Cristalina Hexagonal compactado com parâmetros de rede e os planos principais de escorregamento; (b) Estrutura Cristalina Cubica de Corpo Centrado e os planos principais de escorregamento (LEYENS E PETERS, 2003).</i>	16
<i>Figura 2- Representação esquemática da Extrusão Angular em Canal</i>	20
<i>Figura 3 - As quatro rotas de deformação possíveis em EAC (IWAHASHI et al, 2000).</i>	21
<i>Figura 4– Mecanismo de união de superfícies no processo de sinterização (SEEBER, 2008).</i>	22
<i>Figura 5–Ilustração esquemática do processo de consolidação de pós de Titânio (adaptado de HAOUAOUI, 2008).</i>	23
<i>Figura 6 - Comparação entre o deslizamento eficiente em relação ao simples escorregamento das mesmas (XIA, 2010).</i>	24
<i>Figura 7- Conjunto invólucro + pastilhas + tampa de aço utilizado no procedimento tarugo.</i>	27
<i>Figura 8 - Conjunto invólucro + material denso + tampa de aço utilizado no procedimento denso.</i>	27
<i>Figura 9–(a) Chapa fina inicialmente utilizada na fabricação do invólucro; (b) Invólucro de tubular de Aço Inox.</i>	28
<i>Figura 10- Montagem utilizada no processamento com tubo quadrado de inox.</i>	29
<i>Figura 11- Figura esquemática dos equipamentos utilizados e processamento EAC; a) Matriz EAC, b) punção e c) guia.</i>	29
<i>Figura 12 –a) Posicionamento da amostra e dos calços durante o ensaio; b) Posição na qual o ensaio foi interrompido.</i>	30
<i>Figura 13 - Plano no qual o corte foi realizado em relação a amostra.</i>	32
<i>Figura 14 - Preparação pré fratura da amostra com 2 passes ilustrando os quadrantes que darão origem as corpos de prova do ensaio de flexão.</i>	33
<i>Figura 15-a) Equipamento universal de ensaios INSTRON 3382, b) esquema utilizado no ensaio de flexão em 3 pontos.</i>	34
<i>Figura 16 - Radiografias das pastilhas processadas com invólucro de aço baixo carbono (a) material com 1 passe (b) material com 2 passes.</i>	36
<i>Figura 17- Amostras processadas com invólucro de chapa (a) material com 1 passe (b) material com 2 passes.</i>	36
<i>Figura 18- Amostras processadas com invólucro tubular (a) ensaio interrompido no canal de entrada; (b) 1 passe; (c) 2 passes.</i>	37
<i>Figura 19- Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento pastilha para amostra com 1 passe.</i>	38
<i>Figura 20- Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento pastilha para amostra com 2 passes.</i>	38

<i>Figura 21 - Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento pastilha para amostra com 4 passes.</i>	<i>39</i>
<i>Figura 22- Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento chapa para amostra com 1 passe.</i>	<i>39</i>
<i>Figura 23- Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento chapa para amostra com 2 passe.</i>	<i>40</i>
<i>Figura 24- Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento tubular para amostra com 1 passe.</i>	<i>40</i>
<i>Figura 25 - Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento tubular para amostra com 2 passes.</i>	<i>41</i>
<i>Figura 26- Material nos estados: a) Compactado (MEV); b) com 1 passe (MO); c) com 2 passes (MO); d) com 4 passes (MO).</i>	<i>43</i>
<i>Figura 27– Microestrutura material a) como recebido (MO); b) com 4 passes(MO).....</i>	<i>44</i>
<i>Figura 28- Análise Microestrutura de material processado com um passe com involucro de chapa; figuras a), c) e e) Microestrutura do material regiões sem trincas com aumentos de 100x, 200x e 500x, respectivamente. Figuras b), d) e f) Microestrutura do material regiões contendo trincas com aumentos de 100x, 200x e 500x, respectivamente (MO).</i>	<i>45</i>
<i>Figura 29 – Microestrutura obtida no 2 passe utilizando a rota A (MO).</i>	<i>46</i>
<i>Figura 30- Microestrutura observado no pó de titânio compactado no canal de entrada (MO).</i>	<i>47</i>
<i>Figura 31 - Microestrutura material processado através do invólucro tubular com 1 passe (MO).</i>	<i>48</i>
<i>Figura 32 - Microestrutura do material processado através do invólucro tubular com 2 passes.</i>	<i>48</i>
<i>Figura 33– Mapa de dureza da amostra compactada com ensaio interrompido no canal de entrada.</i>	<i>50</i>
<i>Figura 34 - Gráfico de Carga versus Extensão da amostra B1.....</i>	<i>51</i>
<i>Figura 35– Gráfico de Carga versus Extensão da amostra B2.</i>	<i>52</i>
<i>Figura 36- Gráfico de Carga versus Extensão da amostra B3.....</i>	<i>52</i>
<i>Figura 37 - Gráfico de Carga versus Extensão da amostra B4.....</i>	<i>53</i>
<i>Figura 38 - Gráfico de Carga versus Extensão da amostra A1.....</i>	<i>53</i>
<i>Figura 39 - Gráfico de Carga versus Extensão da amostra A2.....</i>	<i>54</i>
<i>Figura 40 - Gráfico de Carga versus Extensão da amostra A3.....</i>	<i>54</i>
<i>Figura 41 - Gráfico de Carga versus Extensão da amostra A4.....</i>	<i>55</i>
<i>Figura 42- Círculo de Mohr utilizado para calcular a tensão de ruptura no plano de fratura.</i>	<i>56</i>
<i>Figura 43- Material fraturado com 1 passe: (a) vista lateral (MO); (b) vista frontal (MO).</i>	<i>57</i>
<i>Figura 44 - Material fraturado com 2 passes: (a) vista lateral (MO); (b) vista frontal (MO).. ..</i>	<i>57</i>

<i>Figura 45– Imagens MEV amostra com 1 passe; a) vista superior (MEV); b) vista lateral (MEV).</i>	58
<i>Figura 46 – Imagens MEV amostra com 2 passes; a) vista superior (MEV); b) vista lateral (MEV).</i>	58
<i>Figura 47 – Montagem das fotos referente a região de fratura da amostra com 1 passe, mostra o ponto no qual a carga foi aplicada e o ângulo referente ao plano de fratura.</i>	59
<i>Figura 48 – Mapa da vista lateral da amostra com 1 passe (MEV).</i>	60
<i>Figura 49- Montagem das fotos referente a região de fratura da amostra com 2 passes, mostrando o ponto no qual a carga foi aplicada e o ângulo referente ao plano de fratura.</i>	61
<i>Figura 50 - Mapa da vista lateral da amostra com 2 passes (MEV).</i>	62
<i>Figura 51- Comparação dos valores de tensão de ruptura versus retro pressão em diferentes temperaturas obtidos neste texto com os apresentados por (LAPOVOK,2008)</i>	66
<i>Figura 52 – a) Indicação do local no qual foi aplicado o zoom; b) Vista mais detalhada da região da fratura na qual foi aplicada a tensão trativa na amostra com 1 passe.....</i>	67
<i>Figura 53 - a) Indicação do local no qual foi aplicado o zoom; b) Vista mais detalhada da região da fratura na qual foi aplicada a tensão trativa na amostra com 2 passes.</i>	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: – Propriedades do Titânio em relação aos principais metais usados em engenharia (LEYENS E PETERS, 2003).....	15
Tabela 2 - Relação das propriedades das fases do Titânio	16
Tabela 3– Teores admissíveis de diversos solutos em relação aos graus de titânio puro (% em peso) (NORMA ASTM F67-89, 1989).....	17
Tabela 4– Comparação de propriedades do titânio puro sem processamento termomecânico com a liga Ti-6Al-4V	18
Tabela 5– Incrementos mecânicos gerados pela deformação imposta na laminação.....	18
Tabela 6– Otimização das propriedades mecânicas obtidas através de Extrusão Angular em Canal (adaptado de XIRONG, 2009).	19
Tabela 7 - Composição química do titânio maciço comercialmente puro grau 2 e do pó de titânio puro grau2.	26
Tabela 8 - Rotas de processamento utilizadas das amostras processadas.	31
Tabela 9 - Dimensões dos corpos de prova utilizados no ensaio de flexão.	33
Tabela 10- Carga máxima, Pressão e Velocidade do Punção durante os ensaios utilizando os procedimentos tarugo, chapa e tubular.....	41
Tabela 11- Resultados de dureza do Procedimento de Tarugo	49
Tabela 12 - Resultados de dureza do procedimento Denso.....	49
Tabela 13– Resultados de dureza obtidos no procedimento com invólucro de chapa fina e com invólucro tubular	49
Tabela 14– Valores de dureza em HV das endentações utilizadas no mapa de dureza.	50
Tabela 15– Comparação de dureza entre os invólucros	50
Tabela 16 - Cargas máximas, tensões de ruptura transversal, ângulo de fratura e tensão no plano de fratura das amostras com 1 passes (B) e com 2 passes (A).	56
Tabela 17–Resultados do ensaio de flexão no plano de fratura e dureza.	67

1- INTRODUÇÃO

A combinação de alta resistência específica e de elevada resistência à corrosão fazem do titânio um dos materiais mais indicados para aplicações em situações severas, tais como na fabricação de componentes para a indústria aeroespacial e de próteses para uso médico. No entanto, o alto custo dos componentes fabricados com titânio restringe sua aplicação a situações em que outros metais ou ligas metálicas, de menor custo, não podem ser utilizados. Assim, novas tecnologias de processamento têm sido desenvolvidas, tentando tornar os componentes fabricados com titânio mais competitivos.

As ligas de titânio processadas por metalurgia do pó são largamente utilizadas na fabricação de implantes, pois este processo apresenta vantagens no que concerne à obtenção de formas mais complexas, eliminação da operação de usinagem e o controle de porosidade do material. No entanto, o processo de sinterização desse material requer altas temperaturas e longos períodos de tempo de processamento. Tal fato, demanda a utilização de fornos de atmosfera controlada, visando evitar a formação de compostos de Ti, prejudiciais às propriedades do material. Por esta razão o custo operacional deste processo se torna alto. Um outro problema a ser ressaltado é que os elementos químicos Al e V, normalmente utilizados na fabricação das ligas de Ti por conferir melhores propriedades mecânicas ao material, são classificados como elementos tóxicos na medicina, o que pode restringir a aplicação dessas ligas em algumas aplicações biomédicas.

Este estudo aborda uma alternativa para a consolidação de pós de Ti puro, através da aplicação de Deformação Plástica Severa (DPS). Neste método o material, na forma de pó, é submetido a grandes deformações cisalhantes, o que promove a junção dessas partículas a partir da criação de novas superfícies, sem a necessidade de altas temperaturas. Uma promissora técnica de DPS é a Extrusão Angular em Canal (EAC), que consiste em pressionar um tarugo de bitola quadrada ou cilíndrica, em um canal de matriz com seção reta constante e que contém uma mudança descontínua de orientação. Ao atravessar o plano de interseção dos canais, o material é submetido a uma deformação cisalhante cuja intensidade depende do ângulo entre os canais, mas sua seção reta não é modificada. Desta maneira, o material pode ser reintroduzido na matriz acumulando deformação por passe.

Com o uso dessa técnica EAC foram obtidos blocos do material consolidado. Foram realizados ensaios mecânicos de dureza, resistência à flexão e análises microestruturais para a caracterização do material. Estes estudos permitem a análise da viabilidade do uso dessa técnica na consolidação de pós de Titânio.

Objetivo geral

Analisar a viabilidade da consolidação de pós de titânio puro via Extrusão Angular em Canal. Visando a obtenção de um material que atenda aos requisitos para as aplicações em implantes.

Objetivos específicos

- a) Caracterização microestrutural das amostras processadas.
- b) Verificação de propriedades mecânicas do material e compará-las aquelas de ligas de Ti submetidas a outros tipos de processamento.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Titânio

2.1.1 Considerações Gerais

As pesquisas de materiais na área biomédica, visando a aplicação em implantes, estão pautadas no desenvolvimento de ligas com baixo módulo de elasticidade. Esse aspecto físico permite uma interação mais eficiente entre o implante e osso humano (PILLIAR, 1984). A partir de estudos realizados, o titânio se mostrou mais eficiente do que os outros metais convencionais utilizados em aplicações aeroespaciais, automotivas e biomédicas. O titânio e suas ligas são geralmente escolhidos na aplicação em biomateriais por apresentarem alta resistência a corrosão conferida pela formação de uma camada de óxido TiO_2 aderente e protetora; biocompatibilidade, ósseo-integração e biofuncionalidade que consiste na razão resistência a fratura pelo módulo de elasticidade em comparação. Como desvantagem em relação à utilização deste metal e de suas ligas, podemos citar a toxicidade e o elevado custo de extração e fabricação (LEYENS E PETERS, 2003).

Tabela 1: – Propriedades do Titânio em relação aos principais metais usados em engenharia (LEYENS E PETERS, 2003).

Propriedade	Titânio	Alumínio	Ferro	Níquel
Densidade (g/cm ³)	4,5	2,7	7,9	8,9
Ponto de Fusão (°C)	1680	660	1538	1455
Modulo de Elasticidade (GPa)	115	72	215	200
Reatividade com Oxigênio	Muito Alta	Alta	Baixa	Baixa
Resistência a Corrosão	Muito Alta	Alta	Baixa	Média
Preço do Metal	Muito Alto	Médio	Baixo	Alto

2.1.2 Metalurgia Física do Titânio

O titânio com alto grau de pureza se estabiliza em mais de uma forma cristalina, dependendo da temperatura. Este comportamento também é observado em outras matérias como: Cálcio, Cobalto, Estanho, Ferro, e Zircônio. Em baixas temperaturas, a rede de átomos de titânio se agrupam na estrutura hexagonal de corpo centrado (HC) denominada como fase α . Com altas temperaturas, ocorre uma transformação nesta rede para a estrutura cubica de corpo centrado (CCC) denominado titânio β . Esta transição ocorre em torno de 882°C para o titânio puro. Essa característica explica a facilidade de

deformação plástica da fase β em relação a α , devido ao seu maior número de planos de deslizamento (LEYENS E PETERS, 2003).

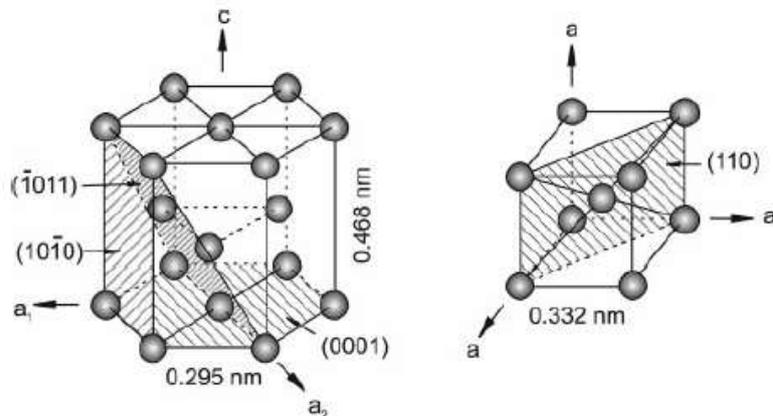


Figura 1 –(a) Estrutura Cristalina Hexagonal compactado com parâmetros de rede e os planos principais de escorregamento; (b) Estrutura Cristalina Cubica de Corpo Centrado e os planos principais de escorregamento (LEYENS E PETERS, 2003).

Levando em consideração a propriedade acima citada, as ligas de titânio são classificadas em 3 grupos: (α , β e $\alpha + \beta$) e subdividas em “near α ” e β metaestável. O conjunto α é composto por titânio puro e as ligas que contemplem somente elementos estabilizadores da fase α por exemplo: Alumínio, Oxigênio, Nitrogênio e Carbono. A adição de solutos como Vanádio, Nióbio, Tântalo e Molibdênio estabilizam a fase β são conhecidos como betagênicos. O constituinte ($\alpha + \beta$) é o grupo usualmente utilizado, ie neste grupo se encontra a liga Ti-6Al-4V, largamente utilizada na aplicação de implantes, tendo em vista a favorável à combinação de propriedades físicas, mecânicas e de resistência à corrosão (LEYENS E PETERS, 2003).

Tabela 2 - Relação das propriedades das fases do Titânio
(LEYENS E PETERS, 2003).

Propriedade	A	$\alpha + \beta$	B
Densidade	Alta	Alta	Baixa
Resistência Mecânica	Baixa	Alta	Muito Alta

Ductilidade	Média	Alta	Média
Tenacidade	Alta	Média	Média
Resistencia a Fadiga	Alta	Média	Baixa
Resistencia a Corrosão	Muito Alta	Alta	Baixa
Resistencia a Oxidação	Muito Alta	Média	Baixa
Soldabilidade	Alta	Média	Baixa
Conformação a Frio	Baixa	Baixa	Média

2.1.3 Comparação entre Ti puro e a liga Ti-6Al-4V

As propriedades físicas do titânio puro são classificados em quatro diferentes graus as quais variam de acordo com o teor de elementos de impureza, assim como: Nitrogênio, Carbono, Hidrogênio, Ferro e Oxigênio segundo consta na Tabela 3 (NORMA ASTM F67-06, 1989).

Tabela 3– Teores admissíveis de diversos solutos em relação aos graus de titânio puro (% em peso) (NORMA ASTM F67-89, 1989).

Designação ASTM	Nitrogênio (Max.)	Carbono (Max.)	Hidrogênio (Max.)	Ferro (Max.)	Oxigênio (Max.)
Grau 1	0,03	0,10	0,15	0,20	0,18
Grau 2	0,03	0,10	0,15	0,30	0,25
Grau 3	0,05	0,10	0,15	0,30	0,35
Grau 4	0,05	0,10	0,15	0,50	0,40

Considerando as Tabela 2 e 4, verifica-se que o Titânio puro possui características de resistência à corrosão para aplicação biomédica mas não atende ao requisito de resistência mecânica. No entanto, a fabricação da liga Ti-6Al-4V demanda tecnologias

mais complexas, e contém elementos de liga fundamentais para manutenção das propriedades mecânicas necessárias nesta aplicação, porém estes são considerados tóxicos (LEYENS E PETERS, 2003).

Tabela 4– Comparação de propriedades do titânio puro sem processamento termomecânico com a liga Ti-6Al-4V

Material	Módulo de Elasticidade (GPa)	Limite de Escoamento (0,2% MPa)	Limite de Resistência (MPa)	Alongamento Percentual	Redução de Área Percentual
Titânio Puro	102 – 104	170 – 485	240 - 550	15 – 24	25 – 30
Ti-6Al-4V Fundido	110 – 114	825 – 869	895 -930	6 – 10	20 – 25
Ti-6Al-4V Conformado	101 – 110	795 – 875	860 – 965	10 – 15	25 – 45

Para melhorar a resistência mecânica do titânio comercialmente puro poder ser utilizada à deformação plástica do material por meio de processos de conformação termomecânica. Nas Tabela 4 e 5, são apresentados os valores de resistência mecânica do titânio puro e as ligas de titânio, para diferentes condições de laminação.

Tabela 5– Incrementos mecânicos gerados pela deformação imposta na laminação (NIINOMI, 1998).

Material	Limite de Escoamento (0,2% MPa)	Resistência a Tração (MPa)	Dureza (HV)	Alongamento Percentual	Redução de Área Percentual
Grau 1	200	290 - 410	120	30	35
Grau 2	250	390 - 540	150	22	30
Grau 3	320	460 - 590	170	18	30
Grau 4	390	540 - 740	200	16	30

XIRONG *et al.* (2009) realizaram um estudo para otimizar a resistência mecânica de titânio comercialmente puro denso grau 2 através de Extrusão Angular em Canal. O material foi processado em uma matriz com canais interligados por um ângulo de dobramento de 120° a temperatura ambiente. Os dados de resistência mecânica e ductilidade estão apresentados na Tabela 6, verifica-se um incremento significativo no limite de escoamento e na tensão de ruptura com o aumento do número de passes (deformação acentuada) .

Tabela 6– Otimização das propriedades mecânicas obtidas através de Extrusão Angular em Canal (adaptado de XIRONG, 2009).

Etapa de Processamento	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência (MPa)	Alongamento Percentual
Material como recebido	390	474	36,4
1 passe	520	619	18,2
2 passes	580	703	17,03
3 passes	640	730	14,53
4 passes	680	773	16,82

2.2 Deformação Plástica Severa

O fato de que as propriedades mecânicas de materiais metálicos policristalinos são substancialmente aprimoradas pela diminuição do tamanho dos grãos tem despertado um grande interesse na pesquisa e produção dos chamados materiais nanoestruturados maciços, ou seja, produtos com uma estrutura nanométrica e dimensões macroscópicas adequadas à aplicações estruturais (VALIEV e LANGDON, 2006). Este fato está associado às evidências experimentais de que o aumento de resistência (σ_y) é diretamente proporcional à redução do tamanho médio dos grãos (d), fato esse demonstrado na Equação 1, proposta por Hall Petch, (DIETER, 1988). Os fatores σ_0 e k_y são constantes associadas ao material.

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$$

Equação 1

Os processos convencionais de conformação, como por exemplo a laminação, possuem limitações na obtenção de materiais com estruturas granulares ultrafinas. Na laminação as grandes deformações reduzem drasticamente a seção transversal do produto laminado, a tal ponto que a aplicação prática do produto final seja inviabilizada, devido às limitações dimensões das peças laminadas. No entanto, os processos de Deformação Plástica Severa (DPS) tem despertado intenso interesse devido às grandes deformações que podem ser aplicada sem alterar a espessura do material processado significativamente. Nesta técnica, a obtenção de estruturas sub-micrométricas, pode ser explicado pela transformação, sob a deformação continuada, de uma subestrutura de células de discordâncias com contornos de baixo ângulo em uma estrutura granular cujos contornos são majoritariamente de alto ângulo (CHANG et al, 2000). Apesar de baseada numa operação aparentemente elementar, a aplicação prática da Deformação Plástica Severa (DPS) demandou o desenvolvimento de técnicas específicas.

2.2.1 Extrusão Angular em Canal

Dentre as técnicas existentes de DPS, uma promissora é a Extrusão Angular em Canal (EAC) apresentados na Figura 2. O princípio de funcionamento desse processo consiste em pressionar um tarugo de bitola quadrada ou cilíndrica, em um canal de matriz com seção reta constante e que contém uma mudança descontínua de orientação. Ao atravessar o plano de interseção dos canais, o material é submetido a uma grande deformação cisalhante, mas sua seção reta não é modificada. Desta maneira, o material pode ser reintroduzido na matriz acumulando deformação (SEGAL, 1995).

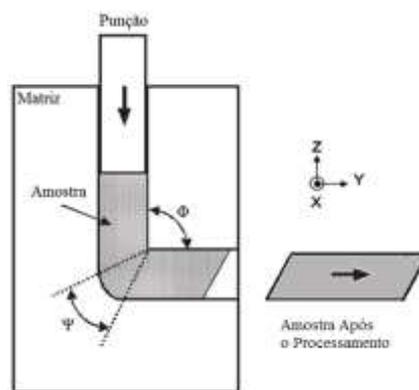


Figura 2- Representação esquemática da Extrusão Angular em Canal

(adaptado de VALIEV e LANGDON, 2006).

A quantidade de deformação verdadeira aplicada no EAC está relacionada ao número n de passes e com os ângulos Ψ e Φ , segundo a Equação 2, na qual n é o número de passes.

$$\varepsilon = \frac{n}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad \text{Equação 2}$$

A partir desta equação, é estimada a deformação verdadeira para diversas condições operacionais. Como exemplo, quatro passes em uma matriz com ângulo de 90° resultam em um valor de deformação verdadeira (logarítmica) de aproximadamente 4, o que seria equivalente a de um alongamento de 5300%. A aplicação de tal quantidade de deformação por outra técnica convencional (por exemplo: laminação), inviabilizaria a utilização do produto, devido a drástica redução de espessura.

A sequência de passes do material pelo canal, poderá ser realizada aplicando-se uma rotação a amostra segundo seu eixo longitudinal. As diferentes combinações de rotações aplicadas entre os passes constituem as denominadas “rotas de deformação”. As quatro principais rotas são representadas esquematicamente na Figura 3.

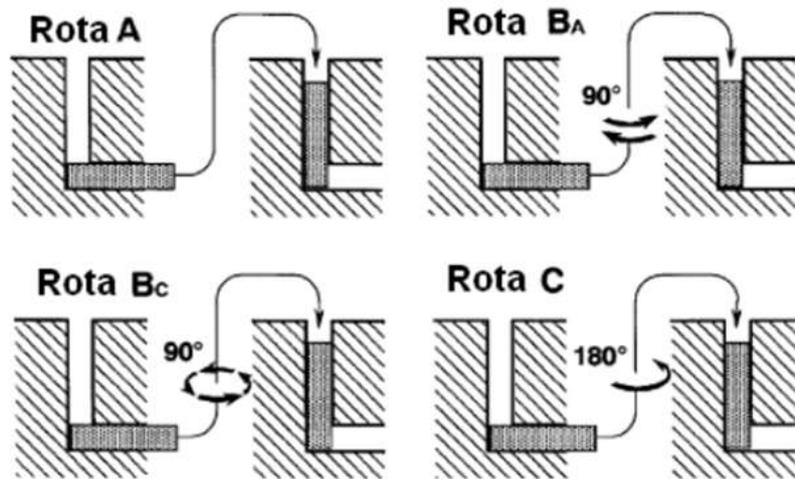


Figura 3 - As quatro rotas de deformação possíveis em EAC (IWAHASHI et al, 2000).

2.3 Consolidação de produtos da Metalurgia do Pó por EAC

2.3.1 Introdução

A fabricação de peças metálicas através de matéria prima na forma de pós permite a fabricação de componentes com características estruturais e físicas que dificilmente podem ser alcançadas através de processos da metalurgia convencional. A grande vantagem da metalurgia do pó é possibilitar a obtenção de produtos com formas definitivas, dentro de tolerâncias muito estreitas, sem a necessidade de usinagem posterior ou outra operação de acabamento. A partir disto, é possível diminuir custos consideravelmente, devido à redução de material perdido durante os processos de usinagem (SAGAWA *et. al*, 1984).

2.3.2 Sinterização

A sinterização convencional pode ser definida como um processo termicamente ativado, que promove união das partículas em uma estrutura predominantemente sólida, através de transferência de massa por difusão atômica. Esse fenômeno consiste no aquecimento do material previamente compactado a uma temperatura inferior ao ponto de fusão da amostra, por longos períodos de tempo e sob atmosfera controlada. A utilização de atmosferas protetoras pode ser considerada como o fator primordial na sinterização de pós metálicos, tendo como finalidade a prevenção ou a mitigação das reações químicas, principalmente a oxidação (GERMAN, 1996).

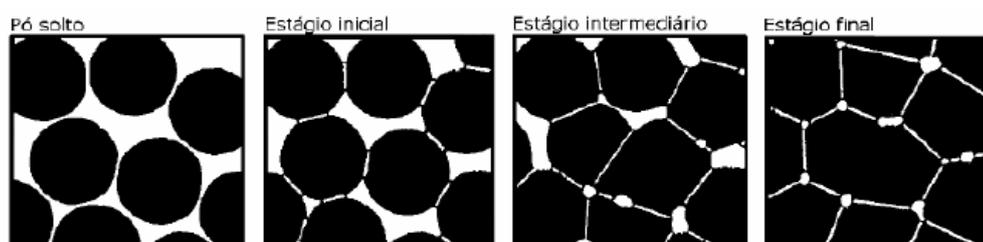


Figura 4– Mecanismo de união de superfícies no processo de sinterização (SEEBER, 2008).

O mecanismo de junção de superfícies das partículas no processo de sinterização pode ser dividido em 3 etapas, como ilustrado na Figura 4. No primeiro estágio, ocorre um contato inicial entre as partículas formando um espécie de empescoamento (*neckling*), promovendo um aumento da continuidade da matéria; ocorrendo de forma acelerada

durante o aquecimento. No segundo estágio, as partículas aproximam-se de maneira a perderem seu formato esférico, devido ao estágio interior de empecoamento; deste modo, pode ser observado um aumento significativo na densificação do material e no crescimento dos grãos. No entanto, devido a redução do volume dos poros, os mesmos tendem a se alongar, permitindo a conexão entre eles. O último estágio é caracterizado pela quebra dessa rede de poros e o arredondamento destes (SEEBER, 2008).

2.3.3 Consolidação por Deformação Plástica Severa

A consolidação por deformação plástica severa está baseada na união de superfícies, devido à grande deformação imposta sobre as partículas. No caso da consolidação via Extrusão Angular em Canal, o cisalhamento das partículas acontece quando elas passam pela zona de deformação na intersecção dos dois canais, podendo ocorrer uma consolidação das partículas submetidas a deformação cisalhante (HAOUAOUI, 2008), (Figura 5). Esse processo pode ser realizado em baixas temperaturas, tornando tal opção bastante atraente em comparação aos processos convencionais da Metalurgia do Pó. Nestes, a união entre as partículas envolvem longos períodos de tempo e altas temperaturas. Esses fatores podem ocasionar oxidação além da porosidade residual, também depende da temperatura e tempo de processamento. Isto acarreta um aumento de custos de produção (XIA, 2010).

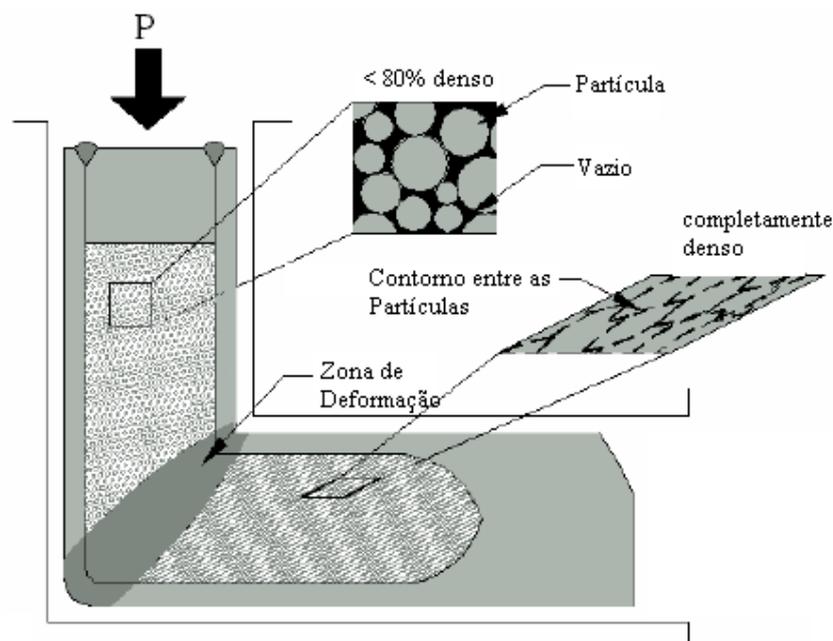


Figura 5—Ilustração esquemática do processo de consolidação de pós de Titânio (adaptado de HAOUAOUI, 2008).

Uma análise detalhada da consolidação de pós por EAC (Figura 5) revela que o processo de consolidação é dependente da criação de superfícies livres para que ocorra a união das partículas. Estas superfícies cisalhadas aumentam drasticamente sua energia superficial acarretando um incremento da energia livre do sistema. Desta forma, o sistema tende a promover a junção espontânea das partículas, com intuito de reduzir a sua energia global. Quando as partículas atravessam a zona de deformação, é rompida a camada de óxido superficial. Este processo é essencial para que a plena consolidação seja alcançada, visto essa camada ser prejudicial para o contato entre as partículas e consequentemente a consolidação. A dureza, o tamanho e o formato das partículas são fatores essenciais para o processo, de modo que a deformação plástica da partícula em relação ao simples deslizamento de uma sobre as outras, (Figura 6).

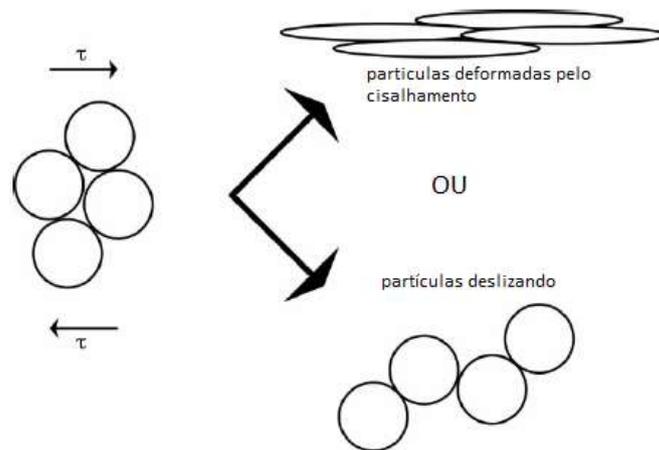


Figura 6 - Comparação entre o deslizamento eficiente em relação ao simples escorregamento das mesmas (XIA, 2010)

Tanto o tamanho quanto a forma da partícula controlam a fricção entre as partículas, a densidade de empacotamento e o tamanho do poro. As partículas pequenas são mais difíceis de serem compactadas devido ao maior número de pontos de contato, maior taxa de deformação, maior concentração de tensões nos poros pequenos e maior quantidade de zonas de deformação. Logo partículas grandes atingem uma maior densidade de empacotamento. Outras considerações devem ser feitas como partículas com baixa dureza. O aumento das altas temperaturas e altas pressões também auxiliam no processo [XIA, 2010].

KARAMAN apresenta processamento EAC utilizando pó de Magnésio, A consolidação por EAC é realizada sem a utilização de um invólucro para evitar o contato das partículas com canal da matriz, obtendo um material consolidado em pequenas dimensões. LAPOVOK utiliza a técnica de EAC com *back pressure* que consiste na aplicação de contra pressão no canal de saída da matriz. Desta forma, a deformação imposta no corpo de prova se mostrou mais eficiente na consolidação de ligas de titânio.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

Os materiais utilizados foram amostras de titânio denso com composição grau 2 e pó de titânio comercialmente puro no grau 2, conforme a norma ASTM F67-89. Segue a tabela 7 que contém as composições químicas dos 2 tipos de amostras.

Tabela 7 - Composição química do titânio maciço comercialmente puro grau 2 e do pó de titânio puro grau2.

Elementos	Fe	O	C	N	H	Mn
Maciço grau 2 (% em m)	0,30	0,25	0,08	0,03	0,015	-
Pó de titânio grau 2 (% em m)	0,0189	0,097	0,018	0,517	0,0195	0,07

3.2 Preparação das Amostras

Na preparação das amostras foram utilizadas três tipos de rota de processamento. Na primeira, as amostras de pó de titânio foram submetidas à compactação à frio, para obtenção desse material no formato de pastilhas e inseridas em involucro. Essa rota foi denominada de tarugo. Na segunda opção, a amostra contendo material maciço foi inserida no involucro, intitulado de denso. Na terceira rota, o material na forma de pós, foi compactado diretamente no involucro, nomeado como pó de titânio.

3.2.1 Tarugo

As amostras de pó de titânio foram submetidas a compactação uniaxial a frio sob pressão de 730 MPa no Instituto Nacional de Tecnologia (INT), afim de obter esse material no formato de pastilhas com diâmetro 6,3 mm e altura 6,3 mm. Essas foram inseridas em um tarugo de aço baixo carbono (ASTM 1020), com seção quadrada de 12,7 mm e 80 mm de comprimento e furo interno central de 6,3 mm de diâmetro e 30 mm profundidade, (Figura 7). A finalidade do involucro é viabilizar o processamento das pastilhas via EAC. Podem ser introduzidas, desta maneira, até 4 pastilhas. Para evitar que as pastilhas escapem do involucro, este é fechado por uma tampa de aço baixo carbono (ASTM 1020).

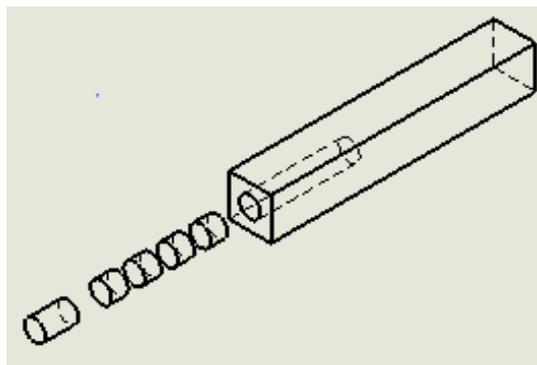


Figura 7- Conjunto invólucro + pastilhas + tampa de aço utilizado no procedimento tarugo.

3.2.2 Denso

Esse foi inserido em um tarugo de aço, similar ao utilizado no processamento do material na forma de pastilha e na forma cilíndrica como as dimensões adequadas ao furo interno do invólucro (Figura 8). O processamento deste ocorreu para que possamos utilizá-lo como meio de comparação com os outros métodos.

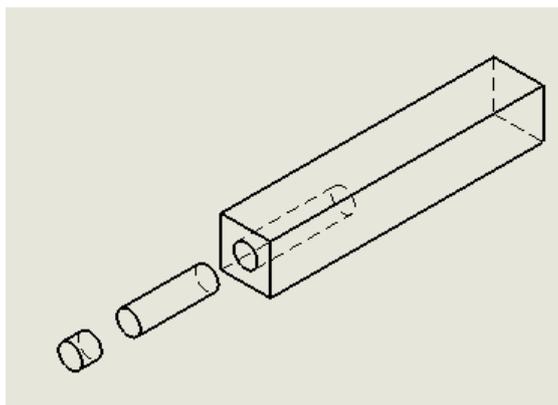


Figura 8 - Conjunto invólucro + material denso + tampa de aço utilizado no procedimento denso.

3.2.3 Pó de Titânio

As amostras de pó de Titânio foram compactadas em várias etapas a fim de obter uma maior homogeneização do material sólido. Essa compactação ocorreu em uma prensa mecânica, utilizando o canal vertical da matriz de EAC, ou seja, sofreram compactação uniaxial sob a pressão de 330 MPa, na temperatura ambiente. Em experiências anteriores, o pó foi inserido diretamente no canal de entrada da matriz não obtendo êxito durante os ensaios. Tal fato, mostrou a necessidade de fabricação de um invólucro para proteger o canal de entrada da matriz do contato direto com pó de titânio.

A partir disto foram utilizados dois invólucros o de chapa e o tubular. O procedimento chapa foi elaborado a partir de uma chapa fina de aço com espessura de 0,2mm, (Figura 9a). A chapa sofreu a seguinte sequência de tratamentos termomecânicos: recozimento a uma temperatura de 800°C com resfriamento no forno; jateamento para remoção da camada de óxido da superfície. A chapa sofreu conformação utilizando como um molde um tarugo de seção quadrada de 11,5mm e comprimento de 65mm. No processo tubular foi utilizado um tubo quadrado de aço inox austenítico, com dimensões de 12,7mm de seção quadrada por 98mm de comprimento com 1 mm de espessura, (Figura 9b).

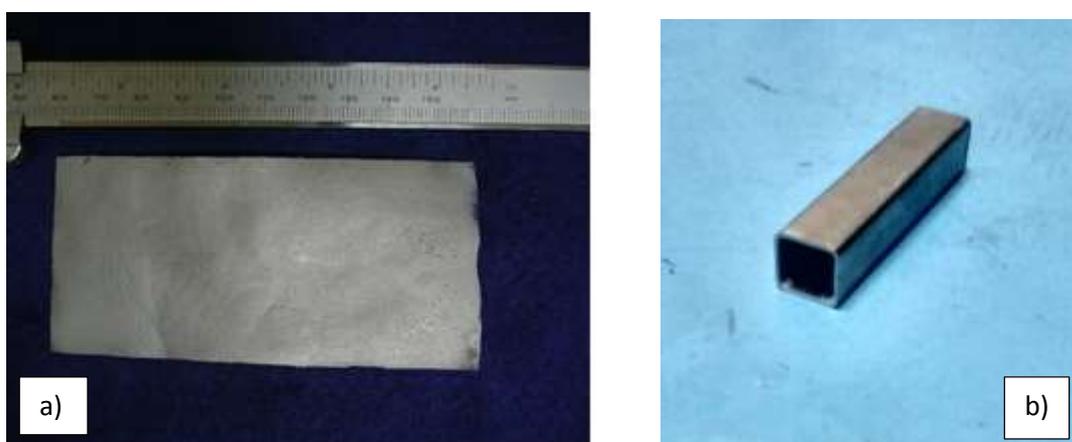


Figura 9—(a) Chapa fina inicialmente utilizada na fabricação do invólucro; (b) Invólucro de tubular de Aço Inox.

Para obtenção do material consolidado, esse tubo quadrado de aço inox é lacrado com uma tampa inferior de aço baixo carbono, ASTM 1020, de 35 mm de comprimento e seção quadrada de 10,8 mm. Na parte superior, é inserido um *plug* deslizante de 10,6 mm de seção quadrada e 23mm de comprimento sendo que destes apenas 10 mm estão confinados dentro do tubo, (Figura 10). A finalidade deste *plug* é compactar o material durante o percurso da amostra no canal de entrada. Esse procedimento foi denominado como tubular.

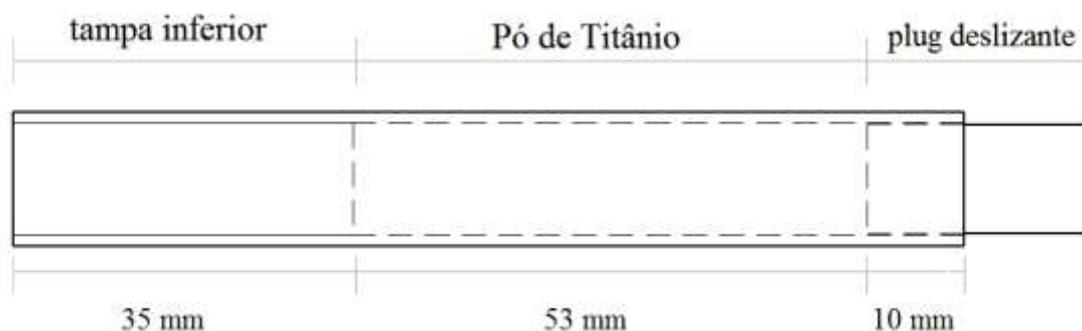


Figura 10- Montagem utilizada no processamento com tubo quadrado de inox.

3.3 Processamento EAC

3.3.1 Equipamentos utilizados

Os ensaios foram realizados em uma prensa EVA de 60 toneladas, na qual foi acoplada uma bomba hidráulica. O material foi processado em uma matriz com canais de seção quadrada de 13mm (Figura 11a), interligados por um ângulo Φ de 90° e um ângulo de curvatura externa Ψ de 20° (Figura 11b), utilizando um punção (figura 11c) e uma guia (figura 11d) para pressionar a amostra à atravessar essa intersecção dos canais. A matriz dispõe de um sistema de aquecimento por resistência elétrica.

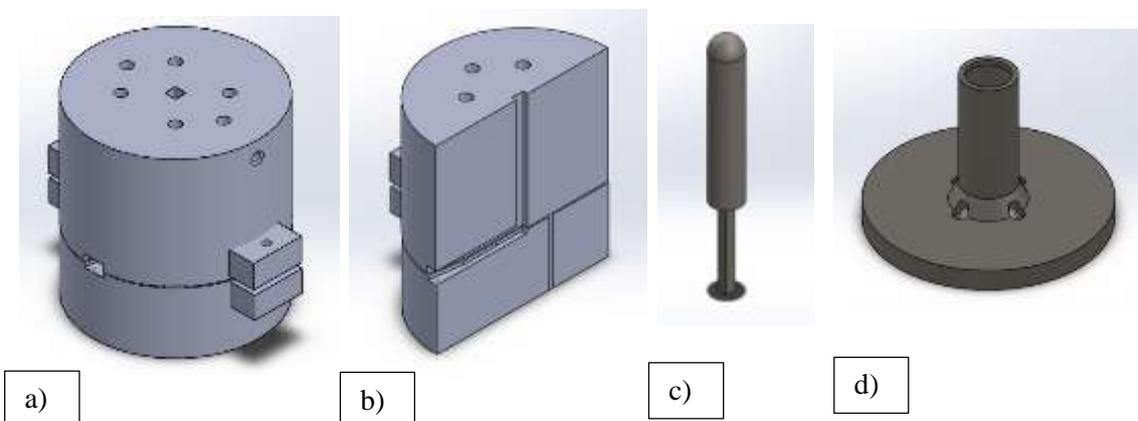


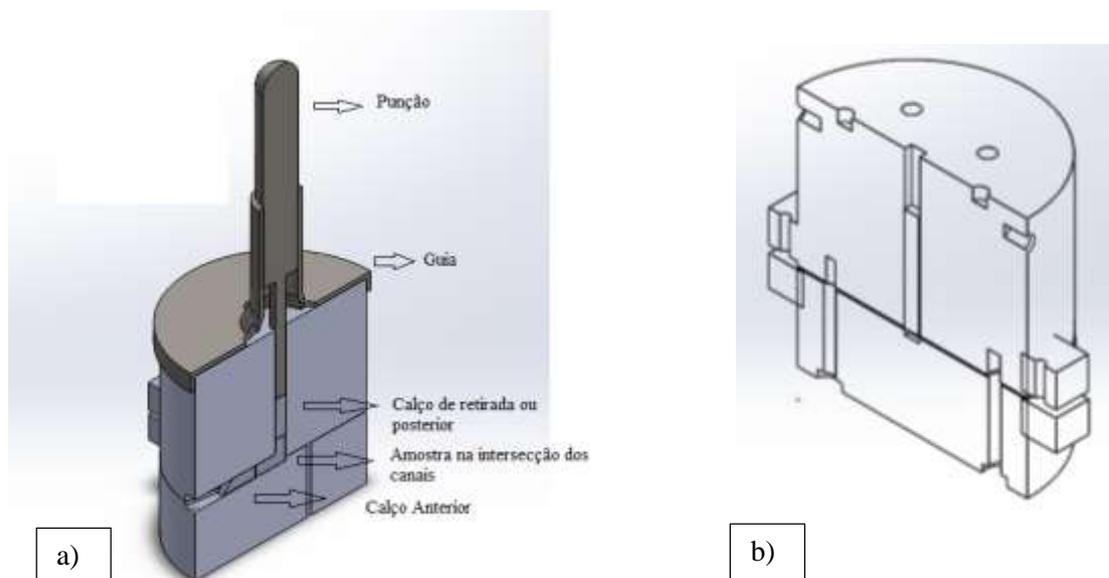
Figura 11- Figura esquemática dos equipamentos utilizados e processamento EAC; a) Matriz EAC; b) corte transversal da matriz para a visualização da intersecção dos canais; c) punção e d) guia.

3.3.2 Procedimentos dos ensaios

Os canais da matriz são lubrificados com bissulfeto de molibdênio (MoS_2) em pó com o intuito de reduzir o atrito do involucro com as paredes dos canais. Os corpos de prova e os calços de aço baixo carbono também são lubrificados com MoS_2 e com politetrafluoretileno (*PTFE*) em fita. O ensaio completo é dividido em 3 etapas: na primeira

etapa é inserido um calço inferior de aço baixo carbono (ASTM 1020) e o ensaio é interrompido quando o mesmo se encontra na intersecção dos canais. Esse material promove uma resposta ao carregamento sofrido pela amostra, promovendo uma maior homogeneização na deformação aplicada aos corpos de prova. Em uma segunda etapa, é introduzida a amostra e o ensaio é interrompido somente quando todo o material atravessa a intersecção dos canais. Na terceira etapa é inserido o calço posterior de aço baixo carbono que proporciona a retirada da amostra (Figura 12a). No caso do material ser submetido a um segundo passe, a rota de processamento escolhida é observada antes da inserção do corpo de prova.

Durante o ensaio os valores de carga e o deslocamento são registrados. Os ensaios foram realizados a uma temperatura de 375°C e com uma velocidade de punção de 0,5 mm/s. Uma amostra referente ao invólucro de inox, teve seu ensaio interrompido quando a mesma se encontrava no canal de entrada da matriz, (Figura 12b), para que a homogeneidade da compactação possa ser avaliada através de ensaios de dureza.



3.3.3 Rotas de Processamento

Foram realizados ensaios EAC constituídos por 1, 2 e 4 passes seguindo diferentes rotas de processamento. A tabela 8 mostra as rotas de processamento utilizadas em cada ensaio.

Tabela 8 - Rotas de processamento utilizadas das amostras processadas.

Procedimento	2 passes	4 passes
Tarugo	Rota C	Rota B _C
Denso	-	Rota B _C
Chapa	Rota A	-
Tubular	Rota C	-

3.4 Caracterização

A caracterização das amostras foi dividida em 3 etapas: Dimensional, na qual foram avaliadas integridade e formato dos corpos de prova processados; metalográfica, com finalidade de preparar a amostra para análises metalográficas posteriores, caracterização anterior ao processo de fatura, com intuito de caracterizar a confecção dos corpos de prova que serão submetidos à flexão.

3.4.1 Dimensional

A amostra obtida a partir do procedimento de tarugo foi inspecionada utilizando o Ensaio Não Destrutivo de Radiografia. Este ensaio se baseia na absorção diferenciada de radiação na peça a qual está sendo inspecionada. Com a variação da radiação absorvida, podemos observar a integridade e o formato do material contido no tarugo. As amostras processadas segundo o procedimento tubular e de chapa foram cortadas segundo o plano Y, (Figura 13), em um equipamento Isomet 4000 (Buehler) e fotografadas por microscopia ótica utilizando o equipamento BX60M (OLYMPUS) para uma avaliação do formato e a integridade dos corpos de prova.

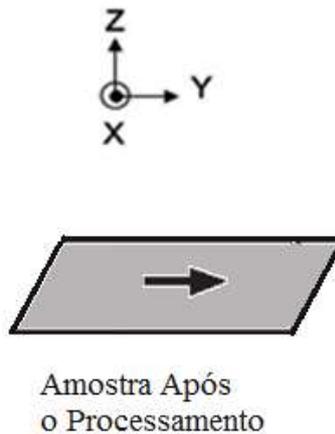


Figura 13 - Plano no qual o corte foi realizado em relação a amostra.

3.4.2 Metalográfica

As amostras processadas foram cortadas segundo o plano Y (Figura 13) em um equipamento Isomet 4000 (Buehler), possibilitando que o corte fosse lento o suficiente para não deteriorar a superfície a ser observada. Na etapa seguinte, as peças sofreram processo de lixamento convencional, seguindo a sequência de lixas 100 μ m até de 2400 μ m. O polimento é realizado em duas etapas: com solução de 100g de alumina, 50 ml de ácido oxálico e 400ml de água destilada e em seguida com dispersão coloidal. O ataque químico utilizado para revelar a microestrutura do titânio foi o Kroll, que consiste de 91% de água destilada, 6% de ácido nítrico e 3% ácido fluorídrico.

3.4.3 Corpos de Prova para Ensaio de Fratura

As amostras processadas segundo o procedimento tubular foram cortadas ao meio segundo o plano Y (Figura 13), no equipamento Isomet 4000 (Buehler) e depois foram divididas em 4 quadrantes de 20mm de comprimento por 6,5 de altura, (Figura 14). Cada quadrante foi usinado em relação ao plano Z para dar origem às amostras com 15 mm de comprimento por 5mm de altura e 2.5mm de espessura, de acordo norma ASTM 528. A tabela 9 apresenta com as dimensões dos corpos com 1 passe (nomeados com o prefixo B) e com 2 passes (nomeados com prefixo A).

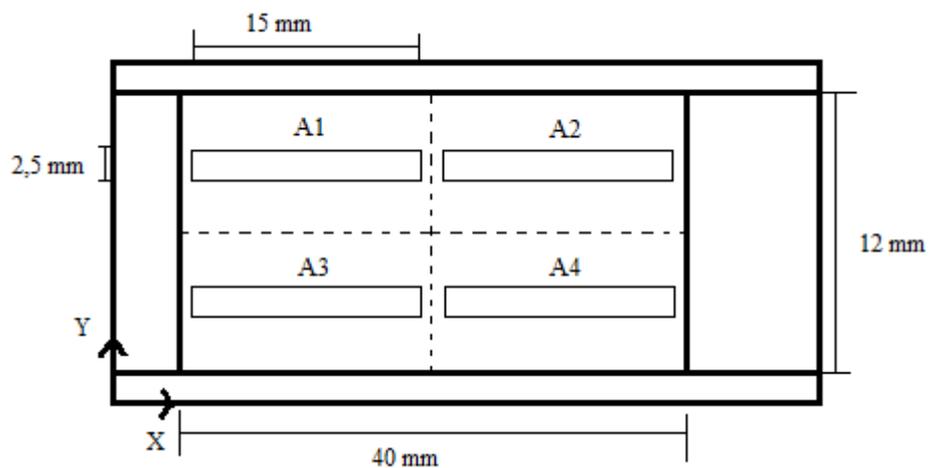


Figura 14 - Preparação pré fratura da amostra com 2 passes ilustrando os quadrantes que darão origem as corpos de prova do ensaio de flexão.

Tabela 9 - Dimensões dos corpos de prova utilizados no ensaio de flexão.

Amostras	Largura (mm)	Espessura (mm)	Comprimento (mm)
B1	5,01	2,51	15,15
B2	5,01	2,51	15,64
B3	5,01	2,51	15,62
B4	5,01	2,51	15,36
A1	5,01	2,51	14,56
A2	5,01	2,51	13,74
A3	5,01	2,50	15,14
A4	5,01	2,50	14,96

3.5 Ensaios Mecânicos

3.5.1 Ensaio de Dureza Vickers

As medidas de dureza Vickers foram realizadas no plano Y, utilizando um penetrador de diamante com a ponta piramidal, a uma carga de 10 kgf em 30 segundos no ensaio de dureza, deixando uma impressão que foi medida no microscópio, a fim de converter os dados obtidos em índice de dureza. Por questões estatísticas, foram utilizadas 5 endentações por amostra. Os valores de dureza foram calculados utilizando a equação 3.

$$HV = \frac{1,8544 \times F}{d^2} \quad \text{Equação 3}$$

Onde F corresponde a força aplicada em kgf, d é medida de comprimento das diagonais da endentação em microns e 1854,4 é uma constante proveniente de um fator geométrico da pirâmide do diamante.

3.5.2 Ensaio de Flexão

Na Figura 15a, é apresentada a montagem do ensaio de flexão em 3 pontos, realizado no Instituto Nacional de Tecnologia. Neste ensaio foi utilizado um dispositivo especial para o apoio da amostra adaptado a um equipamento universal de ensaios INSTRON 3382, com sistema computadorizado de acionamento e registros de carga e deslocamento do travessão, (Figura 15b). O dispositivo especial é composto por uma base com dois roletes que funcionam como apoios, afastados entre si a uma distância L de 7,9 mm, com a aplicação da carga na posição L/2, também sobre o rolete.

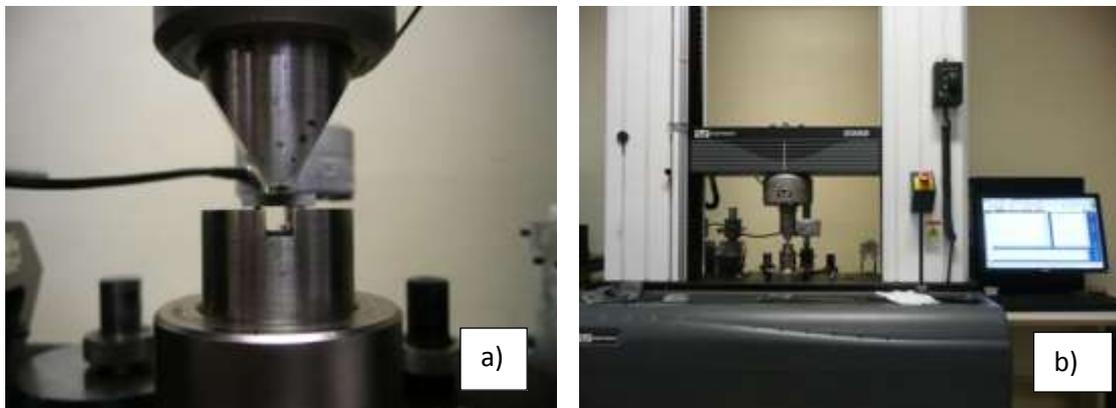


Figura 15-a) Equipamento universal de ensaios INSTRON 3382, b) esquema utilizado no ensaio de flexão em 3 pontos.

O cálculo da tensão de ruptura transversal (σ_{RT}) das amostras é obtido a partir da Equação 4. Esta é aplicada geralmente no cálculo da tensão de ruptura de materiais provenientes da Metalurgia do pó, de acordo a norma ASTM B528.

$$\sigma_{RT} = \frac{3PL}{2t^2w} \quad \text{Equação 4}$$

Onde P é a carga máxima aplicada no momento da ruptura, L é a distância entre os apoios, w e t são relacionados à largura e espessura dos corpos de prova, respectivamente.

Para a realização dos ensaios, as amostras foram centralizadas entre os roletes e uma carga perpendicular é aplicada através de um punção no centro da amostra, a uma velocidade constante de 1 mm/s até a ruptura do corpo de prova. A partir desse ensaio, são obtidos os dados para elaboração dos gráficos de Carga de flexão versus Extensão de flexão.

3.6 Caracterização de Fratura

Após o ensaio de flexão foram estudadas as superfícies e a região lateral da fratura de duas amostras nas condições de 1 passe e com 2 passes. Essas foram analisadas, em microscópio ótico, utilizando o equipamento BX60M (OLYMPUS), com intuito de mapear as regiões da falha. A partir desta análise preliminar, algumas zonas foram designadas para um estudo mais detalhado através de análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando o equipamento 2000 FX (Jeol). As amostras foram atacadas com o reagente Kroll suave (91% de água destilada, 6% de ácido nítrico e 3% ácido fluorídrico). As regiões escolhidas para serem investigadas são as faces opostas à aplicação da carga no ensaio de flexão, por se tratar de zonas submetidas à tensões trativas nos ensaios. Foi observado que as amostras fraturam segundo um ângulo α em relação a plano de fratura.

4 RESULTADOS

4.1 Amostras processadas em EAC

4.1.1 Aspectos Dimensionais

A partir das macrografias realizadas nas amostras processadas, podemos observar como o material acomoda a grande deformação aplicada nos ensaios de EAC. As figuras mostram corpos de prova processados com 1 e 2 passes para os 3 tipos de invólucros.

4.1.1.1 Tarugo

As radiografias das Figuras 16a e 16b, mostram o formato e a integridade das amostras processados seguindo a rota de tarugo com 1 e 2 passes, respectivamente.



Figura 16 - Radiografias das pastilhas processadas com invólucro de aço baixo carbono (a) material com 1 passe (b) material com 2 passes.

4.1.1.2 Chapa

A Figura 17, ilustra o formato e a integridade obtida nas amostras processadas via chapa.



Figura 17- Amostras processadas com invólucro de chapa (a) material com 1 passe (b) material com 2 passes.

4.1.1.3 Invólucro tubular

A Figura 18, mostra o formato, a integridade e a quantidade de material processado através do invólucro tubular. Nesse caso, foram observadas amostras em 3 condições: ensaio interrompido (Figura 18a), com 1 passe (Figura 18b) e com 2 passes (Figura 18c).

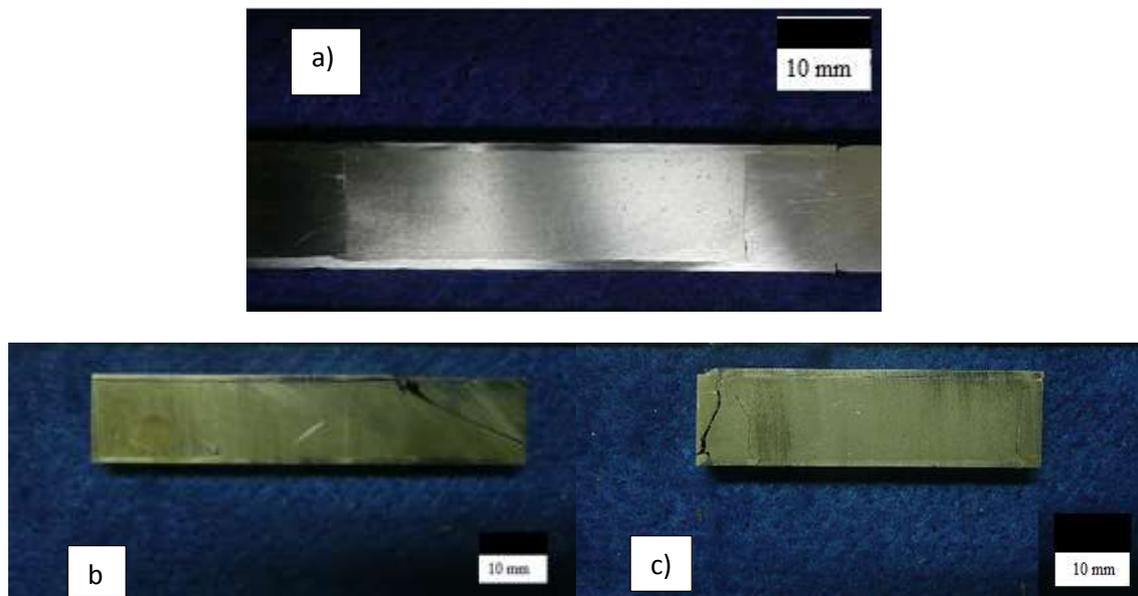


Figura 18- Amostras processadas com invólucro tubular (a) ensaio interrompido no canal de entrada; (b) 1 passe; (c) 2 passes.

4.1.2 Valores de carga nos ensaios EAC

Os gráficos das (Figuras 19, 20,21,22,23,24 e 25) mostram o final da primeira etapa, ou seja, quando o calço anterior atravessa totalmente a intersecção dos canais. A segunda etapa, na qual ocorre o processamento da amostra e o início da terceira etapa que consiste na retirada da amostra. Os dados relevantes dos gráficos como: carga máxima, pressão máxima e velocidade do punção são apresentados na tabela 10. A pressão P foi calculada através da equação 5.

$$P = \frac{P_{MAX}}{A} \quad \text{Equação 5}$$

Onde P_{MAX} é a carga máxima observada no gráfico na segunda etapa e a A área da seção transversal da amostra, que corresponde a seção quadrada do canal vertical da matriz. A velocidade do punção é obtida através do inverso da inclinação da reta deslocamento - tempo, assinalada no gráfico da Figura 19.

4.1.2.1 Tarugo

As figuras 19, 20 e 21 mostram gráficos de carga - tempo e carga - deslocamento durante ensaios com 1, 2 e 4 passes.

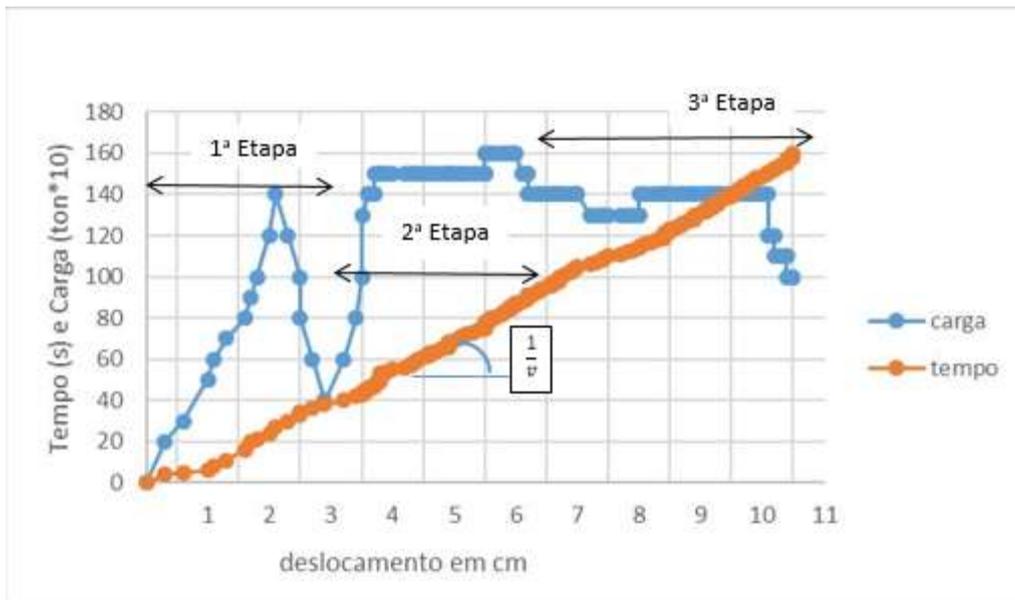


Figura 19- Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento pastilha para amostra com 1 passe.

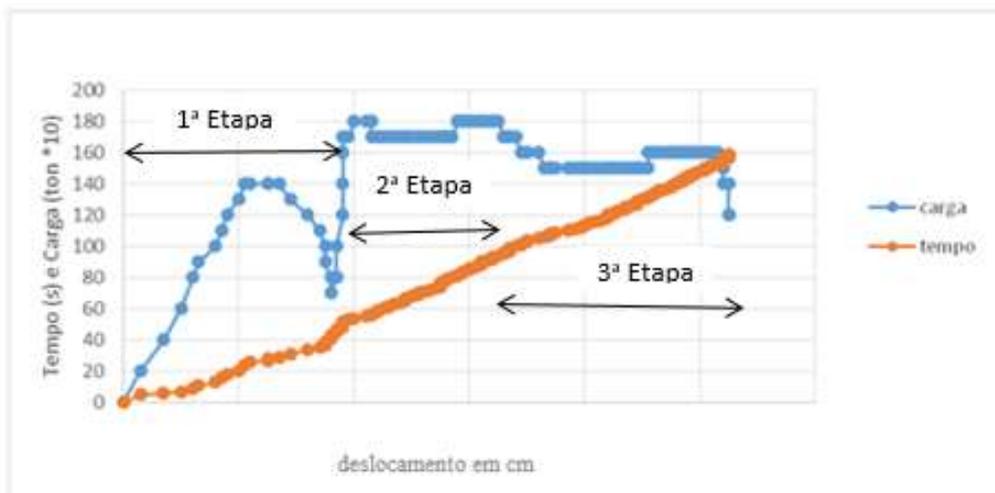


Figura 20- Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento pastilha para amostra com 2 passes.

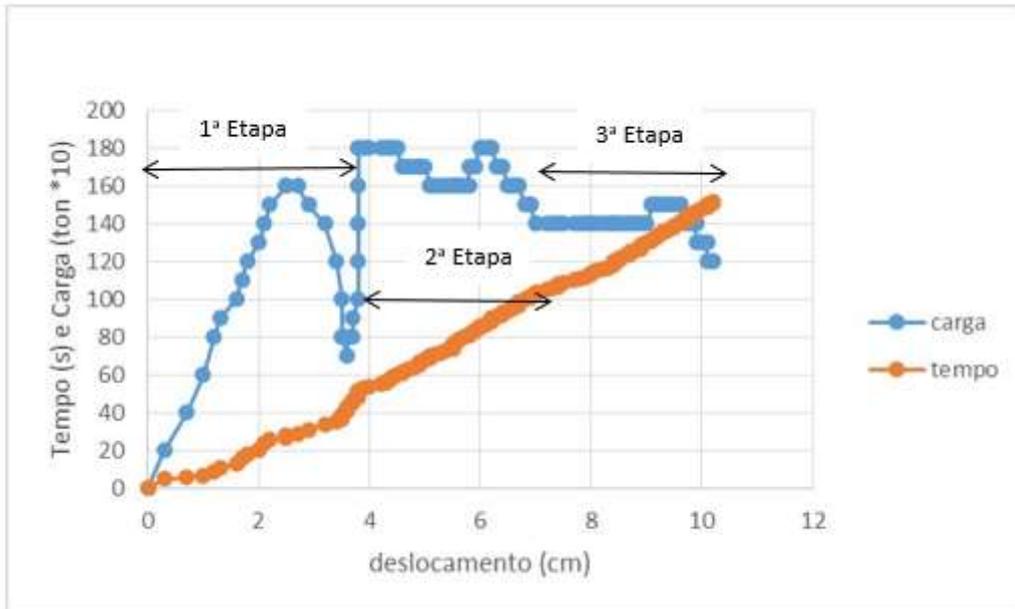


Figura 21 - Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento pastilha para amostra com 4 passes.

4.1.2.2 Chapa

As figuras 22 e 23 mostram gráficos de carga durante ensaios com 1 e 2 passes.

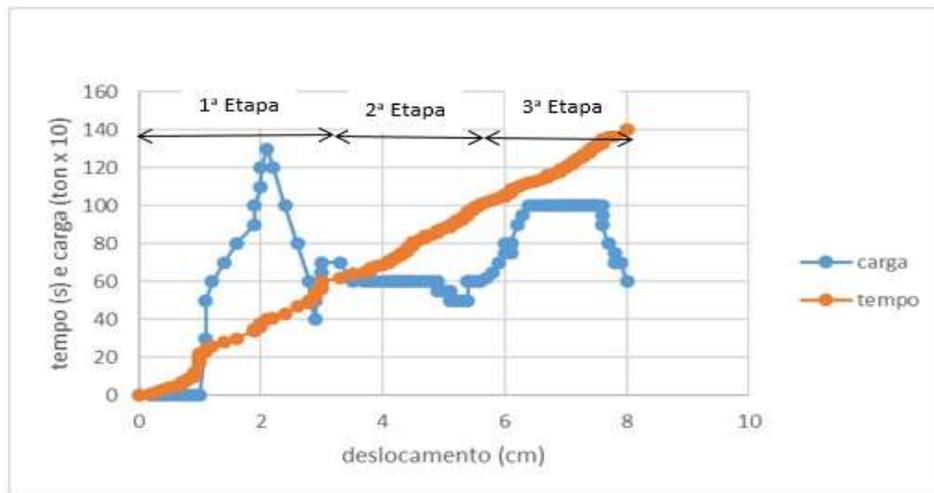


Figura 22- Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento chapa para amostra com 1 passe.

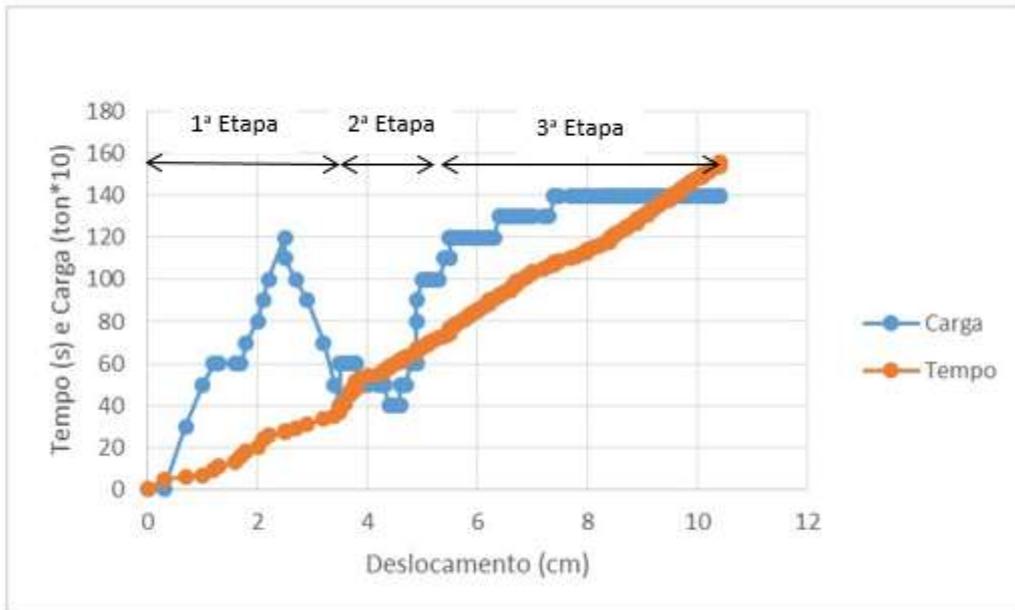


Figura 23- Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento chapa para amostra com 2 passe.

4.1.2.3 Tubular

As figuras 24 e 25 mostram gráficos de carga durante ensaios com 1 e 2 passes.

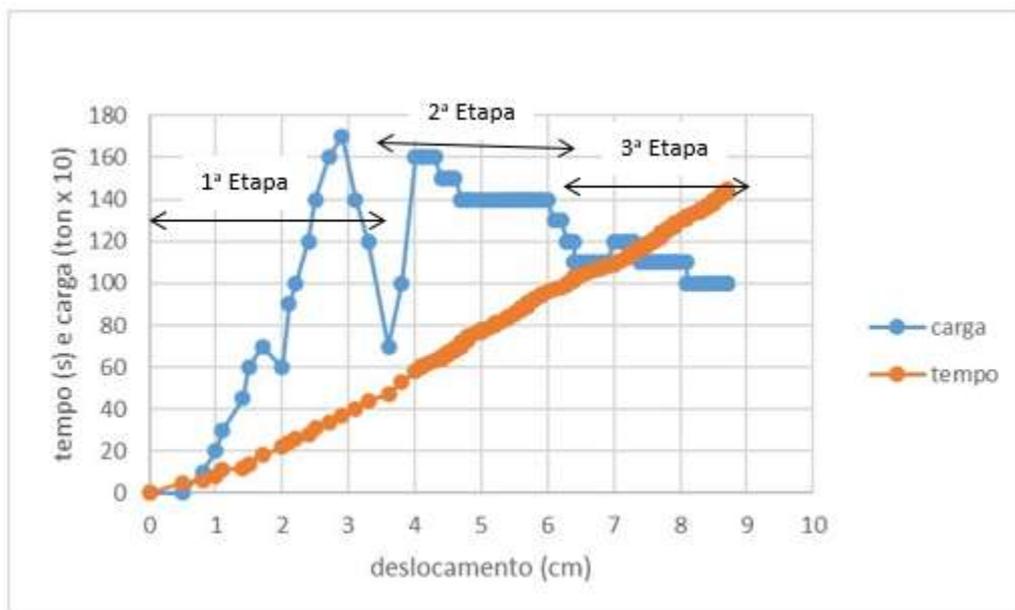


Figura 24- Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento tubular para amostra com 1 passe.

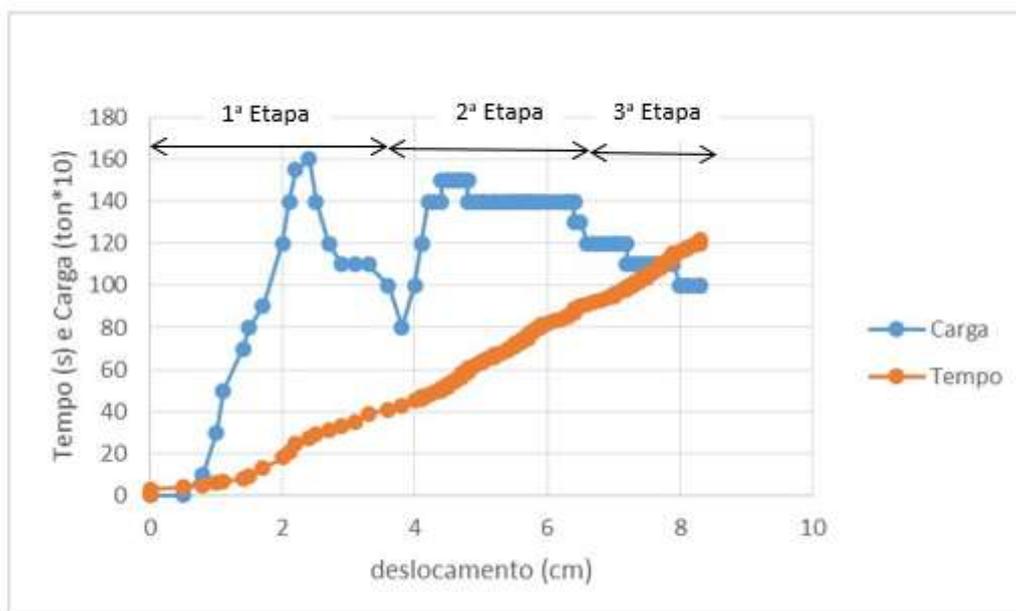


Figura 25 - Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante os ensaios do procedimento tubular para amostra com 2 passes.

A tabela 10 segue com os valores de carga máxima e pressão máxima e velocidade do punção durante os ensaios de extrusão de tarugo, chapa e tubular, respectivamente.

Tabela 10- Carga máxima, Pressão e Velocidade do Punção durante os ensaios utilizando os procedimentos tarugo, chapa e tubular.

Amostras	Carga Máxima (Ton)	Pressão Máxima (MPa)	Velocidade do Punção (mm/s)
Tarugo			
1 passe	16	887	0,55
2 passes	18	1065	0,59
4 passes	18	1065	0,58
Chapa			
1 passe	6	355	0,53 mm/s
2 passes	7	414	0,50 mm/s

Tubular			
1 passe	14	828	0,53 mm/s
2 passes	15	887	0,55 mm/s

4.2 Caracterização Microestrutural

Esse tópico será subdivido em 3 itens relacionados aos invólucros utilizados e serão observadas as microestruturas referentes a 1 e 2 e 4 passes. As microestruturas foram observadas em relação ao plano Y (Figura 13).

4.2.1 Tarugo

A Figura 26, ilustra as microestruturas obtidas no processamento via EAC nas condições: compactado (MEV) (Figura 26a), com 1 passe (Figura 26b), com 2 passes (Figura 26c) e com 4 passes (Figura 26d) (MO) utilizando rota C.

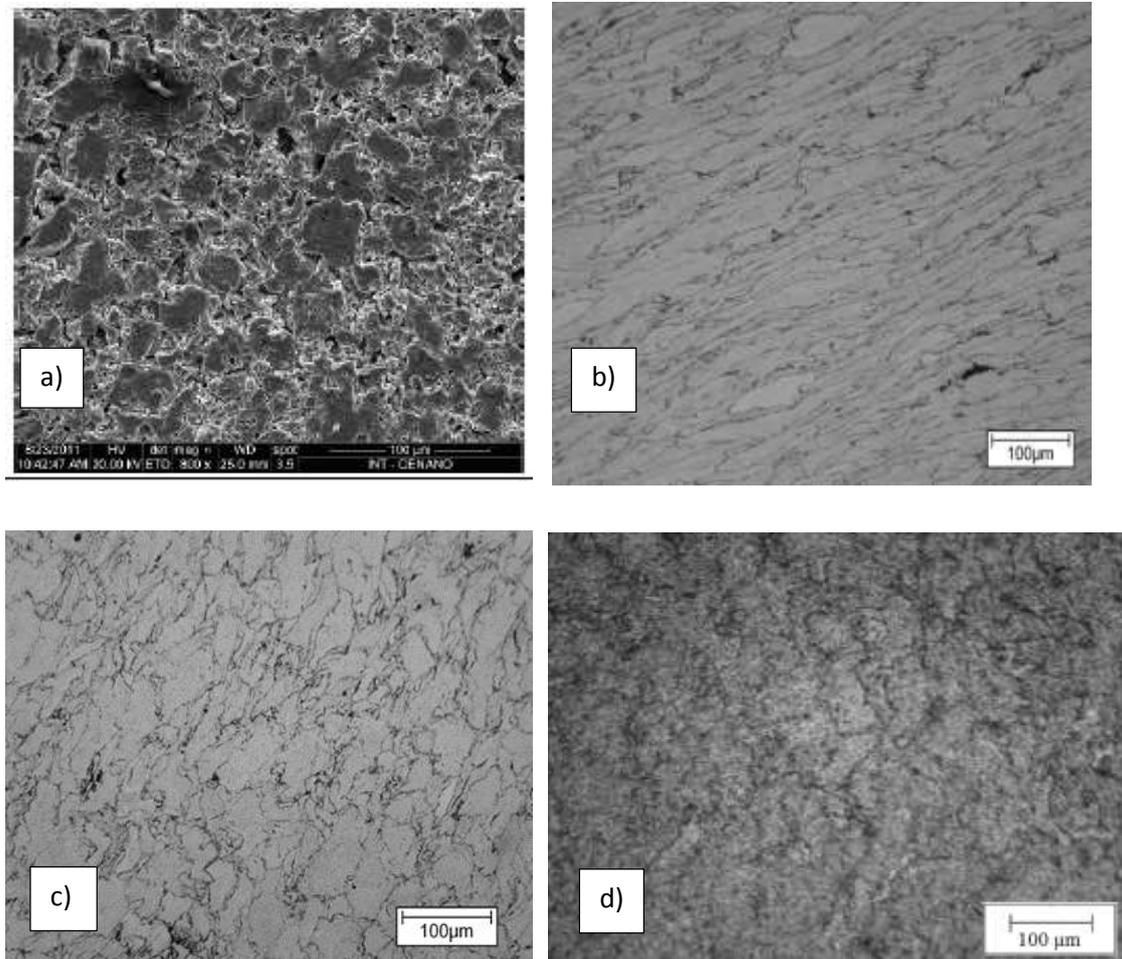


Figura 26- Material nos estados: a) Compactado (MEV); b) com 1 passe (MO); c) com 2 passes (MO); d) com 4 passes (MO).

4.2.2 Denso

A Figura 27 é referente as microestruturas do material nos estados: como recebido (Figura 27a) e com 4 passes partindo de material (Figura 27b).

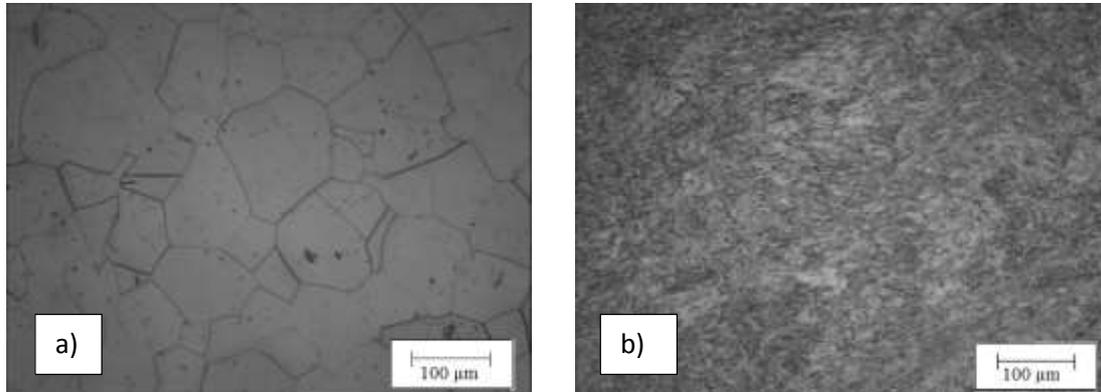


Figura 27– Microestrutura material a) como recebido (MO); b) com 4 passes(MO).

4.2.3 Pó de Titânio

Neste sub item serão apresentadas as microestruturas do pó de titânio processado através dos invólucros de chapa e tubular.

4.2.3.1 Invólucro de chapa

Na Figura 28a, 28c e 28e, são observadas as microestruturas após 1 passe e as Figuras 28b, 28d e 28f ilustram a propagação de uma trinca no material. A figura 29 é referente ao segundo passe seguindo a rota processamento A.

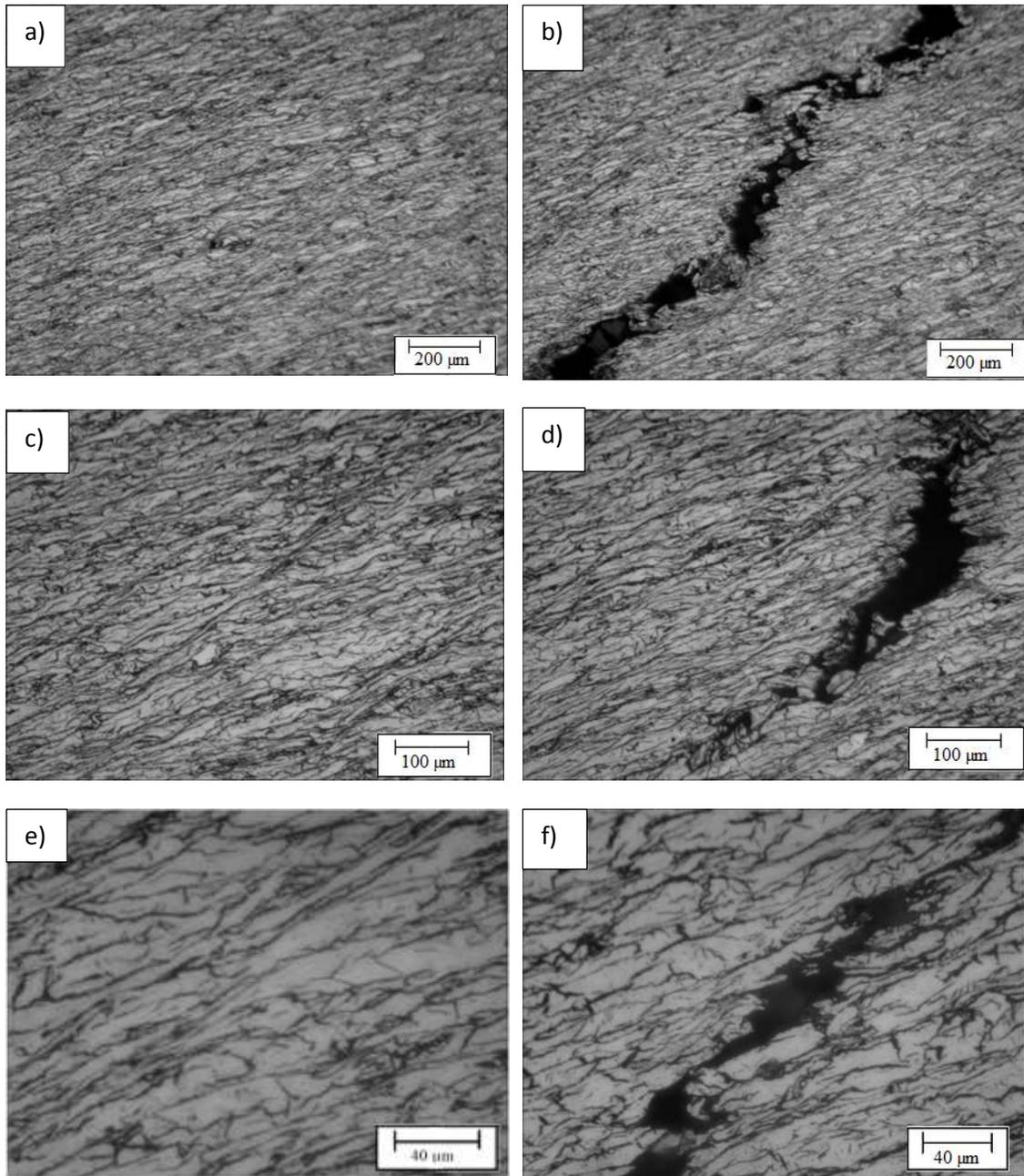


Figura 28- Análise Microestrutura de material processado com um passe com involucro de chapa; figuras a), c) e e) Microestrutura do material regiões sem trincas com aumentos de 100x, 200x e 500x, respectivamente. Figuras b), d) e f) Microestrutura do material regiões contendo trincas com aumentos de 100x, 200x e 500x, respectivamente (MO).

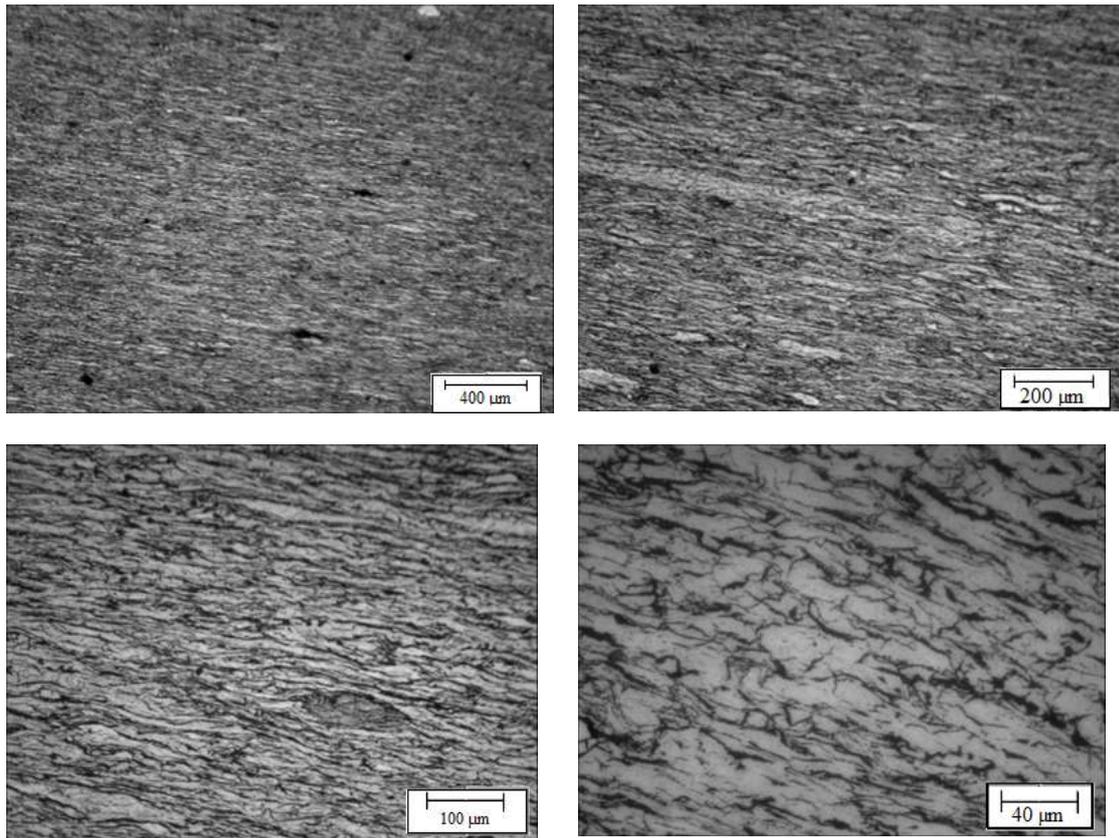


Figura 29 – Microestrutura obtida no 2 passe utilizando a rota A (MO).

4.2.3.2 Invólucro tubular

As figuras 30, 31 e 32 são referentes ao material compactado no ensaio interrompido no canal de entrada, com 1 passe e com 2 passes, respectivamente.

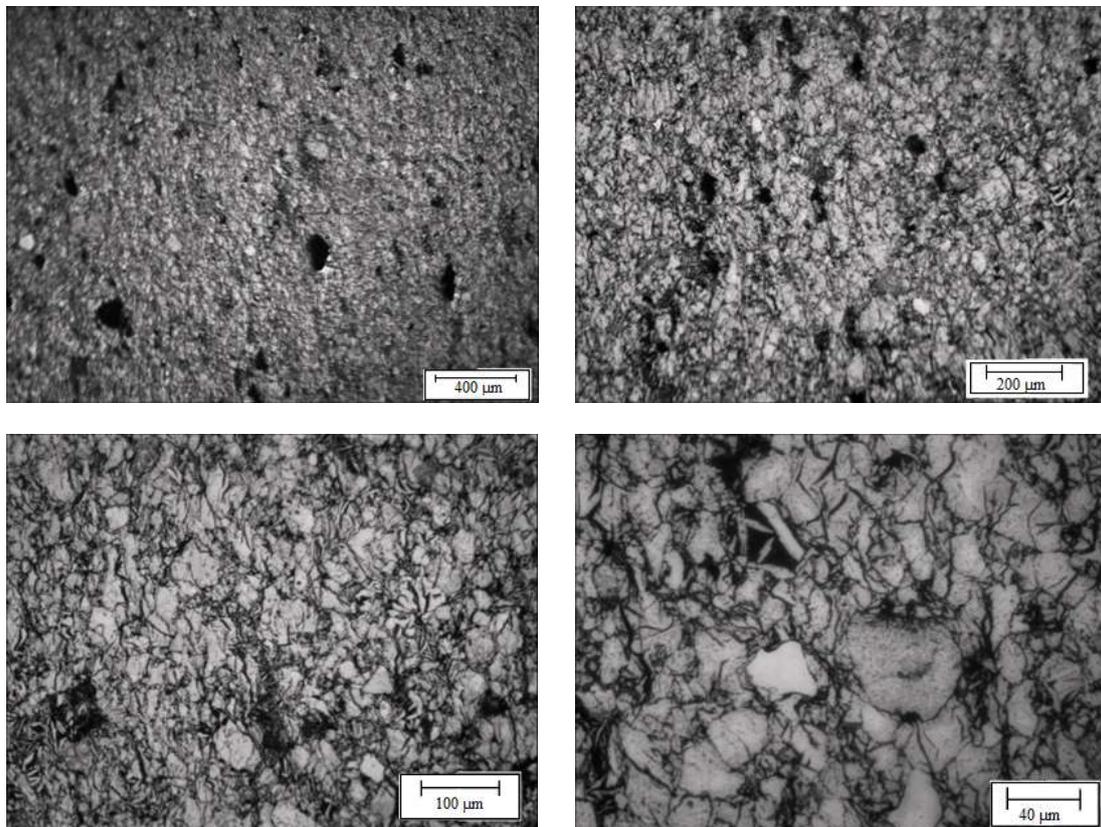


Figura 30- Microestrutura observado no pó de titânio compactado no canal de entrada (MO).

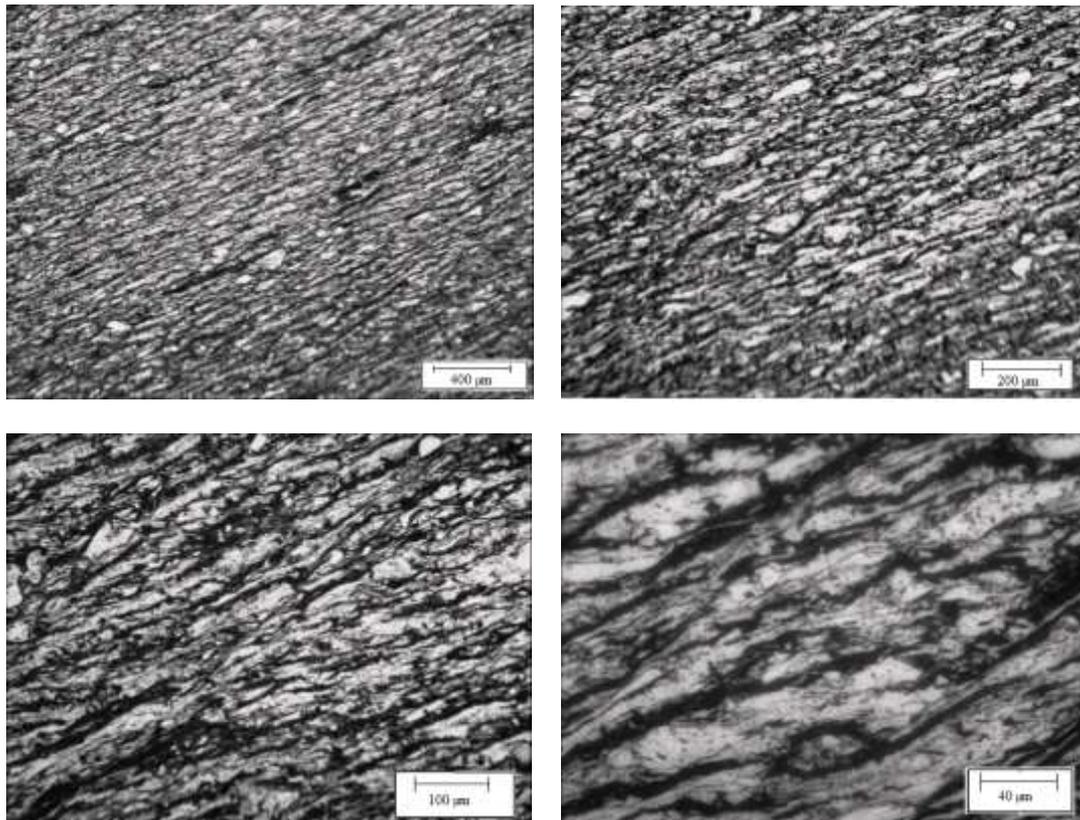


Figura 31 - Microestrutura material processado através do invólucro tubular com 1 passe (MO).

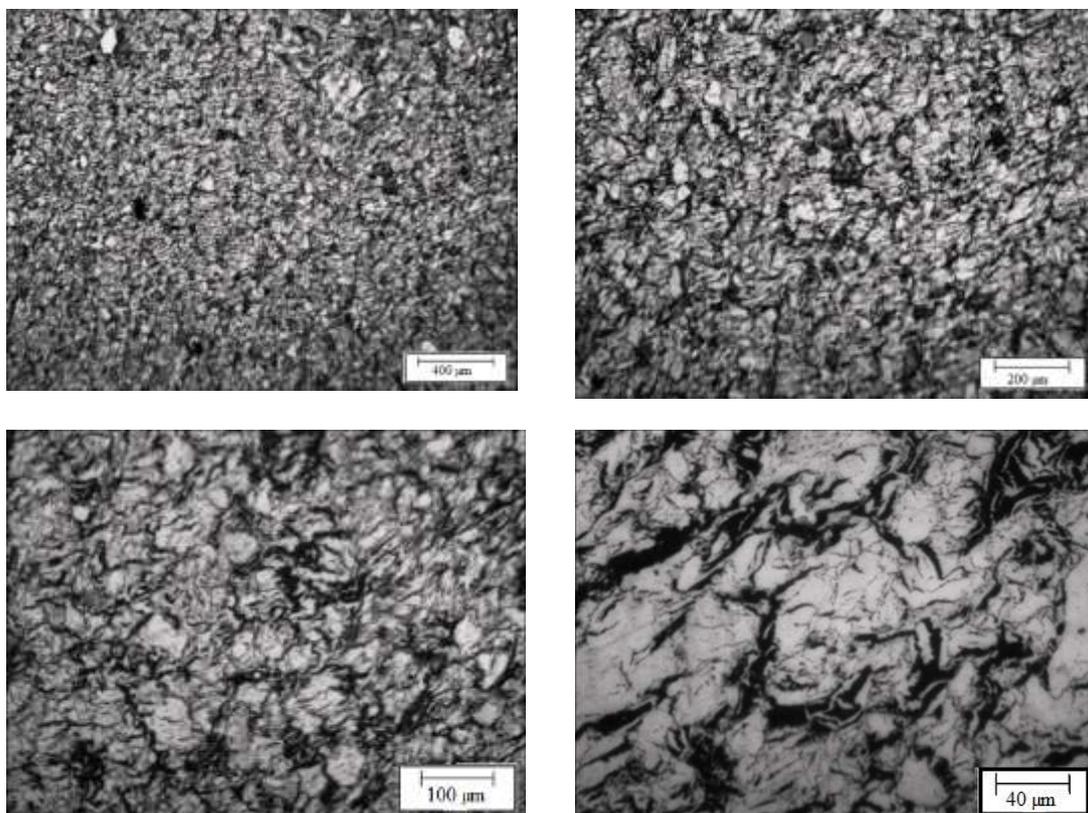


Figura 32 - Microestrutura do material processado através do invólucro tubular com 2 passes.

4.3 Caracterização das Propriedades Mecânicas

4.3.1 Dureza

Neste tópico serão apresentados os resultados de dureza para os processamentos denominados de tarugo, denso e pó de titânio, sendo este último dividido em chapa e tubular. No procedimento tubular uma amostra teve o seu ensaio interrompido no canal para elaboração de um mapa de dureza. E apresentado, também, uma comparação entre as durezas dos invólucros utilizados.

4.3.1.1 Tarugo

Os resultados de dureza são apresentados na tabela 11.

Tabela 11- Resultados de dureza do Procedimento de Tarugo

Estágio de Processamento	Dureza HV	Desvio Padrão
Compactado (no ensaio interrompido)	81	5
1 passe	228	7
2 passes	268	8

4.3.1.2 Denso

Os resultados de dureza são apresentados na tabela 12.

Tabela 12 - Resultados de dureza do procedimento Denso.

Estágio de Processamento	Dureza HV	Desvio Padrão
Como recebido	217	6
4 passes	312	12

4.3.1.3 Pó de Titânio

Os resultados de dureza obtidos para os 2 invólucros em cada passe podem ser constatados através da tabela 13.

Tabela 13– Resultados de dureza obtidos no procedimento com invólucro de chapa fina e com invólucro tubular

Estágio de Processamento	Dureza HV	Desvio padrão
1 passe chapa	207	7
2 passes chapa	233	8
1 passe tubular	302	6
2 passes tubular	318	6

O mapa de dureza referente à amostra com ensaio interrompido no canal de entrada é ilustrado na figura 31. E a tabela 14 mostra os resultados de dureza para regiões da borda (HV1), região intermediária (HV2) e o centro da amostra interrompida (HV3).

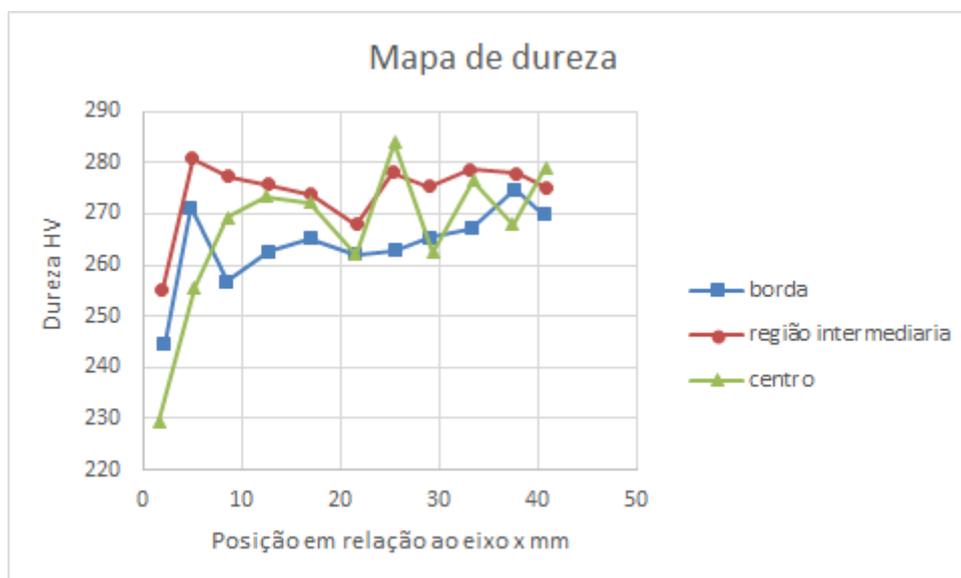


Figura 33– Mapa de dureza da amostra compactada com ensaio interrompido no canal de entrada.

Tabela 14– Valores de dureza em HV das endentações utilizadas no mapa de dureza.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	Média	Desvio Padrão
HV1 B	245	271	257	263	265	262	263	265	267	275	270	264	8
HV2 I	255	281	277	276	274	268	278	275	279	278	275	275	7
HV3 C	229	256	269	273	272	262	284	262	276	268	279	267	15

4.3.1.4 Dureza dos Invólucros

A tabela 15 é referente a comparação de dureza dos invólucros.

Tabela 15– Comparação de dureza entre os invólucros

Invólucro	Dureza HV	Desvio padrão
Tarugo ASTM 1020	170	5
Chapa fina	150	8
Aço Inox	268	7

4.3.2 Flexão

No primeiro item são apresentados os gráficos de carga de flexão - extensão de flexão para 4 amostras com 1 e 2 passes. Na Tabela 16 são apresentados os resultados de carga máxima, tensão de ruptura transversal, ângulo de fratura e tensão no plano de fratura. O segundo tópico contém uma análise detalhada das superfícies de fratura.

4.3.2.1 Cargas

As amostras do procedimento tubular com 1 e 2 passes, conforme Tabela 9 (pag 31), foram submetidas a ensaios de flexão, obtendo como resultados os gráficos de carga – extensão de flexão. As tabelas apresentam os valores de carga a máxima, tensão de ruptura, calculada através da equação 4, e ângulo de fratura referentes aos 4 corpos de prova. Os corpos de prova B1, B2, B3 e B4 são referentes a amostra com 1 passe. Os corpos de prova A1, A2, A3 e A4 são referentes a amostra com 2 passes. As figuras 34,35,36 e 37 são referentes as amostras processadas com 1 passe.

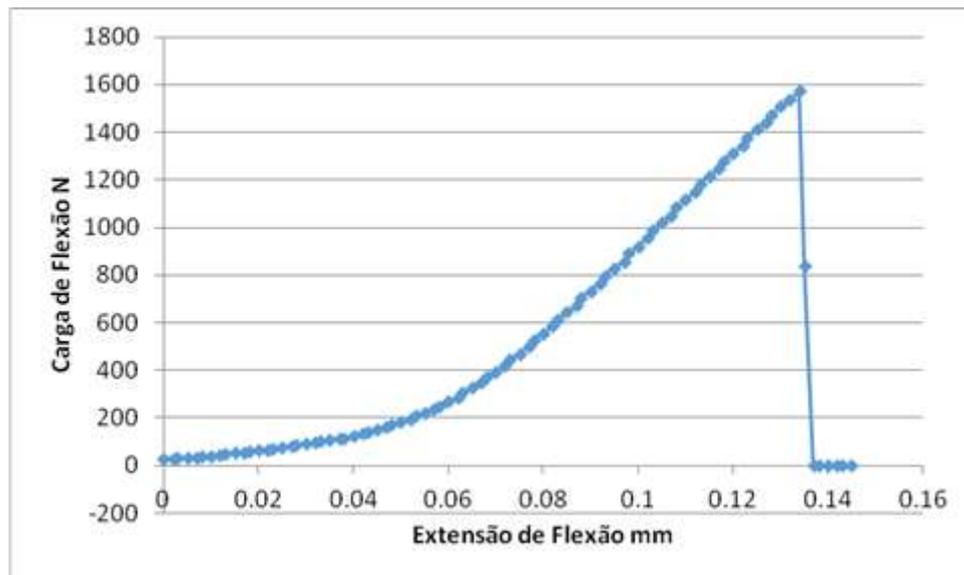


Figura 34 - Gráfico de Carga versus Extensão da amostra B1.

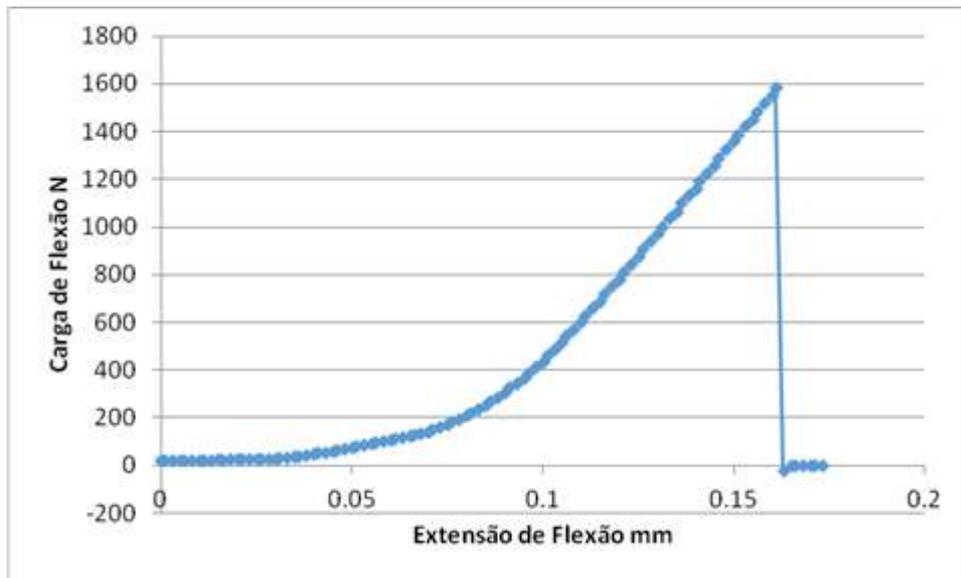


Figura 35– Gráfico de Carga versus Extensão da amostra B2.

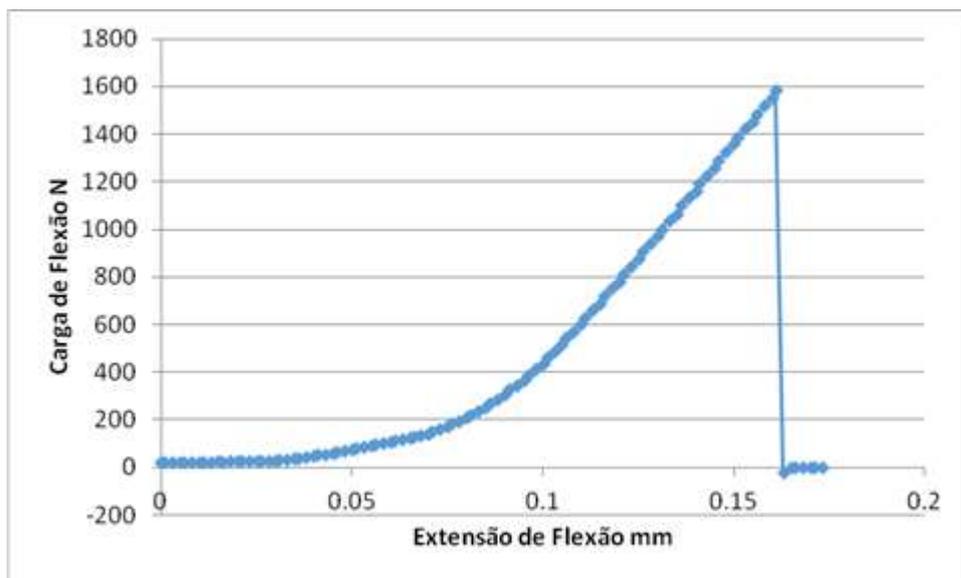


Figura 36- Gráfico de Carga versus Extensão da amostra B3.

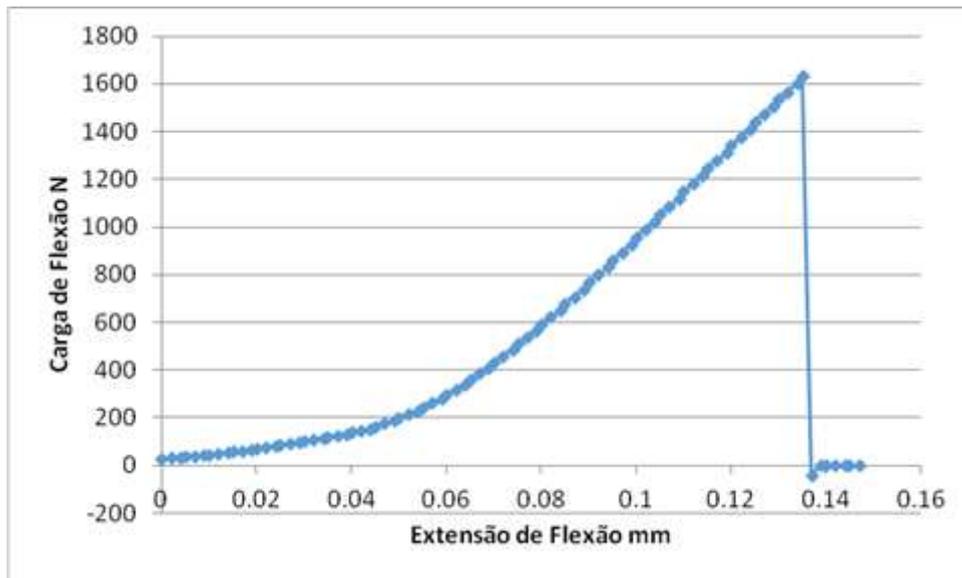


Figura 37 - Gráfico de Carga versus Extensão da amostra B4.

Os gráficos de carga versus extensão 38,39,40 e 41 são referentes às amostras processadas com 2 passes.

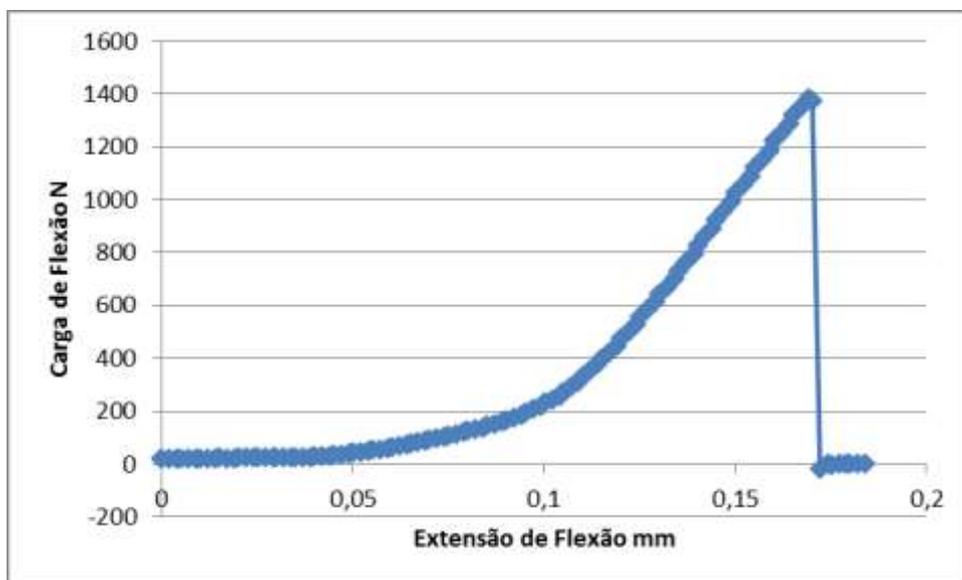


Figura 38 - Gráfico de Carga versus Extensão da amostra A1.

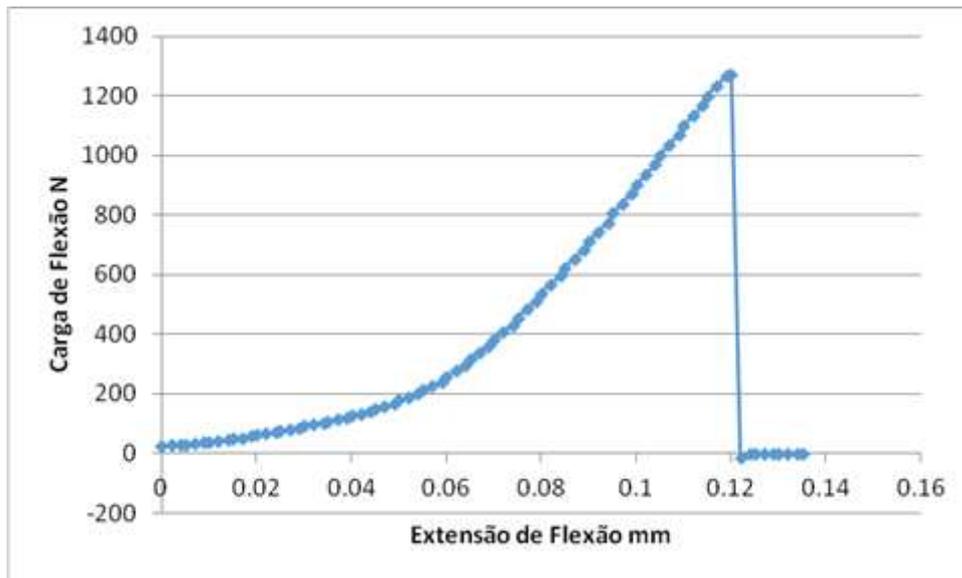


Figura 39 - Gráfico de Carga versus Extensão da amostra A2.

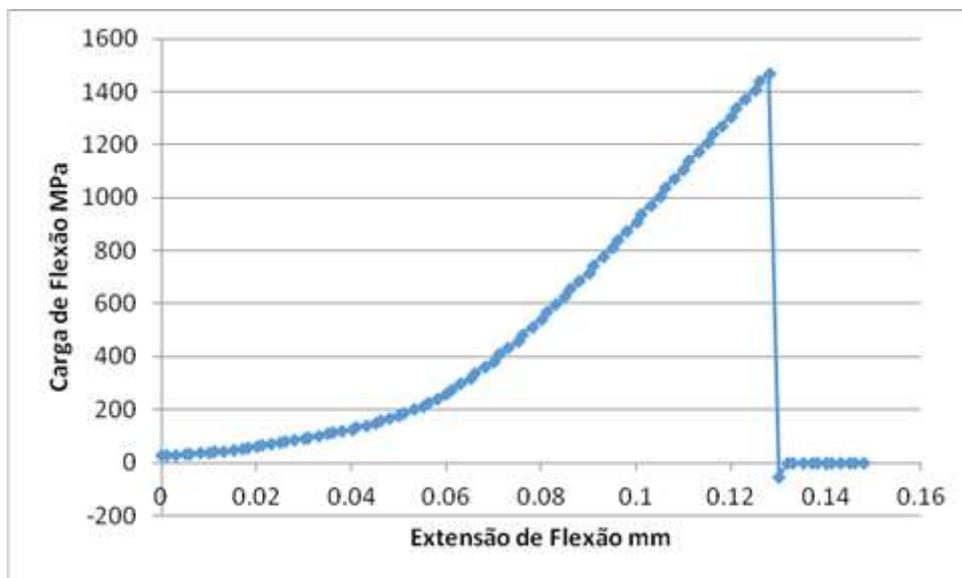


Figura 40 - Gráfico de Carga versus Extensão da amostra A3.

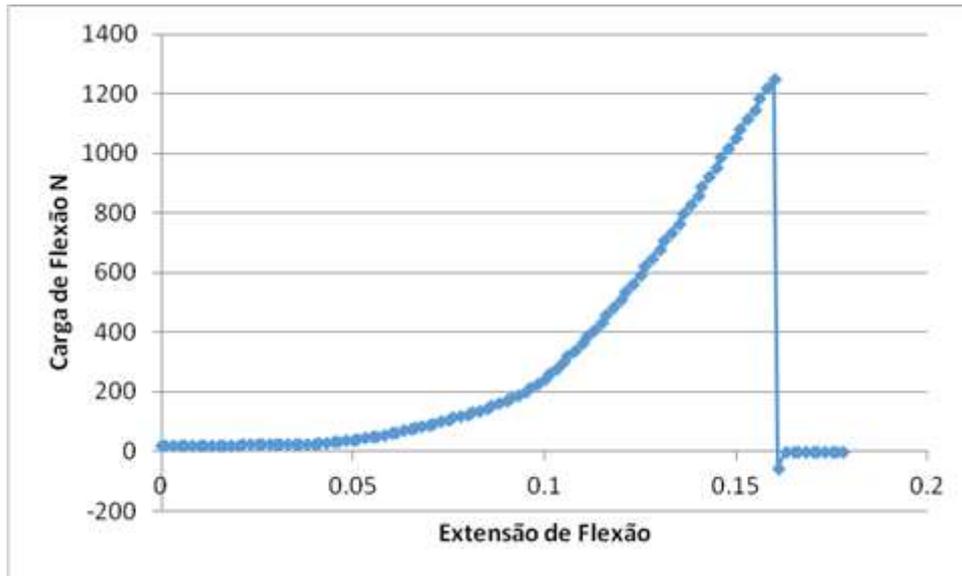


Figura 41 - Gráfico de Carga versus Extensão da amostra A4.

A tabela 16 apresenta os valores de cargas máximas, tensões de ruptura transversal, ângulo de fratura e tensão no plano de fratura das amostras com 1 passe (B1, B2, B3 e B4) e com 2 passes (A1, A2, A3 e A4), calculada através do círculo de Mohr da Figura 42 . Considerando o Círculo de Mohr, para a amostra com 1 passe temos como dados: um ângulo α de 45° , $\sigma_1 = 0$ e $\sigma_2 = 604$. No entanto, o Círculo de Mohr utiliza o 2α para o cálculo da tensão no plano de fratura (σ_p) e ângulo 2α gira no sentido anti-horário. Dessa forma, a reta \overline{AB} ficaria sobreposta a reta \overline{AD} o que resulta em $\sigma_p = \frac{(\sigma_2 - \sigma_1)}{2} = \frac{(604 - 0)}{2} = 302 \text{MPa}$. Na amostra com 2 passes temos como dados: um ângulo α de 90° , $\sigma_1 = 0$ e $\sigma_2 = 504$. Para esse caso, considerando $2\alpha = 180^\circ$ a reta \overline{AB} ficaria sobreposta a reta \overline{OE} resultando em $\sigma_p = \sigma_2 - \sigma_1 = 504 - 0 = 504$.

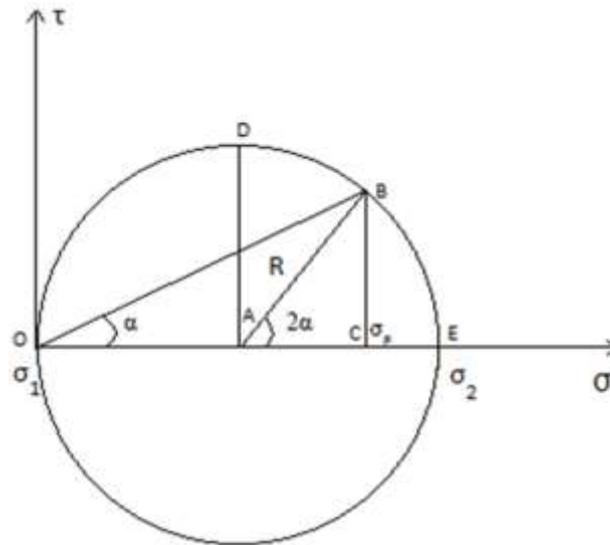


Figura 42- Círculo de Mohr utilizado para calcular a tensão de ruptura no plano de fratura.

Tabela 16 - Cargas máximas, tensões de ruptura transversal, ângulo de fratura e tensão no plano de fratura das amostras com 1 passes (B) e com 2 passes (A).

Amostras	Carga máxima (N)	σ_{RT} (MPa)	A (°)	σ_P (MPa)
B1/1P	1573	591	45	296
B2/1P	1636	614		307
B3/1P	1584	595		298
B4/1P	1634	618		309
Média	1607	605	-	302
Desvio Padrão	33	13	-	7
A1/2P	1383	518	90	518
A2/2P	1270	477		477
A3/2P	1471	552		552
A4/2P	1249	469		469
Média	1343	504	-	504
Desvio Padrão	104	39	-	38

4.3.2.2 Fratura

As Figuras 43 e 44, ilustram as vistas laterais e as superfícies de fratura de amostras com 1 e 2 passes, respectivamente, obtidas através de microscopia ótica. A partir das Figuras 43a e 44a foram obtidos os ângulos de fratura apresentados na Tabela 16.

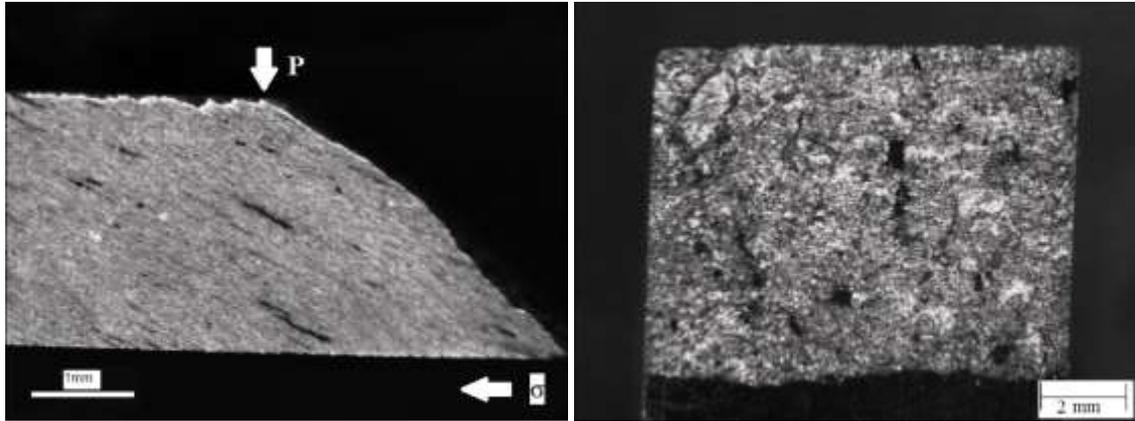


Figura 43- Material fraturado com 1 passe: (a) vista lateral (MO); (b) vista frontal (MO).

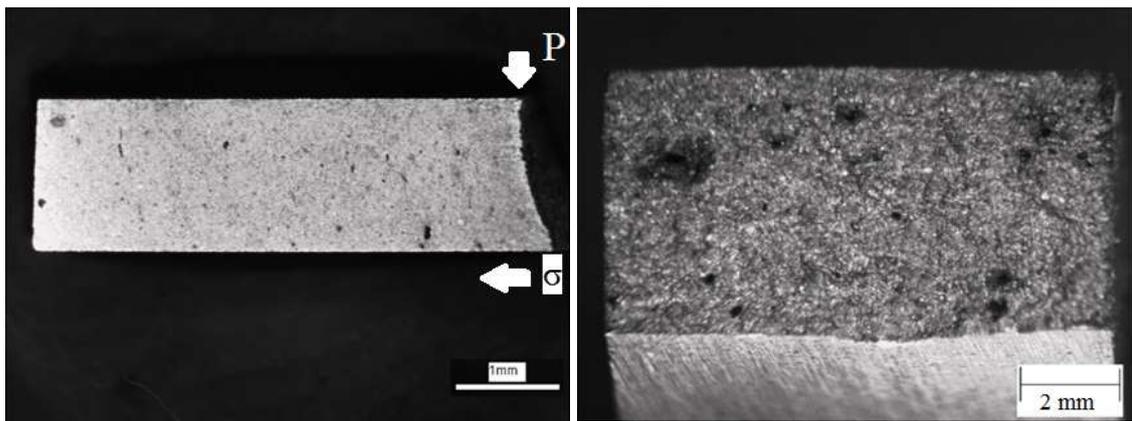


Figura 44 - Material fraturado com 2 passes: (a) vista lateral (MO); (b) vista frontal (MO).

Nas figuras 45 e 46 são apresentados as fractografias e às vistas superior e lateral da superfície de fratura das amostras com 1 e 2 passes, respectivamente, obtidas em MEV.

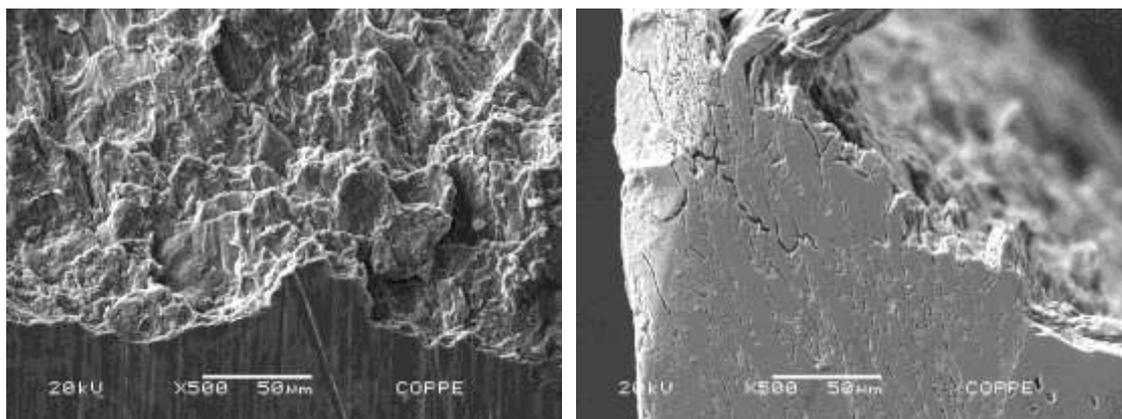


Figura 45– Imagens MEV amostra com 1 passe; a) vista superior (MEV); b) vista lateral (MEV).

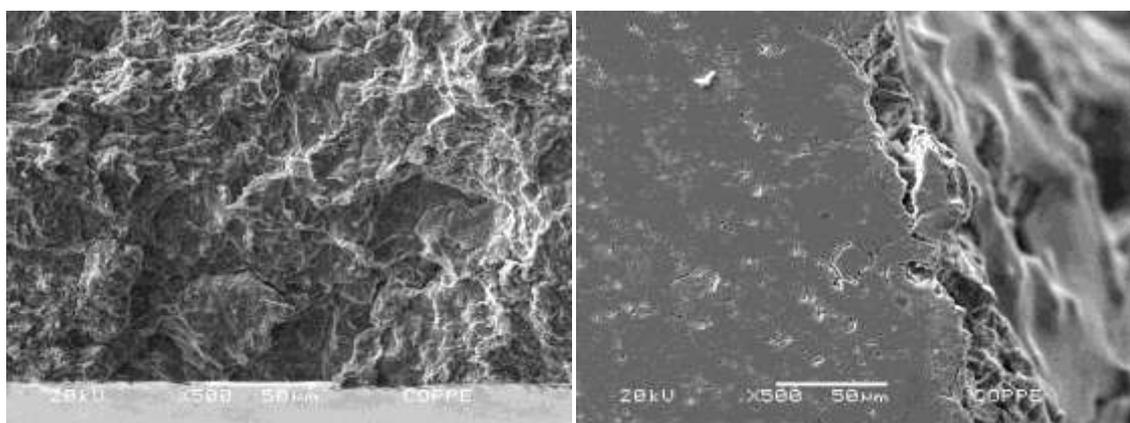


Figura 46 – Imagens MEV amostra com 2 passes; a) vista superior (MEV); b) vista lateral (MEV).

Para um entendimento mais amplo do modo de fratura do material, as amostras com 1 e 2 passes tiveram as suas superfícies de fratura mapeadas partindo da região da aplicação de carga até a região em que ocorre a máxima tensão trativa na amostra (Figura 47). As cargas e o ângulo de fratura podem observadas na Tabela 16.

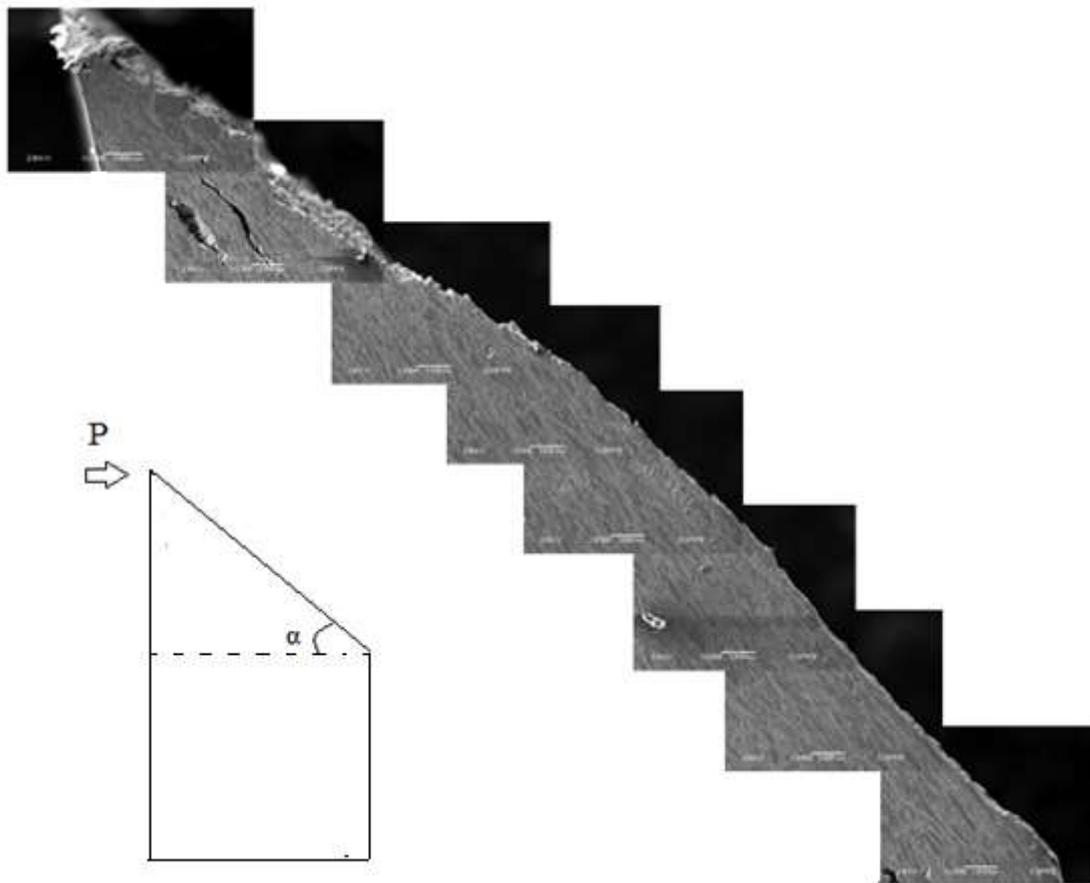


Figura 47 – Montagem das fotos referente a região de fratura da amostra com 1 passe, mostrando o ponto no qual a carga foi aplicada e o ângulo referente ao plano de fratura.

A Figura 48 mostra as micrografias da região de máxima tensão trativa até a aquela de aplicação da carga. A ampliação foi aquela que permitiu uma caracterização microestrutural na direção da fratura da amostra com 1 passe.

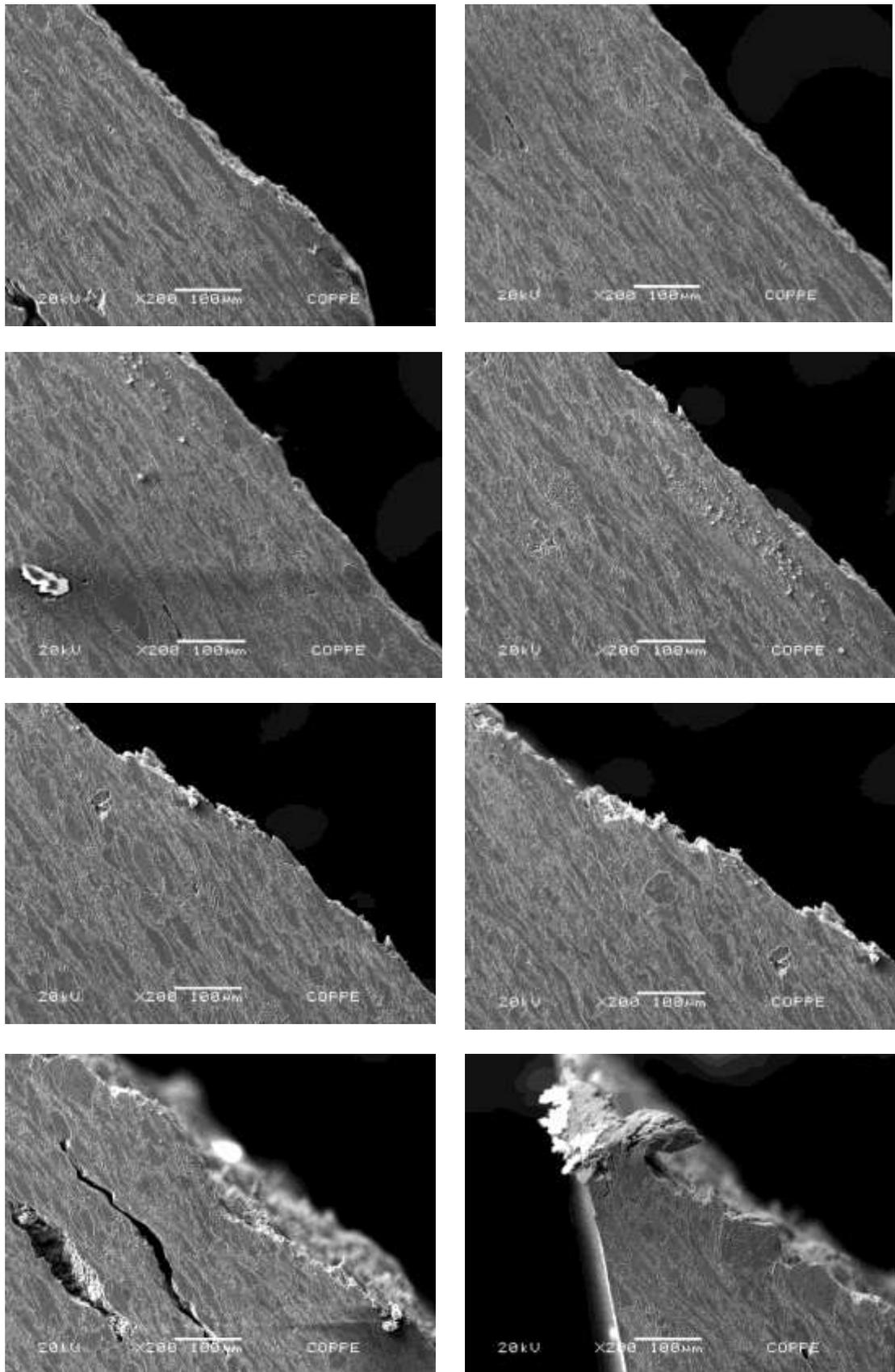


Figura 48 – Mapa da vista lateral da amostra com 1 passe (MEV).

A Figura 49 é relativa à superfície de fratura da amostra com 2 passes. As cargas e o ângulo de fratura podem observadas na Tabela 16.

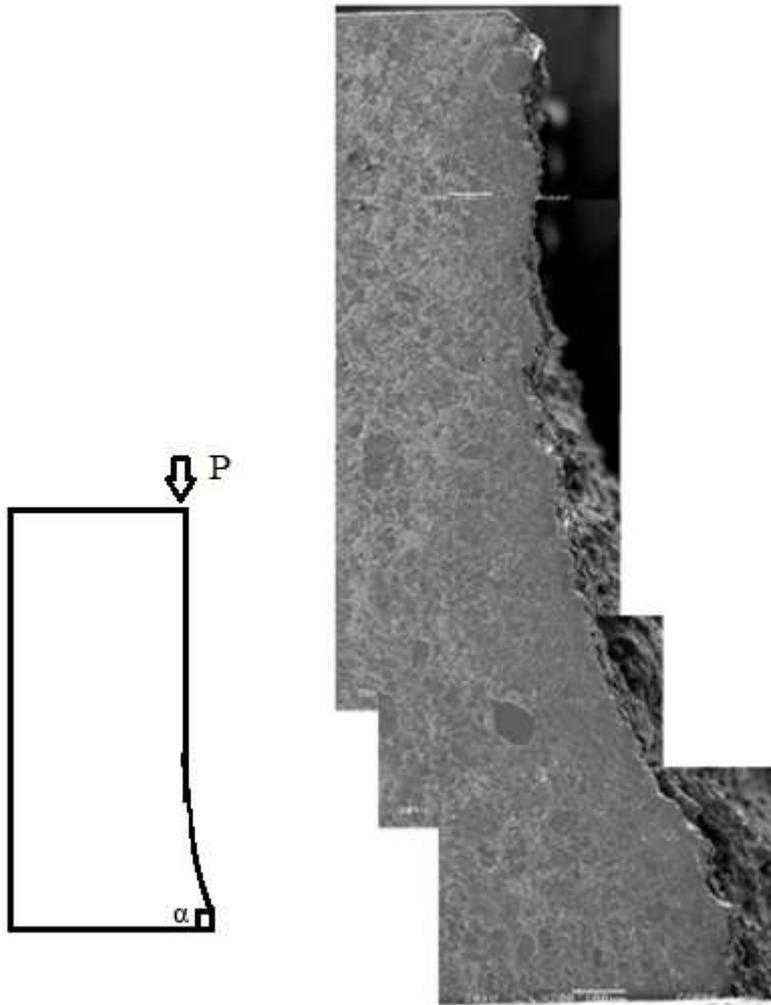


Figura 49- Montagem das fotos referente a região de fratura da amostra com 2 passes, mostrando o ponto no qual a carga foi aplicada e o ângulo referente ao plano de fratura.

A Figura 50 mostra as micrografias da região na qual foi aplicado a carga até a região máxima tensão trativa. A ampliação foi aquela que permitiu uma caracterização microestrutural na direção da fratura da amostra com 2 passes.

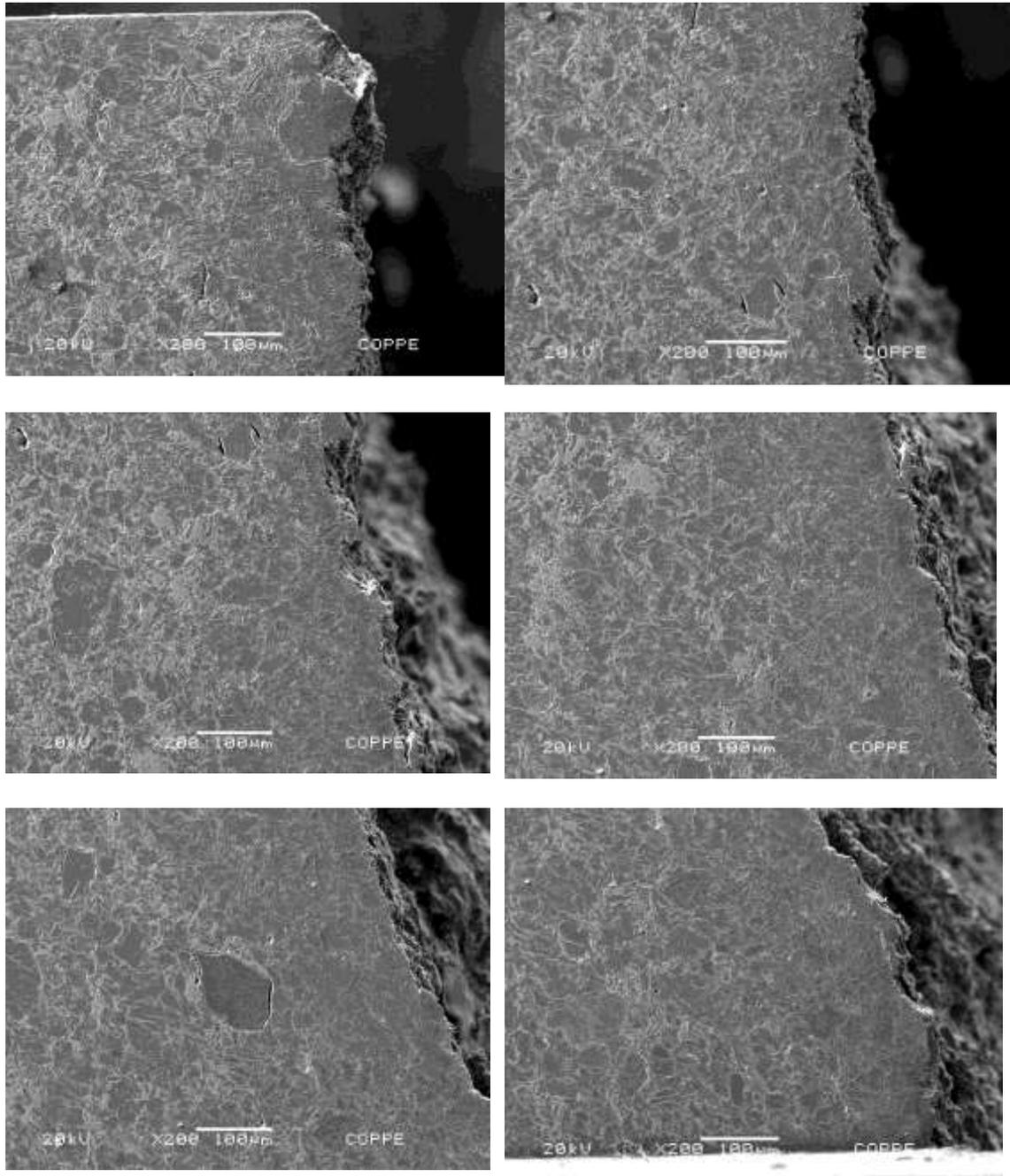


Figura 50 - Mapa da vista lateral da amostra com 2 passes (MEV).

5 DISCUSSÃO

5.1 Aspectos Dimensionais

Analisando as figuras 16 e 18 é possível observar que os materiais dentro do involucro após 1 passe adquirem um formato semelhante a um de paralelogramo em consequência da deformação cisalhante aplicada. No segundo passe, os materiais assumem uma configuração análoga à inicial devido a rotação imposta que ativa os planos opostos aos utilizados no primeiro passe. A amostra processada no involucro de chapa fina, Figura 17, não repete este comportamento. Isto se deve ao fato de que a amostra foi reinsertada para o 2º passe utilizando a rota A. Estes comportamentos estão em conformidade com o modelo de cisalhamento proposta realizada por Furukawa *et al.* (1998) para o processamento por EAC. Neste estudo, foram observados os formatos das amostras processadas por EAC para até oito passes seguindo 4 rotas de processamento.

5.2 Carregamentos obtidos nos ensaios EAC

Os gráficos de carga obtidos nos ensaios EAC mostram um valor de carga máxima superior nos ensaios com o processamento tubular quando comparado com o processamento de chapa (Tabela 10). Esse fato pode ser explicado pela grande diferença de espessura dos involucros nesses dois processamentos. Devido à baixa espessura do involucro de chapa podemos considerar que o mesmo foi processado de forma direta, ou seja, seus resultados seriam similares aos de um material processado sem a utilização de involucro. No entanto, durante a etapa de processamento o procedimento sem involucro não obteve êxito durante os ensaios. Dessa forma, esses dois procedimentos foram analisados afim de verificar a influência do involucro no processamento. Foi observado, também que as cargas obtidas no processamento de tarugo são próximas aquelas obtidas no processamento tubular, (Tabela 10).

A pressão máxima foi calculada com intuito de comparar os resultados de tensão de ruptura transversal obtidos no processamento tubular com os valores encontrados por LAPOVOK (2008), estudo no qual é aplicada a técnica de retro pressão. Essa aproximação é feita pela força de reação exercida pelo calço anterior gerando a pressão máxima (Tabela 16). No processo de *back pressure* um punção aplica uma carga controlada no canal de saída da matriz. Logo, esta estimativa considera o processo ideal no qual as perdas relacionadas ao atrito são inexistentes. A velocidade do punção foi medida a fim de comprovar que a taxa de deformação aplicada nas amostras é linear, e assim o processo de consolidação dos pós será uniforme. Os gráficos das Figuras 19, 20,

21, 22, 23,24 e 25 mostram que a taxa de deformação aplicada durante a segunda etapa, na qual ocorre a deformação efetiva do corpo de prova, é linear, com isso, podemos estimar que a consolidação de pó de titânio através de Deformação Plástica Severa por Extrusão Angular em Canal é homogênea.

5.3 Análise Microestrutural

Na amostra com 1 passe, relacionada ao procedimento de chapa é observado o alongamento dos partículas na direção do cisalhamento, característico da deformação imposta via EAC e as bandas de deformação (Figuras 28a, 28c e 28e). Nas Figuras 28b, 28d e 28f é observada uma região da amostra que contém uma trinca que se propaga na direção do cisalhamento. Esta propagação de trinca pode ser explicada pela menor pressão hidrostática aplicada nessa amostra em relação ao procedimento tubular. Com 2 passes, com a aplicação da rota A pode-se notar que as partículas continuam alongados na direção do cisalhamento, promovendo o aumento na área de superfície, permitindo assim, o desaparecimento das trincas as quais se propagavam no material, (Figura 29).

Ao examinar as metalografias das amostras com 1 passe referentes ao procedimento de tarugo (Figura 26) e tubular (Figuras 30,31 e 32) a microestrutura revela partículas alongadas na direção do cisalhamento, bandas de deformação e aumento significativo de suas áreas de superfície. No passe seguinte, empregando a rota de C, pode-se constatar que as partículas retomam seu aspecto inicial (equiaxiais) e perda da direcionalidade exercida pelo cisalhamento. No entanto, a consolidação entre suas superfícies não é desfeita, pois ainda se observa um incremento de dureza (Tabelas 11 e 13). A amostra densa processada segundo o procedimento de tarugo, sofreu grande deformação devido aos 4 passes, não permitindo a visualização dos contornos de grão, impossibilitando, dessa forma, a comparação com os outros procedimentos.

Segundo DIETER, a utilização de elevadas pressões hidrostáticas compressivas promovem a redução da ocorrência de trincas no material. Em virtude da diferença drástica entre as espessuras dos invólucros tubular e chapa haverá uma grande diferença na pressão máxima aplicada durante o ensaio (Tabela 10). Tal fato, pode ser fator indicativo de consolidação mais eficiente do material através de EAC se o mesmo tiver sofrido uma maior pressão hidrostática. Este fato pode ser comprovado a partir da caracterização microestrutural, na qual é observado trincas no processamento com chapa (Figuras 28b, 28d e 28f) que estão ausentes no processamento tubular (Figura 29).

5.4 Análise das Propriedades Mecânicas

5.4.1 Dureza

As durezas obtidas no processamento tubular são superiores as encontradas no processamento de chapa, (Tabela 13). O processamento tubular atingiu dureza com apenas dois passes similar à aquela obtida para o material denso submetido a 4 passes. Os valores alcançados pelo procedimento de chapa com 2 passes são comparáveis com o material denso recebido sem processamento e com o procedimento de pastilha com 1 passe (Tabelas 12 e 13). A partir desta análise, é possível avaliar a grande influência dos invólucros durante o processamento e obter um melhor entendimento sobre o efeito da pressão hidrostática na evolução microestrutural e nas propriedades mecânicas dos materiais. Na Tabela 15 pode ser notada a grande diferença de dureza entre o invólucro tubular em relação ao de chapa. Tal fato pode ser indicativo do aumento da pressão hidrostática associada ao processamento.

O mapa de dureza da amostra interrompida no canal de entrada, (Figura 33), mostra que a compactação realizada no processamento tubular ocorre de forma homogênea: não haver diferença significativa de dureza entre centro, borda e região intermediária do processamento tubular processado por EAC. A Tabela 14, ratifica essa análise mostrando os valores de dureza nas 3 regiões citadas.

5.4.2 Ensaio de Flexão

5.4.2.1 Cargas

No artigo publicado por LAPOVOK (2008) são apresentados valores de tensão ruptura na faixa de 250 a 300 MPa para processamento de pós de Titânio a uma temperatura de 300°C, 450 a 850 MPa quando o processamento se dá a uma temperatura de 400° C, com uma retro pressão de 262 Mpa em todos os processamentos EAC. Este processamento de Extrusão Angular em Canal realizado pelos outros, visava a consolidação de pós de titânio em uma matriz com um ângulo de 90°. No entanto, a matéria prima processada tem composição da liga Ti-6Al-4V. Os valores de resistência mecânica obtidos no presente trabalho utilizando Titânio puro estão na faixa de 500 a 600 MPa com uma temperatura de processamento de 375° C e pressão máxima entre 800 a 900 MPa, (Tabela 10). O gráfico da Figura 51, ilustra a comparação de valores obtidos neste trabalho com aqueles obtidos por (LAPOVOK, 2008), é possível verificar que os

valores encontrados na presente pesquisa se aproximam daqueles obtidos para a liga de Titânio, mostrando a viabilidade da consolidação de titânio sem a adição de elementos de liga via Extrusão Angular em Canal.

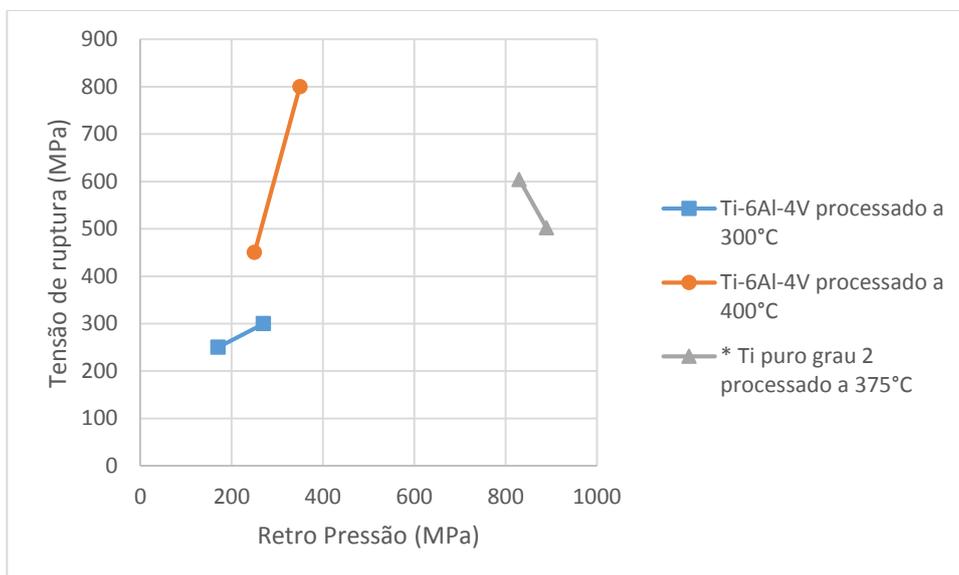


Figura 51- Comparação dos valores de tensão de ruptura versus retro pressão em diferentes temperaturas obtidos neste texto com os apresentados por (LAPOVOK,2008)

*Valores de retro pressão aproximados tomando se em conta com uma estimativa dos valores de pressão máxima encontrados nos ensaios EAC.

Analisando os resultados obtidos no ensaio de flexão, pode ser observado que o material com 1 passe no processamento tubular possui carga máxima de ruptura e tensão de ruptura médias superiores as do material com 2 passes, (Tabela 16). Verifica-se, portanto, que ocorreu uma diminuição do valor de tensão de fratura, vindo a caracterizar uma fragilização do material.

5.4.2.2 Fratura

Para um melhor entendimento do processo de fratura, foi realizada uma investigação mais apurada das superfícies de fraturas em MEV das duas amostras. Essas superfícies podem ser observadas nas figura 43 e 44, que são referentes as vista lateral e superior das amostras processadas com 1 e 2 passes, respectivamente. Na amostra com 1 passe, a fratura ocorreu em ângulo de 45° e na com 2 passes em ângulo de 90°, (Tabela 16). Utilizando esses ângulos de propagação de fratura foram calculadas os valores da tensão normal que atua no plano da fratura, fazendo o uso do círculo de Mohr.

Observando os resultados das tensões normais calculadas no plano de fratura, verifica-se que o caminho de propagação da fratura na amostra com 1 passe não segue a direção do plano (1 1 0) a 45°. Devido ao fato, deste corpo de prova resistir à uma tensão de ruptura transversal (σ_{RT}) superior à aplicada no plano de fratura (σ_p), (Tabela 17).

Tabela 17–Resultados do ensaio de flexão no plano de fratura e dureza.

Condição	σ_{RT} (MPa)	σ_p (MPa)	Dureza (HV)
1 passe	604	302	302
2 passes	504	504	318

A análise macroscópica da fratura indica os locais nos quais foram aplicados a carga e a região de tensão trativa máxima para as amostra com 1 e 2 passes, (Figuras 43 e 44). As análises fractográficas evidenciam que a fratura, em ambos os casos é frágil, em virtude de não serem observadas zonas de deformação plástica, (Figuras 52b e 53b). É verificado que a propagação da fratura segue o caminho dos contornos das partículas seja para as amostras com 1 e aquelas de 2 passes. Tal fato indica um modo de fratura como frágil e intergranular.

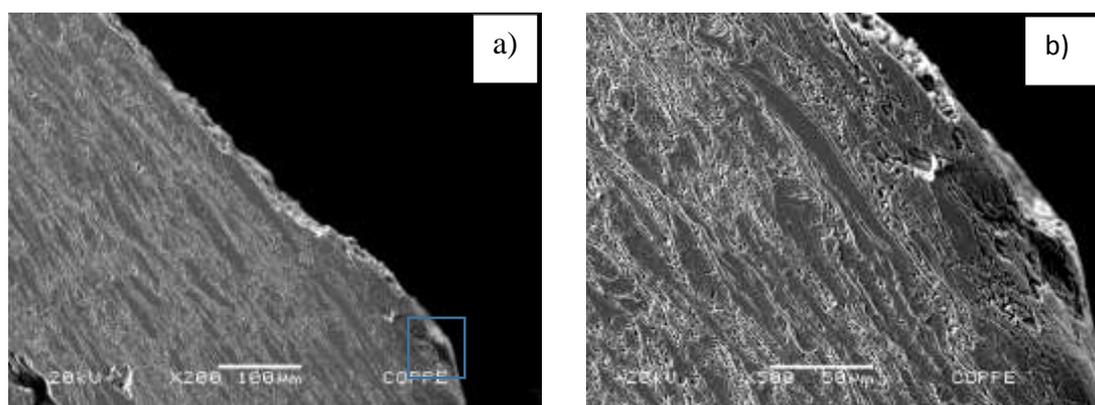


Figura 52 – a) Indicação do local no qual foi aplicado o zoom; b) Vista mais detalhada da região da fratura na qual foi aplicada a tensão trativa na amostra com 1 passe.

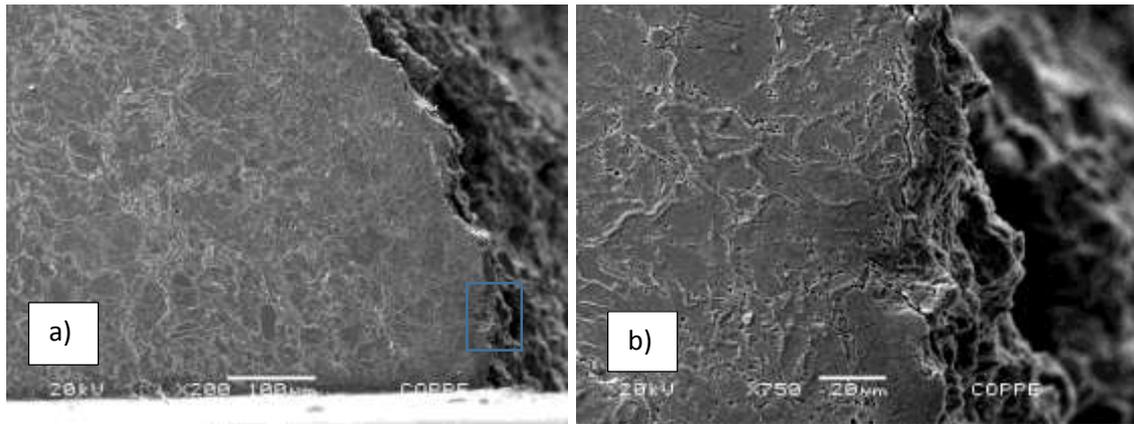


Figura 53 - a) Indicação do local no qual foi aplicado o zoom; b) Vista mais detalhada da região da fratura na qual foi aplicada a tensão trativa na amostra com 2 passes.

A partir deste estudo, é possível observar que a amostra com 2 passes possui resistência mecânica superior àquela de 1 passe, de acordo com os resultados de dureza e caracterização microestrutural. No entanto, no quesito tenacidade, a amostra com 1 passe se mostrou superior, devido a sua maior tensão de ruptura transversal.

6 CONCLUSÕES

- (i) A Deformação Plástica Severa mostrou ser uma alternativa eficiente ao processo de sinterização convencional na obtenção de componentes de Titânio puro para aplicações biomédicas.
- (ii) A utilização da Extrusão Angular em canal permitiu a consolidação em baixa temperatura e de forma rápida, sem utilização de fornos de atmosfera controlada.
- (iii) O processo de compactação dos pós de Titânio utilizando a matriz de EAC se mostrou homogênea. O material não apresenta, após o processamento EAC, diferenças significativas nos valores de dureza da borda em relação a região central no processamento tubular.
- (iv) As microestruturas de primeiro passe apresentaram partículas alongadas na direção do cisalhamento, bandas de deformação, e assim aumento significativo de superfícies das partículas. No passe seguinte, é verificado que as partículas retomam seu aspecto inicial. No entanto a consolidação entre superfícies das partículas não é desfeita. Isso é verificado pelo aumento nos valores de dureza. Tal fato é um indicativo do sucesso no processo de consolidação.
- (v) As durezas obtidas no segundo passe do processamento tubular são superiores às aquelas encontradas para os processamentos de tarugo e chapa. Esses valores de dureza obtidos no processamento tubular são comparáveis com aqueles obtidos para o material denso processado com 4 passes utilizando o procedimento de tarugo.
- (vi) Os valores de tensão de ruptura transversal obtidos neste texto são similares aos valores de resistência mecânica observados para a liga Ti-6Al-4V, consolidada por Extrusão Angular em Canal com parâmetros de processamento similares. Tal fato indica a eficiência do processo de

consolidação via Extrusão Angular em Canal para obtenção de tarugos de Titânio puro.

- (vii) O procedimento tubular se mostrou superior ao procedimento de chapa nos quesitos de integridade microestrutural e dureza. Pois com apenas 1 passe o material consolidado não apresentou trincas. No entanto, o procedimento de chapa precisou de 2 passes para eliminação das trincas encontradas. Em relação aos valores de dureza encontrados o procedimento tubular foi aproximadamente 70% superior ao procedimento chapa.
- (viii) O procedimento tubular com apenas 2 passes apresentou dureza similar aos resultados do material denso com 4 passes
- (ix) A análise das fractografias das amostras submetidas ao ensaio de flexão mostraram que modo de fratura foi frágil, e que a propagação de fratura segue os contornos das partículas, tanto para as amostras com 1 como para a com 2 passes.

7 PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS

Para um melhor entendimento do processo de fratura do pó de titânio comercialmente puro é recomendável para trabalhos futuros que sejam processadas amostras com 3 e 4 passes seguidas de caracterizações microestruturais, de resistência mecânica e de fratura de forma a obter um fator de comparação aos resultados do presente estudo. É recomendável uma análise de textura das bandas de deformação, para investigar a possível influência das bandas na tensão de ruptura transversal das amostras de passe ímpar. Outro ensaio importante que pode ser aplicado em pesquisas futuras é o Charpy Instrumentado. Nestes ensaios são calculados a energia necessária para fraturar o material e comparar a tenacidade do pó de titânio consolidado através de EAC nos estados com 1, 2, 3 e 4 passes.

8 REFERÊNCIAS

ASTM B528. **Standard Test Method for Transverse Rupture Strength of Powder Metallurgy (PM) Specimens.** American Society for Testing and Materials (ASTM) International, West Conshohocken, PA, 2012.

ASTM F67. **Standard Specifications for Unalloyed Titanium, for Surgical Implant Applications.** Philadelphia: American Society for Testing and Materials, 1989.

CHANG, C. P.; SUN, P. L.; KAO, P. W. Deformation induced grain boundaries in commercially pure aluminium. **Acta Materialia**, 2000. p. 3377-3385.

DIETER, G. E. **Mechanical Metallurgy:** SI Metric ed./ adapted by David Bacon. McGraw-Hill Book Company, UK: Limited, 1988.

FURUKAWA, M.; IWAHASHI, Y.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON T. G. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering: A. Structural materials: properties, microstructure and processing**, 2ed. Elsevier Science, 1998. p.328–332.

HAOUAOUI, M.; **An investigation of bulk nanocrystalline copper fabricated via severe plastic deformation and nanoparticle consolidation.** (Tese de Doutorado) - Mechanical Engennering: Texas A&M University, EUA, 2005.

IWAHASHI, Y.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON T. G. The process of grain refinement in equal channel angular pressing. **Acta Materialia**, 9ed. Elsevier Science, 1998. p. 3317-3331.

KARAMAN, I.; HAOUAOUI, M.; MAIER, H. J. Nanoparticle Consolidation Using Equal Channel Angular Extrusion at Room Temperature. **Journal of Materials Science:** Springer Science Business Media, 5ed. Springer Link, 2007. p 1561–1576.

LAPOVOK, R.; TOMUS, D.; BETTLES, C. Shear deformation with imposed hydrostatic pressure for enhanced compaction of powder. **Scripta Materialia:** Published on behalf of Acta Materialia, Inc. 10ed. Elsevier Science, 2008. p. 898-901.

LEE, S.; LANGDON, T. G. Influence of equal-channel angular pressing on the superplastic properties of commercial aluminum alloys. **Materials Research Society Symposium Proceedings.** Warrendale, USA, Materials Research Society, 2000. p. 359.

LEYENS, C.; PETERS, M. **Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications.** Wiley-VCH GmbH & Co. KGaA Weinheim, Germany, 2003. p. 513.

- NIINOMI, M. Mechanical Properties of Biomedical Titanium Alloys. **Materials Science and Engineering: A. Structural materials: properties, microstructure and processing**, 1-2ed. Elsevier Science, 1998. p.231–236.
- OLIVEIRA, M. V. **Desenvolvimento de revestimento de titânio poroso para implantes cirúrgicos**. (Tese de Doutorado) - Curso de Ciência e Engenharia Materiais e Metalúrgica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2003.
- PILLIAR, R. M. Manufacturing Processes of Metals: The Processing and Properties of Metal Implants. In: **Metal and Ceramic Biomaterials**, eds Ducheyne P.; Hastings, G.W. Boca Raton, 1984. v. 1, p.79-105.
- REED-HILL, R. E. **Princípios de Metalurgia Física**. 2ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1982.
- SAGAWA, M.; FUJIMURA, S.; TOGAWA, N.; YAMAMOTO, H.; MATSUURA, Y. New material for permanent magnets on a base of Nd and Fe. **Journal of Applied Physics Letters**, 6ed. AIP Publishing, 1984. p.2083-2087.
- SEEBER, A. **Estudo da Sinterização de Titânio Puro em Descarga Elétrica Luminescente em Regime Anormal**. (Tese de Doutorado) - Curso de Ciência e Engenharia Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2008.
- SEGAL, V. M. Materials processing by simple shear. **Materials Science and Engineering: A. Structural materials: properties, microstructure and processing**, 2ed. Elsevier Science, 1995. p.157–164.
- VALIEV, R.Z.; LANGDON, T.G. Principles of equal channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. **Progress in Materials Science**. An International Review Journal, 7ed. Elsevier Science, 2006. p.881-981.
- XIA, K. Consolidation of particles by severe plastic deformation: mechanism and applications in processing bulk ultrafine and nanostructured alloys and composites. **Advanced Engineering Materials**. Special Issue: Bulk Nanostructured Materials, 8ed. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2010. p.724-729.
- XIRONG, Y., XICHENG, Z., WENJIE, F. Deformed Microstructures and Mechanical Properties of CP-Ti Processed by Multi-Pass ECAP at Room Temperature. **Rare Metal Materials and Engineering**, 6ed. Elsevier Science, 2009. p.955-957.