



Universidade Federal
do Rio de Janeiro

Escola Politécnica

PROPRIEDADES MECÂNICAS E USINABILIDADE DE PÓS DE TITÂNIO CONSOLIDADOS POR EXTRUSÃO ANGULAR EM CANAL

Felipe Conde Carvalhal

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 2018

PROPRIEDADES MECÂNICAS E USINABILIDADE DE PÓS DE TITÂNIO
CONSOLIDADOS POR EXTRUSÃO ANGULAR EM CANAL

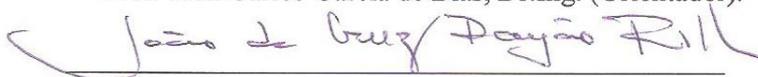
Felipe Conde Carvalhal

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.

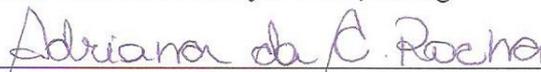
Examinada por:



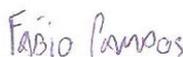
Prof. Juan Carlos Garcia de Blas, Dr.Ing. (Orientador).



Prof. João da Cruz Payão Filho, Dr.Ing.



Profa. Adriana da Cunha Rocha, D.Sc.



Prof. Fábio de Oliveira Campos, Dr.Ing.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL.

MARÇO DE 2018

Carvalho, Felipe Conde.

Propriedades Mecânicas e Usinabilidade de Pós de Titânio Consolidados por Extrusão Angular em Canal/ Felipe Conde Carvalho. – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2018.

X, 61 p.: il; 29,7 cm.

Orientador: Juan Carlos Garcia de Blas.

Projeto de Graduação – UFRJ/ Escola Politécnica/ Curso de Engenharia Metalúrgica, 2018.

Referências Bibliográficas: p. 59-61.

1. Consolidação de pós de titânio 2. EAC 3. DPS

I. Garcia de Blas, Juan Carlos. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia Metalúrgica. III. Título.

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

PROPRIEDADES MECÂNICAS E USINABILIDADE DE PÓS DE TITÂNIO
CONSOLIDADOS POR EXTRUSÃO ANGULAR EM CANAL

Felipe Conde Carvalhal

Março/ 2018

Orientador: Juan Carlos Garcia de Blas

Curso: Engenharia Metalúrgica

Neste trabalho são apresentados os resultados da Extrusão Angular em Canal (EAC) de pós de titânio visando a consolidação por um método alternativo à sinterização para materiais destinados à fabricação de implantes cirúrgicos. A EAC é um processo que gera uma deformação plástica severa (DPS) que gera por cisalhamento novas superfícies entre as partículas que são soldadas a frio entre si. A consolidação do titânio via EAC possibilita processar o material de maneira rápida, a temperatura ambiente e sem atmosfera controlada. Por outro lado, a DPS que ocorre durante a EAC gera um grão já refinado, portanto com melhores propriedades de limite de ruptura, módulo de elasticidade e dureza. Além disso não há a necessidade de adição dos elementos de liga, os quais podem ser potencialmente tóxicos ao ser humano.

Este trabalho investiga os efeitos de parâmetros do processo de EAC como número de passes e recozimento dos cartuchos que contêm o pó compactado nas propriedades de limite de ruptura, módulo de elasticidade, dureza e usinabilidade do material consolidado.

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 Engineering.

MECHANICAL PROPERTIES AND MACHINABILITY OF TITANIUM
POWDER CONSOLIDATED BY EXTRUSION CHANNEL ANGULAR PRESSING

Felipe Conde Carvalho

March/ 2018

Advisor: Juan Carlos Garcia de Blas

Course: Metallurgical Engineering

This work shows the consolidation results of the Extrusion Channel Angular Pressing (ECAP) of titanium powder as an alternative way to obtain pure titanium targeting the industry of surgical implants. The Severe Plastic Deformation (SPD) via ECAP is a process of increasing the superficial areas by the mechanical shearing force that welds the particles in low temperature. The consolidation of the titanium via ECAP is a way to produce fast, at room temperature and without controlled atmosphere. The SPD generated by the ECAP creates refined grains, leading to better ultimate tensile stress, Young modulus and hardness. Also, the process permits to produce the material without the potentially toxic elements.

This work investigates the effects of process parameters (number of passes and thermal treatment of the outside capsule that contains the titanium powder) on the properties of the consolidated material such as the flexure strength, apparent Young modulus, hardness and machinability.

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

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	1
1.1.	MOTIVAÇÃO.....	2
1.2.	OBJETIVOS	2
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1.	TITÂNIO	3
2.2.	SINTERIZAÇÃO.....	3
2.3.	DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA (DPS)	4
2.3.1.	EXTRUSÃO ANGULAR EM CANAL	4
2.4.	CONSOLIDAÇÃO VIA EAC.....	6
2.5.	ENSAIOS MECÂNICOS	7
2.5.1.	FLEXÃO EM TRÊS PONTOS	7
2.5.2.	USINABILIDADE.....	9
3.	METODOLOGIA	10
3.1.	MATERIAL.....	10
3.2.	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	10
3.3.	PROCEDIMENTO EAC.....	12
3.3.1.	MATRIZ, PUNÇÃO E PRENSA.....	12
3.3.2.	O ENSAIO EAC	13
3.4.	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	16
3.5.	ENSAIOS MECÂNICOS	17
3.5.1.	FLEXÃO.....	17
3.5.2.	ENSAIO DE DUREZA	18
3.6.	USINABILIDADE	19
4.	RESULTADOS	22
4.1.	PROPRIEDADES DOS TUBOS	22
4.2.	AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE	23
4.3.	CARGAS E VELOCIDADE.....	28
4.4.	MICROESTRUTURA	37
4.5.	TENSÃO DE RUPTURA E MÓDULO DE YOUNG APARENTE	38
4.6.	DUREZA	48

4.7.	USINABILIDADE	50
5.	DISCUSSÃO	54
5.1.	CARTUCHO	54
5.2.	HOMOGENEIDADE	54
5.3.	MICROESTRUTURA	54
5.4.	CARGA	55
5.5.	FLEXÃO	55
5.6.	DUREZA	56
5.7.	USINABILIDADE	57
5.8.	TRABALHOS FUTUROS	57
6.	CONCLUSÕES	58
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	59

LISTA DE FIGURAS

Figura 2-1 Representação esquemática da Extrusão Angular em Canal com a indicação a) dos ângulos de adoçamento do canal e de mudança de direção b) planos da amostra (adaptado VALIEV e LANGDON, 2006)	5
Figura 2-2 Processo de consolidação de pós de titânio via EAC (adaptado de HAOUAOUI, 2018)	6
Figura 2-3 Desenho esquemático da flexão	7
Figura 2-4 Círculo de Mohr amostra.....	8
Figura 3-1 Representação do cartucho	11
Figura 3-2 Corte longitudinal de um modelo da matriz utilizada.	12
Figura 3-3 a) Procedimento da rota C b) Cisalhamento do material de acordo com o número de passes N. (SEGAL, 1995)	14
Figura 3-4 Representação esquemática da matriz e dos eixos da amostra.	15
Figura 3-5 Exemplo do mapa de dureza sobre amostra.	19
Figura 4-1 Solda localizada na extremidade do tubo revelada por metalografia	22
Figura 4-2 Posições estudadas.....	22
Figura 4-3 Média da dureza Vickers de cada recozimento por posição.....	23
Figura 4-4 Posição do eixo x e z em relação à saída da matriz de EAC	24
Figura 4-5 Variação da dureza na direção transversal nas posições de Início, Centro e Final da amostra de cartucho como recebido de dois passes.	26
Figura 4-6 Variação da dureza na direção longitudinal nas posições de Inferior, Centro e Superior da amostra de cartucho como recebido de dois passes.....	26
Figura 4-7 Variação da dureza na direção transversal nas posições de Início, Centro e Final da amostra de cartucho recozido de dois passes.	27
Figura 4-8 Variação da dureza na direção longitudinal nas posições de Inferior, Centro e Superior da amostra de cartucho recozido de dois passes.....	27
Figura 4-9 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 1 como recebido	28
Figura 4-10 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 2 como recebido	29
Figura 4-11 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 3 como recebido	29
Figura 4-12 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 4 como recebido	30
Figura 4-13 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 1 recozido	30
Figura 4-14 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 2 recozido	31
Figura 4-15 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 3 recozido	31
Figura 4-16 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 4 recozido	32

Figura 4-17 Etapas do processo de EAC do ponto de vista da carga pelo deslocamento em centímetros.	33
Figura 4-18 Pressão por cada passagem para amostras de 1 a 4 passes e cartuchos como recebidos.	34
Figura 4-19 Pressão por cada passagem para amostras de 1 a 4 passes e cartuchos recozidos... ..	35
Figura 4-20 Pressão média realizada em cada amostra, recozidas (REC) e como recebidas (CR).	36
Figura 4-21 Metalografias do plano Y das amostras a) um passe como recebida, b) dois passes como recebida, c) três passes como recebida e d) quatro passes como recebida.	37
Figura 4-22 Gráfico Carga por deslocamento amostra CR2D.	38
Figura 4-23 Metalografia do eixo Y das fraturas de flexão para amostras como recebidas a) como recebidas um passe b) como recebidas três passes.	41
Figura 4-24 Metalografia do eixo Y das fraturas de flexão para amostras a) como recebidas quatro passes e b) recozido quatro passes.	41
Figura 4-25 Ângulos de fratura da amostra como recebida.	42
Figura 4-26 Ângulos de fratura da amostra recozida.	42
Figura 4-27 Tensão de ruptura das amostras como recebidas.....	43
Figura 4-28 Tensão de ruptura das amostras recozidas.....	44
Figura 4-29 Tensão de ruptura no plano das amostras como recebidas.....	44
Figura 4-30 Tensão de ruptura no plano das amostras recozidas.....	45
Figura 4-31 Módulo de Young das amostras como recebidas.....	46
Figura 4-32 Módulo de Young das amostras recozidas.....	46
Figura 4-33 Tensão de ruptura por passes para como recebido e recozido.....	47
Figura 4-34 Tensão de ruptura no plano por passes para como recebido e recozido.	48
Figura 4-35 Módulo de Young por passes para como recebido e recozido.	48
Figura 4-36 Média da dureza das amostras para cada passe e cartucho.....	50
Figura 4-37 Gráfico na força efetuada por cada eixo num pequeno intervalo de tempo em segundos da amostra de ECAP quatro passes recozidas sob avanço de 18 mm/min.	51
Figura 4-38 Força resultante em Newtons do processo completo do corte da amostra de ECAP quatro passes de cartucho recozido sob avanço de 18 mm/min.....	52
Figura 4-39 Média das forças resultantes da amostra de titânio puro e por EAC de quatro passes e cartuchos recozidos em velocidades de avanço crescente.....	53
Figura 4-40 Média das forças resultantes da amostra de titânio puro e por EAC de quatro passes e cartuchos recozidos em velocidades de avanço decrescentes.....	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 3-1 Composição do pó de titânio usado e dos valores máximos da norma ASTM.	10
Tabela 3-2 Deformações verdadeiras e de engenharia por passe na matriz utilizada	15
Tabela 3-3 Tabela de avanço e velocidade de avanço utilizadas no ensaio	20
Tabela 3-4 Composição química do titânio puro.	21
Tabela 3-5 Propriedades mecânicas titânio puro maciço.	21
Tabela 4-1 Dureza (HV10) por cada posição no eixo X e Y das amostras de Titânio 2 passes e cartucho como recebido.	24
Tabela 4-2 Dureza (HV10) por cada posição no eixo X e Y das amostras de Titânio 2 passes e cartucho recozido.	25
Tabela 4-3 Cargas dos procedimentos de EAC e em cada amostra.	34
Tabela 4-4 Resultados de Carga máxima, inclinação e r^2 das amostras recozidas à direita e como recebidas à esquerda, dois passes acima e 3 passes abaixo.	39
Tabela 4-5 Resultados do ensaio de flexão	40
Tabela 4-6 Resultados de tensão e módulo por passe	47
Tabela 4-7 Dureza dos corpos de prova.	49
Tabela 4-8 Média de dureza das amostras.	49

1. INTRODUÇÃO

A sociedade mundial tende ao envelhecimento e ao aumento da sua expectativa de vida atingindo, segundo o IBGE, a cifra de 25 milhões de idosos em 2020 (SECRETARIA DE DIREITOS HUMANOS, 2011). Com esse avanço, ocorre também, o avanço da indústria de próteses e implantes biomédicos que, segundo a *Markets and Markets*, deve crescer 7,2% até 2021, atingindo assim o valor de 12,3 bilhões de dólares (MARKETS AND MARKETS, 2016).

A remodelagem óssea depende em grande parte das propriedades mecânicas do implante e o alongamento da expectativa de vida leva a especificações em termos de biocompatibilidade química a longo prazo. A osteointegração é uma condição necessária da cicatrização óssea que depende da resistência à corrosão, resistência mecânica, ductilidade, qualidade da superfície e módulo de elasticidade próximo do ósseo (para cortical entre 20 e 30 GPa) (LAHEURTE, 2014).

Desta forma, as ligas de titânio processadas pela metalurgia do pó se posicionaram de maneira muito favorável nesse nicho do mercado. Suas vantagens vis-à-vis seus concorrentes são a obtenção de formas complexas, dispensando assim etapas de usinagem, resistência à corrosão, módulo de elasticidade equiparável com a óssea e controle da porosidade do material. (MULLEN, 2009)

Todavia, o processo de sinterização requer o uso de altas temperaturas por um longo período de tempo para o processamento do material. O titânio tem alto poder de oxidação o que demanda que a operação seja feita em atmosfera controlada, visando ao controle da formação de compostos prejudiciais às propriedades do material. Além do mais, para conferir propriedades mecânicas superiores ao material são adicionados elementos como

alumínio e vanádio à liga, elementos estes que são caracterizados como tóxicos pela medicina.

Este estudo aborda uma forma alternativa de consolidação de pós de titânio puro por meio da aplicação de uma Deformação Plástica Severa (DPS). A técnica de DPS utilizada é a Extrusão Angular em Canal (EAC) com o objetivo do refino de grão e consequentemente aumento da resistência mecânica. Dessa forma o pó é submetido a grandes deformações cisalhantes promovendo a junção dessas partículas a partir da criação de novas superfícies.

1.1. MOTIVAÇÃO

A motivação do estudo foi a continuidade dos trabalhos iniciados por SILVA (2016) visando o desenvolvimento de um procedimento de obtenção de amostras de pós consolidados com dimensões adequadas à medidas de propriedades mecânicas e fabricação de protótipos de implantes cirúrgicos.

1.2. OBJETIVOS

Análise de viabilidade do processo de consolidação de pós de titânio via Extrusão Angular em Canal visando sua aplicação na indústria biomédica de implantes e de sua usinabilidade. Assim como a influência de alguns parâmetros do processamento nas propriedades do material.

- a) Estudo da influência do recozimento do cartucho.
- b) Estudo comparativo de suas propriedades mecânicas.
- c) Estudo comparativo da usinabilidade do material.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. TITÂNIO

A alta resistência mecânica em tração em conjunto com a baixa densidade foi a relação que trouxe a atenção às ligas de titânio, principalmente no desenvolvimento de ligas de titânio de alta resistência. As ligas de titânio apresentam geralmente uma boa resistência à fadiga: limite de fadiga e carga de ruptura. E também chamam atenção sua resistência à propagação de trincas e corrosão sobre tensão (DE GÉLAS, 1976).

As pesquisas da área biomédica que visam o desenvolvimento de novos materiais para a aplicação em implantes estão pautadas no desenvolvimento de ligas com o módulo de elasticidade comparável com o ósseo, tendo em vista que um módulo superior leva à perda por não uso da estrutura óssea. Dessa forma, há uma interação mais eficiente do implante com o osso humano (PILLIAR, 1984).

2.2. SINTERIZAÇÃO

O processo mais utilizado para a consolidação de pós de titânio é a sinterização. Convencionalmente, a sinterização é definida como o processo termicamente ativado que visa à união das partículas em uma estrutura predominantemente sólida, através de transferência de massa por difusão atômica. O aquecimento do material previamente compactado e sobre uma atmosfera controlada cria o ambiente necessário para a difusão (BERNACHE-ASSOLLANT, 2005). Devido à rápida oxidação dos pós metálicos, o fator primordial na sinterização é a atmosfera protetora para mitigar ou prevenir as consequentes reações químicas.

2.3. DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA (DPS)

A Deformação Plástica Severa (DPS) é definida formalmente como sendo processos de produção os quais impõem uma tensão muito alta em um metal maciço sem uma significativa mudança em suas dimensões originais. Obtendo como resultado a produção de um material com um excepcional refino de grão (VALIEV e LANGDON, 2006).

Para a aplicação prática da DPS foi necessário o desenvolvimento de técnicas específicas que não levavam à redução da seção reta do material, já que processos convencionais de conformação mecânica não os permitiam (VALIEV e LANGDON, 2006).

As principais técnicas de DPS são: torção sob alta pressão, forjamento multidirecional, compressão e extrusão cíclica, planificação e corrugação repetitiva e extrusão angular em canal, sendo a última a mais promissora (VALIEV e LANGDON, 2006).

2.3.1. EXTRUSÃO ANGULAR EM CANAL

A Extrusão Angular em Canal (EAC) é uma das mais promissoras técnicas de DPS. Seu princípio básico de funcionamento consiste em pressionar um tarugo de bitola quadrada ou cilíndrica em um canal de matriz com seção reta constante contendo uma mudança descontínua de orientação. Ao atravessar o plano de interseção dos canais, o material é submetido a uma grande deformação cisalhante sem que a sua seção transversal seja alterada (SEGAL, 1995). Com a possível reintrodução repetida da amostra na matriz ocorre o acréscimo das deformações à cada passe. Como pode ser visto na Figura 2-1, a descontinuidade de θ no canal gera um cisalhamento no plano Y da amostra. A matriz

pode ser aquecida para facilitar o processo e ter sua temperatura controlada por um termopar.

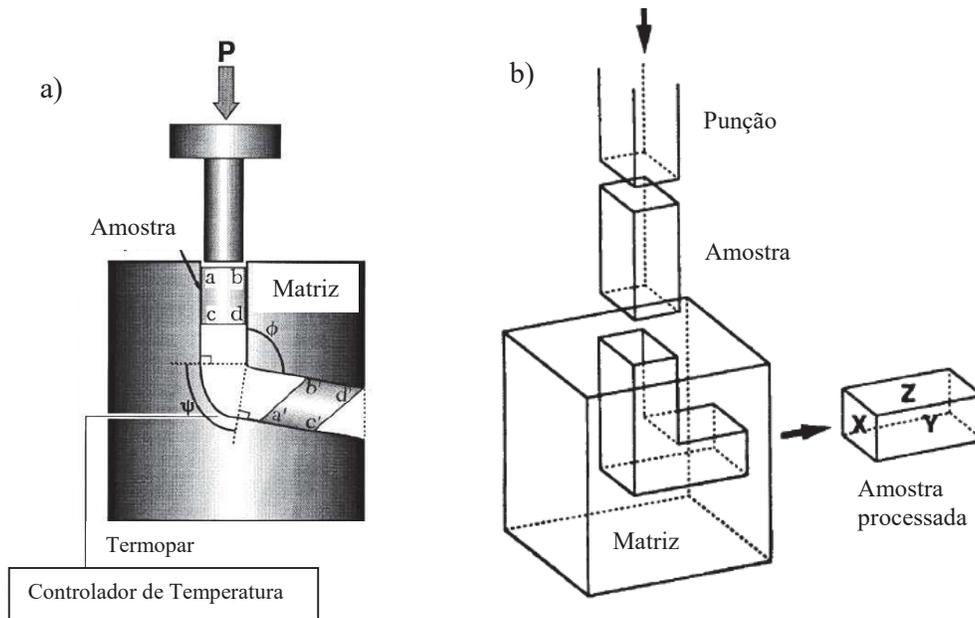


Figura 2-1 Representação esquemática da Extrusão Angular em Canal com a indicação dos a) ângulos de mudança de direção do canal (ϕ) e de adoçamento (ψ); b) planos da amostra (adaptado de VALIEV e LANGDON, 2006)

De acordo com a rota seguida para o processamento, os padrões de deformação associados se modificam, porque cada rota de processamento promove um sistema de deslizamento diferente na amostra. Logo, de acordo com a rota de deformação seguida, serão observados diferentes padrões nos planos X, Y e Z. (VALIEV e LANGDON, 2006)

Os planos utilizados no trabalho são definidos na Figura 2-1 b), o eixo X é paralelo a direção do canal de saída, o eixo Z é paralelo ao canal de entrada e o plano Y é o plano de cisalhamento do material.

A relação a seguir é estabelecida para o cálculo da deformação de uma amostra após 'n' passes e seus ângulos de adoçamento (ψ) e de mudança de direção (ϕ) definidos na Figura 2-1. (VALIEV, 2000)

$$\varepsilon = \frac{n}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \cos ec \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (2.1)$$

2.4. CONSOLIDAÇÃO VIA EAC

A deformação plástica severa causa um cisalhamento no pó compactado no interior do cartucho sob uma tensão compressiva moderada, causando uma exposição de superfície novas nas partículas de pó que por sua vez estão sob a tensão compressiva e geram uma boa ligação entre as partículas. Nessas condições, a ligação entre as partículas ocorre de maneira espontânea e sem a necessidade de altas temperaturas ou pressões (XIA, 2005). O processo pode ser realizado em altas temperaturas ou à temperatura ambiente sendo uma atraente forma de consolidação de pós (XIA, 2005). O processo de consolidação por EAC é mostrado na Figura 2-2.

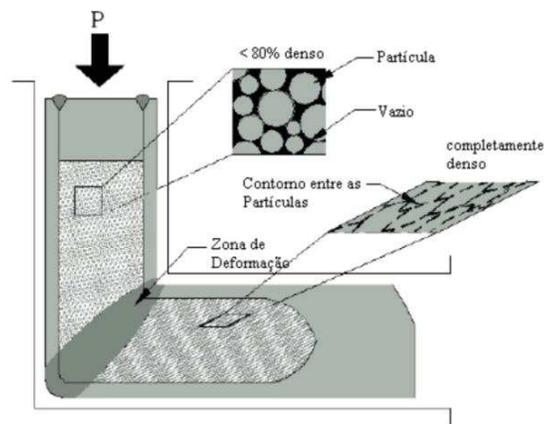


Figura 2-2 Processo de consolidação de pós de titânio via EAC (adaptado de HAOUAOUI, 2018)

O controle da oxidação durante o processo não é necessário devido à baixa temperatura do processo. No momento que as partículas atingem a zona de deformação, a camada de óxido é rompida, estabelecendo assim maior contato entre as partículas. A dureza, o

tamanho e formato das partículas são fatores essenciais do processo tendo em vista que interferem no deslizamento de uma partícula sobre a outra (XIA, 2005).

A aplicação de uma pressão no canal de saída da matriz para auxiliar o processo de consolidação do material é uma técnica também utilizada, chamada “*back pressure*” (VALIEV e LANGDON, 2006).

2.5. ENSAIOS MECÂNICOS

2.5.1. FLEXÃO EM TRÊS PONTOS

O teste de flexão é um teste destrutivo e estático utilizado neste estudo a fim de classificar mecanicamente o material obtido por EAC. O ensaio de flexão é geralmente utilizado para medir propriedades como o módulo de Young e resistência em flexão. (KRAWCZAK, 1999).

Na flexão em três pontos de uma amostra de seção retangular mede-se a carga necessária para a ruptura da amostra e calcula-se de acordo com a sua seção e distância dos pontos de apoio à tensão de ruptura do material, como mostrado na Figura 2-3. Pode-se também observar a disposição dos eixos em relação a amostra na Figura 2-3.

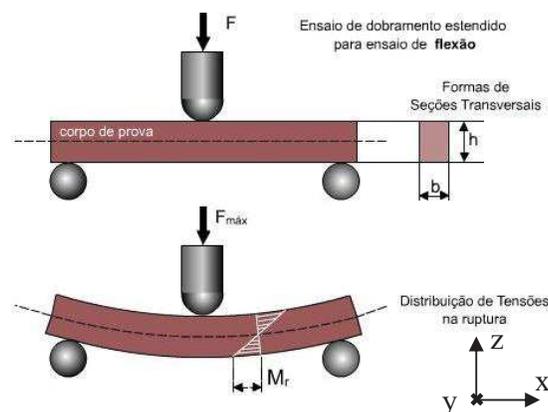


Figura 2-3 Representação esquemática do ensaio de flexão e indicação dos eixos da amostra.

O ensaio é realizado com base na norma ASTM B528, para o cálculo da tensão de ruptura de materiais provenientes da metalurgia do pó. De tal forma utiliza-se a fórmula:

$$\sigma_{RT} = \frac{3 F D}{2 l^2 e} \quad (2.2)$$

Sendo ‘F’ a carga de ruptura, ‘D’ a distância entre os apoios, ‘l’ a largura e ‘e’ a espessura. O teste foi realizado com uma velocidade constante de 1 mm/s. A tensão de ruptura é trativa e atua na superfície da face Z oposta à da aplicação da carga e sua direção é paralela a X.

A tensão normal (trativa) deve ser calculada dentro do plano de ruptura, de acordo com o círculo de Mohr, no caso do sistema estudado está representado na Figura 2-4. As tensões atuantes no plano de fratura do corpo de prova (na fratura) são de duas naturezas: tração e cisalhamento, sendo que somente a tração gera a fratura na flexão. A tração é uma sollicitação normal ao plano de fratura.

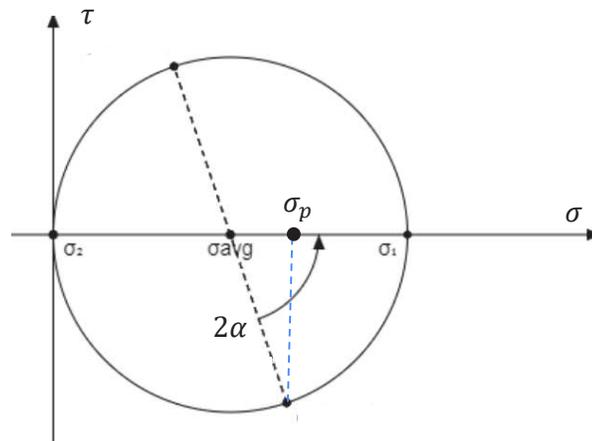


Figura 2-4 Círculo de Mohr amostra.

Sabendo que $\sigma_1 = \sigma_{RT}$ e que α é o ângulo de início da fratura. No círculo de Mohr o eixo τ representa as tensões cisalhantes e o eixo σ as tensões normais e para calcular as tensões trativas no plano de fratura, ou seja no plano que faz um ângulo α com o plano Z

inferior do corpo de prova. A equação 2.3 pode ser obtida para o cálculo da componente trativa que inicia a fratura (σ_p).

$$\sigma_p = \frac{\sigma_{RT}}{2}(1 + \cos(2\alpha)) \quad (2.3)$$

2.5.2. USINABILIDADE

A usinabilidade define a capacidade de um material de ser usinado, sendo uma medida baseada na comparação com um material de referência (geralmente um aço).

A micro usinagem tem como principal diferença a dimensão das ferramentas. Elas são de diâmetro igual ou inferior à 1 mm. O processo de corte é bastante imprevisível e é impossível verificar a quebra da ponta a olho nu. Com uma escala muito inferior o mecanismo de corte é diferente, a dimensão do raio de corte é comparável à espessura do material retirado. (CAMPOS, 2016)

A usinabilidade é calculada a partir da resultante das forças de corte. O conhecimento das forças de corte é fundamental para a otimização das ferramentas e é muito importante para evitar a instabilidade e a quebra da ferramenta, principalmente na micro usinagem onde as ferramentas são caras e facilmente danificáveis. Porém, a baixa usinabilidade em relação a um critério não significa necessariamente uma baixa usinabilidade em relação a outros critérios. (ARAUJO e CAMPOS, 2013)

A usinabilidade não possui uma definição direta, mas se baseia em fatores como a classificação do material usinado de ponto de vista metalúrgico, a geometria de aresta da ferramenta de corte e o material da ferramenta de corte (LEROY, 1984). Dentro da classificação metalúrgica do material é necessário considerar características tais como dureza, limite de ruptura e condutividade térmica.

3. METODOLOGIA

3.1. MATERIAL

O material utilizado para o experimento foi pó de titânio comercialmente puro no grau 2, conforme a norma ASTM F67-89. A Tabela 3-1 especifica a composição química da amostra utilizada em comparação aos máximos permitidos da norma ASTM.

Tabela 3-1 Composição do pó de titânio usado e dos valores máximos da norma ASTM.

Elemento	Fe (% em m)	O (% em m)	C (% em m)	N (% em m)	H (% em m)	Mn (% em m)
Pó de titânio grau 2	0,0189	0,097	0,018	0,517	0,0195	0,007
Norma ASTM (Grau 2)	0,3	0,25	0,1	0,03	0,15	-

3.2. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras de titânio foram preparadas, segundo o procedimento estabelecido por SILVA (2016), a partir de dez cartuchos posteriormente preenchidos com o pó de titânio e em seguida submetidos a extrusão angular em canal.

Para a observação dos efeitos do recozimento nas propriedades mecânicas a metade das amostras são recozidas e para a observação do efeito do número de passes nas propriedades, amostras com 1, 2, 3 e 4 passes são realizadas.

Foram utilizados para a confecção desses cartuchos dez tubos de aço inox austenítico ASTM 304 de seção quadrada interna de 10 mm de aresta, com o comprimento de aproximadamente 100 mm e espessura de 1 mm totalizando 12 mm de seção quadrada externa são utilizados. Os tubos são cortados nesse comprimento e a metade deles é

submetida a um recozimento a 1100°C por 4 minutos e a outra metade permanece como foi recebida.

Uma barra de seção quadrada de aço baixo carbono ASTM 1020 foi repartida, sendo uma para a tampa fixa de 35 mm com seção quadrada de 10 mm inserida na parte inferior e uma para tampa móvel (*plug* deslizante) de 25mm com seção quadrada de 9,8 mm na parte superior de cada tubo. O conjunto representado na Figura 3-1 composto de tubo, tampa e *plug* é chamado de cartucho. O cartucho é lixado para retirar as carepas do recozimento quando este é recozido.

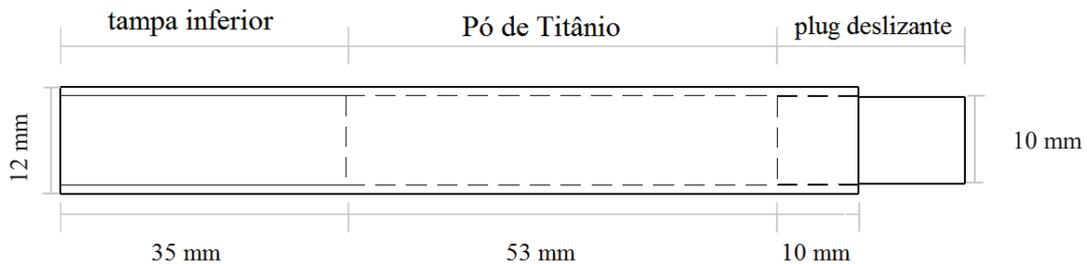


Figura 3-1 Representação do cartucho (Adaptado de SILVA (2016)).

Primeiramente, o pó de titânio é compactado dentro do cartucho em porções de dois gramas e comprimido por uma prensa manual até quatro toneladas por aproximadamente dois segundos. Este ciclo é feito até o pó de titânio compactado alcançar uma altura de aproximadamente 10 mm abaixo topo do cartucho.

Para reduzir o atrito, as amostras foram lubrificadas com MoS₂ e foram envoltas com uma fita de politetrafluoretileno (PTFE).

Foram preparadas 10 amostras sendo a metade com os tubos anteriormente recozidos, tendo de 1 a 4 passes para estudo das propriedades mecânicas e microestrutural, além de

duas amostras extras de 2 passes com o tubo recozido e com o tubo como recebido para o estudo da homogeneidade.

As amostras são identificadas por um código de tratamento do cartucho (recozido “REC” ou como recebido “CR”) seguido do número de passes.

3.3. PROCEDIMENTO EAC

3.3.1. MATRIZ, PUNÇÃO E PRENSA

A matriz é o bloco que foi usinado o canal por onde a amostra deve passar. A montagem é composta de três blocos e um punção sobre a mesa da prensa. Na parte superior da matriz se encontra a guia que tem papel de guiar o punção por dentro do canal, deslocando assim a amostra. Abaixo da guia de 14 cm há um bloco circular que possui ao centro um canal de sessão quadrada de dimensão 12,7 mm. Na parte inferior da matriz ocorre a descontinuidade do canal, o punção faz a amostra dentro do canal percorrer o caminho entre os dois blocos até sua saída. Assim como é ilustrado na figura abaixo.

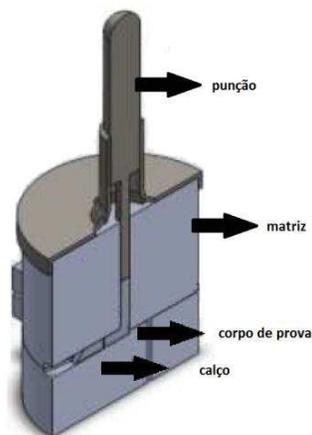


Figura 3-2 Corte longitudinal de um modelo da matriz utilizada.

Com intuito de manter uma pressão hidrostática que proporcione uma tensão uniforme na amostra faz-se necessária uma força contrária ao movimento. Um detalhe muito importante na geometria da matriz é que existe um ligeiro estreitamento na saída da matriz que eleva as cargas necessárias para o deslocamento da amostra pelo canal.

Na literatura essa pressão contrária ao movimento de EAC é conhecida como “*back pressure*” (VALIEV e LANGDON, 2006). Para favorecer a uniformidade das amostras passadas, independentemente da sua ordem de passagem, um calço de aço 1020 é introduzido antes de cada passagem de amostra. O calço tem a mesma forma geométrica das amostras e se utiliza da mesma lubrificação. O calço também tem o papel de retirar a amostra do canal quando ela for a última amostra.

A matriz está equipada com um mecanismo de aquecimento que possibilita ajustar sua temperatura e mantê-la constante durante o procedimento. A temperatura da matriz é controlada por termopares que acionam as resistências para o aquecimento da matriz. A matriz é coberta por uma manta térmica para evitar a perda excessiva de calor para o ambiente.

A prensa utilizada possui um motor com inversor para variar a velocidade e permitir o movimento reverso. Uma régua é posta para medir o deslocamento e um manômetro incluso na máquina para medir sua carga de trabalho.

3.3.2. O ENSAIO EAC

A rota utilizada entre os passes é a C, na qual a amostra é girada de 180° em torno do eixo longitudinal, depois de cada passe e é reinserida. Esta rota possibilita as partículas de pó não apresentarem direcionalidade nos passes pares, assim como pode ser visto na Figura 3-3. A rota C é a utilizada, pois forma estruturas de partícula de pó uniformes e sem direcionalidade e uma textura especial para os passes pares. Uma forte textura é

formada pelo rearranjo dos sistemas cristalográficos de fácil deslizamento ao longo do plano (e direção) de cisalhamento após múltiplos passes nessa rota (SEGAL, 1995).

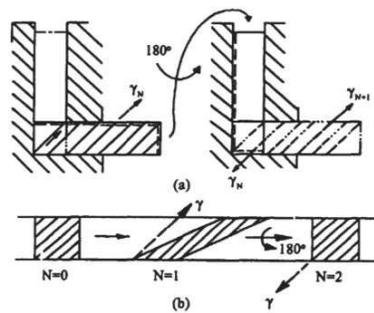


Figura 3-3 a) Procedimento da rota C b) Cisalhamento do material de acordo com o número de passes N. (SEGAL, 1995)

O ensaio foi realizado à 375°C, abaixo da temperatura de recristalização do titânio comercialmente puro de grau 2 de 600°C (HAYASHI, 1994). As amostras foram aquecidas dentro da matriz antes do ensaio por 10 minutos.

Os dados de carga e deslocamento foram registrados por uma câmera digital captando o manômetro da prensa e uma régua acoplada ao sistema. Os dados foram analisados manualmente utilizando as imagens gravadas.

Os ângulos da matriz são ($\psi = 20^\circ$ e $\phi = 90^\circ$). Desta forma, pode-se calcular a deformação em cada passe pela equação 2.1, obtendo assim para cada passe as deformações verdadeiras e deformações de engenharia os resultados da Tabela 3-2. As deformações de engenharia são os alongamentos percentuais a partir da dimensão inicial da amostra, elas demonstram quão elevadas seriam essas deformações caso fossem obtidas por outros processos mecânicos.

Tabela 3-2 Deformações verdadeiras e de engenharia por passe na matriz utilizada

N	ε	$\Delta l\%$
1	1.05	187%
2	2.11	724%
3	3.16	2266%
4	4.22	6691%

O período mínimo entre dois ensaios é de 15 minutos e os eixos utilizados no teste seguem a convenção definida na Figura 3-4.

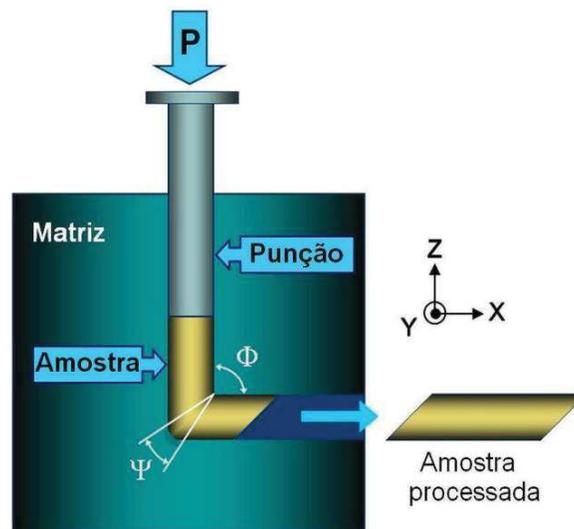


Figura 3-4 Representação esquemática da matriz e dos eixos da amostra.

As cargas de extrusão são outro fator importante a serem elucidadas durante o processo. Elas são de extrema importância para se comparar o processo mecânico que ocorre na amostra com outros ensaios da literatura. Esta carga corresponde à pressão hidrostática no interior do canal e seu valor é geralmente utilizado como comparação com o valor da "Back pressure" aplicada em outros trabalhos da literatura.

A captação dos dados da carga do processo foi obtida através da filmagem do manômetro e de uma régua paralela ao movimento durante o ensaio. Esses dados foram retirados manualmente por uma amostragem de 2 em 2 segundos da filmagem. A velocidade é constante durante o processo e pode ser observada pelo deslocamento da régua pelo tempo de filmagem.

3.4. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A preparação que antecedeu a observação metalográfica seguiu os seguintes passos:

- i. Preparação das seções de interesse nas laterais (plano y) do corpo de prova EAC de flexão;
- ii. Embutimento em baquelite devido seu pequeno tamanho;
- iii. Lixamento com lixas de granulometria de 100 a 1000 μm ;
- iv. Polimento com pasta de diamante de granulometria de 6 a 1 μm ;
- v. Ataque metalográfico com solução de ácido nítrico (7,4% v/v), ácido fluorídrico (0,7% v/v) e água (91,9% v/v) por um tempo de aproximadamente 20 segundos para revelar a estrutura.

Para a caracterização da microestrutura das amostras consolidadas por EAC foram obtidas imagens por microscopia ótica, com um microscópio Olympus BX60M do laboratório de Processamento Termomecânico e Biomateriais do PEMM/UFRJ (TERMIC), utilizando os aumentos de 50x à 1000x.

3.5. ENSAIOS MECÂNICOS

3.5.1. FLEXÃO

O ensaio de flexão é realizado em quatro corpos de prova para cada passe de EAC e para cada condição do cartucho (CR ou REC), totalizando 32 corpos de prova no total. Eles foram retirados da parte mais central da amostra EAC e foram usinados com as dimensões de 4 mm de largura na direção Y da amostra de EAC, 2mm de espessura na direção Z da amostra de EAC e 10 mm de comprimento na direção X da amostra de EAC. Os corpos de prova são identificados pelo código da amostra seguidos por uma letra de A até D.

O dispositivo de flexão em três pontos tem como distância entre os apoios da base inferior 7,9 mm e a aplicação da carga localiza-se no centro desses roletes, como pode ser visto na Figura 2-3. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Aulas Práticas do PEMM/UFRJ na máquina INSTRON 33R 5567.

Para o cálculo das tensões de rupturas pela norma já descrita (ASTM B528) são utilizadas as equações de ruptura e de ruptura no plano expressas respectivamente nas equações 2.2 e 2.3.

O módulo de Young também foi determinado. Trata-se de um módulo aparente, pois não foi utilizado extensômetro nos ensaios. O seu valor, apesar de inferior ao valor correto, serve para estimar o grau de consolidação das amostras. Para o cálculo deste módulo foi estipulada uma carga a partir do qual o gráfico carga por deslocamento é linear. Esta carga se encontra entre 300 e 500 N. Para a inclinação desta reta (dN/dmm), utiliza-se a fórmula:

$$E = \frac{dN}{dmm} \frac{D^3}{4 l e^3} \quad (3.1)$$

3.5.2. ENSAIO DE DUREZA

Os ensaios de dureza foram realizados segundo a norma ASTM E384-11 em um durômetro IDENTEC do Laboratório de Propriedades Mecânicas do PEMM/UFRJ, utilizando um penetrador de diamante com a ponta piramidal a uma carga de 10 kgf durante 25 segundos para a malha de dureza, 3 kgf durante 25 segundos para o tubo do cartucho e 30 kgf durante 15 segundos para os corpos de prova de flexão. O motivo de diferentes cargas foi o penetrador estar danificado em sua aresta e o defeito em alguns casos ser visível para cargas maiores.

Medidas de dureza foram empregadas para avaliar a homogeneidade do material consolidado. Para este fim, foi obtido um mapa de endentações no plano Y de duas amostras selecionadas. O eixo X foi dividido em cinco colunas com 7 mm entre elas e o eixo Z dividido em cinco linhas com 2 mm entre elas, com exceção da coluna do meio, que tem nove com 1 mm entre elas, como esquematizado na Fig. 3-5. O plano Y é aquele onde o cisalhamento do material pode ser melhor observado.

As amostras foram cortadas por um disco de corte adiamantado do Laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos – LSMC da COPPE/UFRJ no seu centro e paralelo ao plano Y da amostra. Após o corte as amostras foram lixadas da granulometria 100 até a 1000 para facilitar a visualização e medida das durezas. O mapa de dureza é o mais centrado possível do material de titânio e tem uma margem de no mínimo 1 milímetro da borda do titânio, procurando se utilizar da maior área possível. Para esse teste foi escolhido duas amostras de dois passes sendo que uma que teve inicialmente seu tubo recozido e outra que não sofreu nenhum tipo de tratamento térmico.

uma placa de aquisição da National Instruments, NI USB-6551, e o programa de aquisição de dados empregado foi o LabView Signal Express 2012.

A ferramenta aplicada foi uma fresa de diâmetro (d) 0,5 mm e dois dentes ($z = 2$), que leva o motor faz uma rotação (n) de 18000 rpm. Para isto, fórmula de velocidade de avanço e velocidade de corte foi:

$$V_f = f n z \quad (3.3)$$

$$V_c = \pi d n / 1000 \quad (3.4)$$

Logo, a velocidade de corte é igual à 28,3 m/min e as relações de avanços e das velocidades de avanço que são utilizadas no ensaio são expostas na Tabela 3-3:

Tabela 3-3 Tabela de avanço e velocidade de avanço utilizadas no ensaio

f ($\mu\text{m}/\text{dente}$)	V_f (mm/min)
0,5	18
1	36
1,5	54
2	72
2,5	90
3	108
3,5	126
4	144

Os testes foram realizados com a mesma ferramenta para cada série de avanço e duas séries de avanço foram utilizadas para cada material, uma série crescente e outra decrescente.

Uma amostra de 40 rotações da ferramenta foi utilizada para a coleta dos dados. A amostragem foi feita com a frequência de aquisição de 40000 Hz. A força resultante de corte foi calculada utilizando as forças em cada eixo pela seguinte fórmula:

$$F_r = \sqrt{F_x^2 + F_y^2 + F_z^2} \quad (3.5)$$

Os resultados são comparativos em relação ao titânio puro maciço e sinterizado de acordo com a norma ASTM B-265-05/ASME SB-265-04. O pó de titânio é de grau 2 (de

acordo com a norma ASTM F-67-00) e está no estado recozido. Sua composição química e a comparação com a norma estão expostas na Tabela 3-4.

Tabela 3-4 Composição química do titânio puro.

Elemento	Fe (% em m)	O (% em m)	C (% em m)	N (% em m)	H (% em m)
Placa grau 2	0,103	0,147	0,006	0,003	0,0039
Norma ASTM (Grau 2)	0,3	0,25	0,1	0,03	0,15

Dois ensaios de dureza foram realizados para a futura comparação. Seus resultados são representados na Tabela 3-5 junto aos dados da ficha técnica do fornecedor. Os valores de Tensão máxima de ruptura, limite de elasticidade 0,2% e alongamento foram retirados da ficha técnica do fabricante McMaster-Carr (*Heat number*: W64B e Lote: 163754) e o teste de dureza foi realizado segundo a norma ASTM E92 em um durômetro IDENTEC do Laboratório de Propriedades Mecânicas do PEMM/UFRJ:

Tabela 3-5 Propriedades mecânicas titânio puro maciço.

Tensão máxima de ruptura	536 MPa
Limite de elasticidade 0,2%	384 MPa
Alongamento	27%
Dureza (HV30)	167,9

4. RESULTADOS

4.1. PROPRIEDADES DOS TUBOS

Para a análise do resultado do recozimento do tubo, uma série de testes de dureza foram realizados nos cartuchos como estes recebidos e também após os recozimentos.

De tal forma, durezas Vickers (HV3) e metalografias foram realizadas em uma série de pontos no tubo, visando também conhecer a natureza do tubo, como por exemplo a posição da solda. As soldas foram reveladas pela metalografia como mostra a Figura 4-1. Elas se localizam em um dos cantos do tubo.

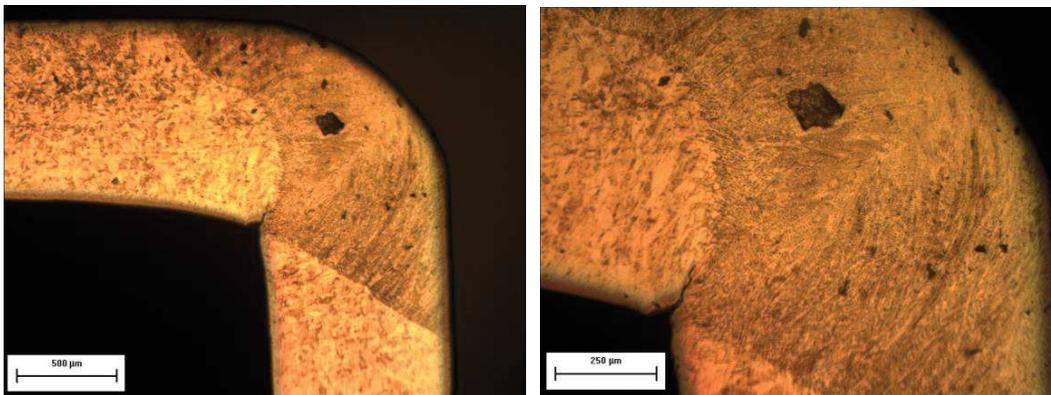


Figura 4-1 Solda localizada na extremidade do tubo revelada por metalografia

Neste intuito, o tubo foi analisado por micrografia e separado em quatro partes como mostra a Figura 4-2:

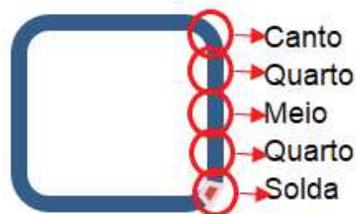


Figura 4-2 Posições estudadas

Foram testados três processos de recozimento diferentes:

1. Recozimento à 1075°C por 4 minutos
2. Recozimento à 1100°C por 2 minutos
3. Recozimento à 1100°C por 4 minutos

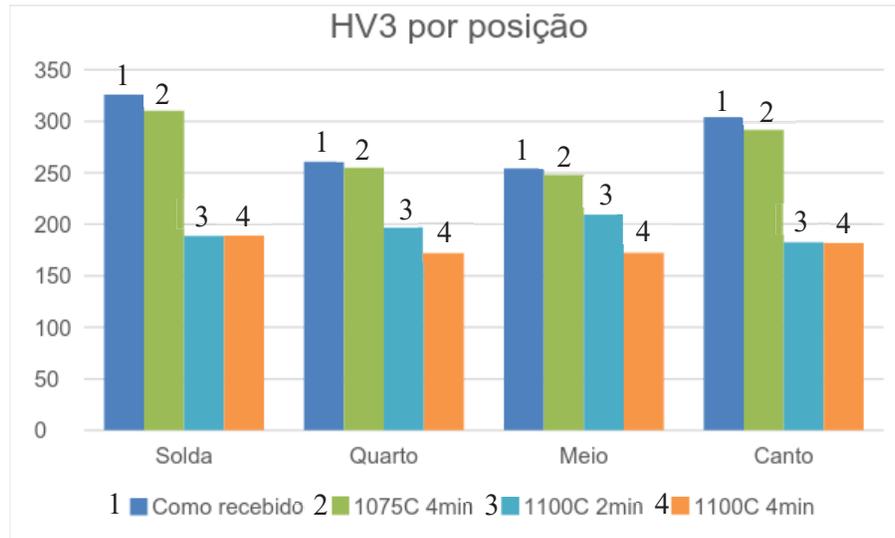


Figura 4-3 Média da dureza Vickers de cada recozimento por posição

O resultado da Figura 4-3 mostra que o recozimento de 4 minutos e 1100°C é o mais efetivo. E ele foi escolhido como sendo o processo de recozimento por apresentar boa resposta microestrutural e não iniciar elevado processo de formação de carepas ou qualquer outro problema. A partir deste momento, todas as menções à amostra recozida foram realizadas à 1100°C e 4 minutos.

4.2. AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE

Na tabela subsequente observa-se as durezas HV10 da amostra de titânio em cartucho como recebido e dois passes com o uso do sistema de mapeamento dos eixos X e Z já marcados sobre o material. As posições no eixo X e Z são dadas em milímetros e representam sua posição a partir do eixo inferior elucidado na Figura 4-4 assim como as

posições de início, fim, superior e inferior que são usadas para a figura do gráfico que será feito com estes dados.

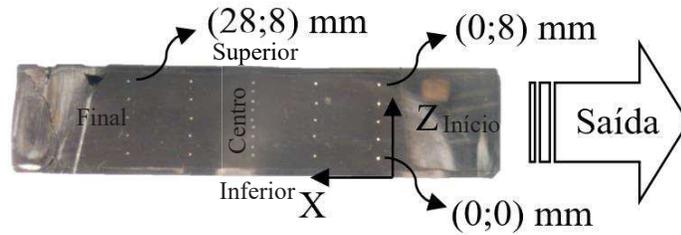


Figura 4-4 Posição do eixo X e Z em relação à saída da matriz de EAC

As durezas obtidas em cada ponto da amostra com cartucho como recebido são mostradas na Tabela 4-1.

Tabela 4-1 Dureza (HV10) por cada posição no eixo X e Y das amostras de Titânio 2 passes e cartucho como recebido.

Eixo Z \ Eixo X	0 mm	1 mm	2 mm	3 mm	4 mm	5 mm	6 mm	7 mm	8 mm	Média
0 mm	338		343		362		346		345	347
7 mm	341		369		353		353		352	354
14 mm	344	361	355	379	365	383	353	354	366	362
21 mm	355		363		359		352		344	355
28 mm	334		353		353		344		352	347
Média	342	361	357	379	358	383	350	354	352	354

Da mesma forma obtém-se os resultados para a amostra de titânio em cartucho recozido e dois passes como na

Tabela 4-2.

Tabela 4-2 Dureza (HV10) por cada posição no eixo X e Y das amostras de Titânio 2 passes e cartucho recozido.

Eixo X \ Eixo Z	0	1	2	3	4	5	6	7	8	Média
	mm									
0 mm	349		354		359		358		355	355
7 mm	362		357		371		360		368	364
14 mm	360	375	361	357	351	350	358	353	355	358
21 mm	352		351		357		370		362	358
28 mm	351		339		359		363		355	354
Média	355	375	352	357	359	350	362	353	359	358

Assim, a média do resultado de dureza das duas amostras e o desvio padrão são:

$$\text{Como recebido: } HV_{10} = 354 \pm 11$$

$$\text{Recozido: } HV_{10} = 358 \pm 7$$

Para o longo do eixo X e Y das amostras como recebidas (CR) e recozidas (REC) compara-se a dureza de diferentes localidades na amostra, obtendo assim a Figura 4-5, Figura 4-6, Figura 4-7 e Figura 4-8:

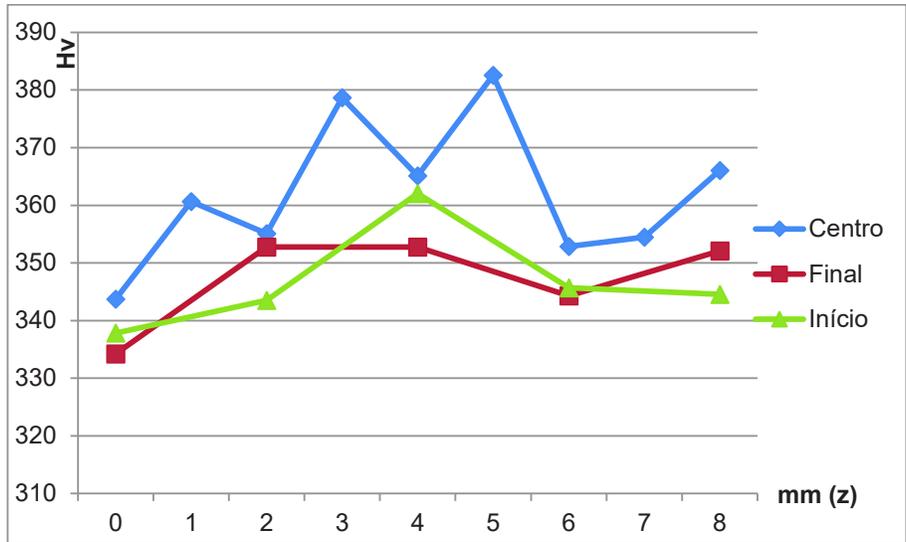


Figura 4-5 Variação da dureza na direção transversal nas posições de Início, Centro e Final da amostra de cartucho como recebido de dois passes.

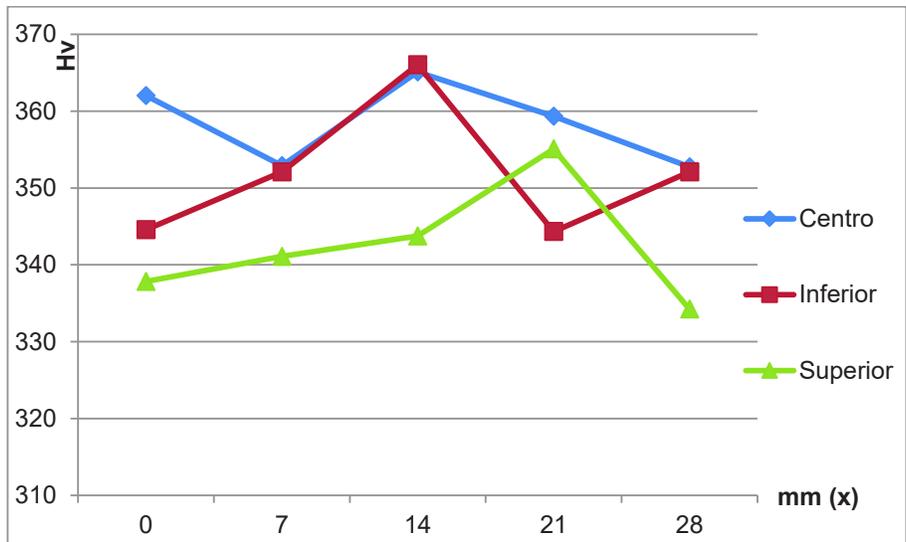


Figura 4-6 Variação da dureza na direção longitudinal nas posições de Inferior, Centro e Superior da amostra de cartucho como recebido de dois passes.

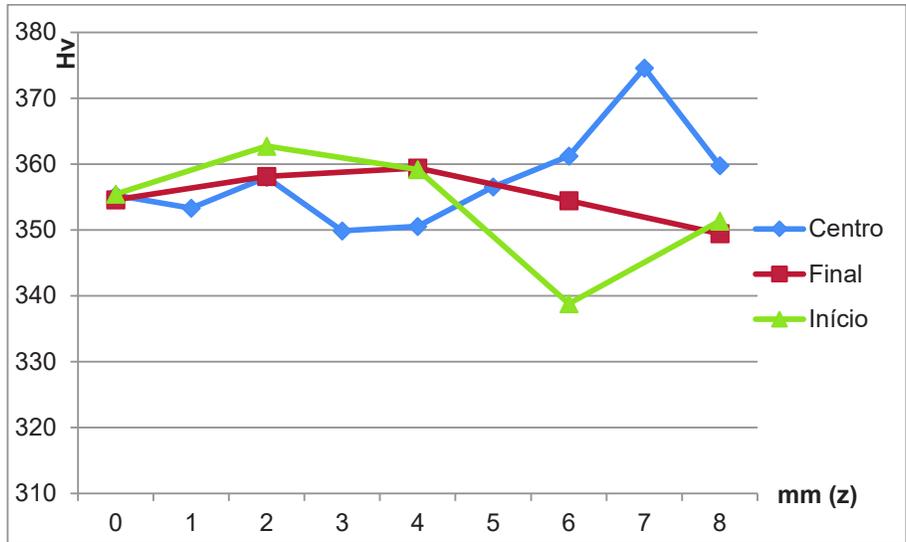


Figura 4-7 Variação da dureza na direção transversal nas posições de Início, Centro e Final da amostra de cartucho recozido de dois passes.

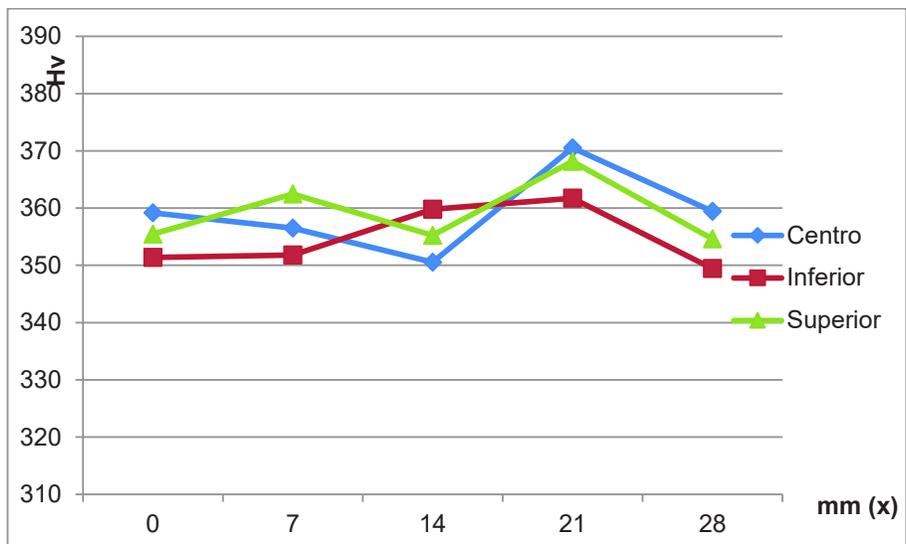


Figura 4-8 Variação da dureza na direção longitudinal nas posições de Inferior, Centro e Superior da amostra de cartucho recozido de dois passes.

4.3. CARGA E VELOCIDADE

A relação entre o deslocamento em centímetros do punção e carga em toneladas e a relação entre o deslocamento ao tempo em segundos são descritas na Figura 4-9 à Figura 4-16, com a demarcação entre cada parte da amostra que passa pela extrusão.

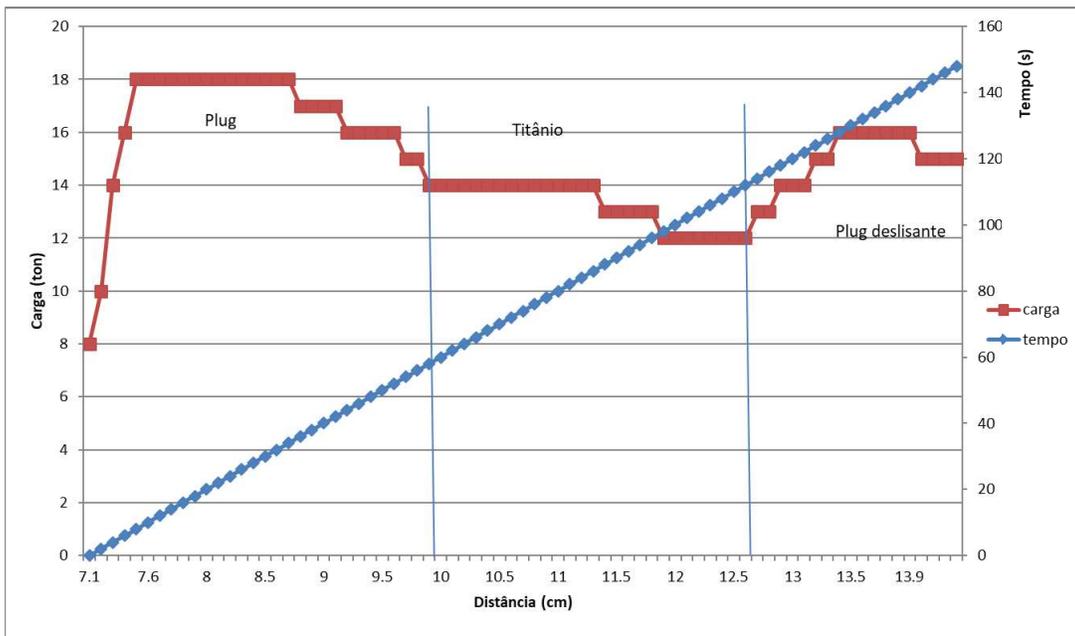


Figura 4-9 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 1 como recebido

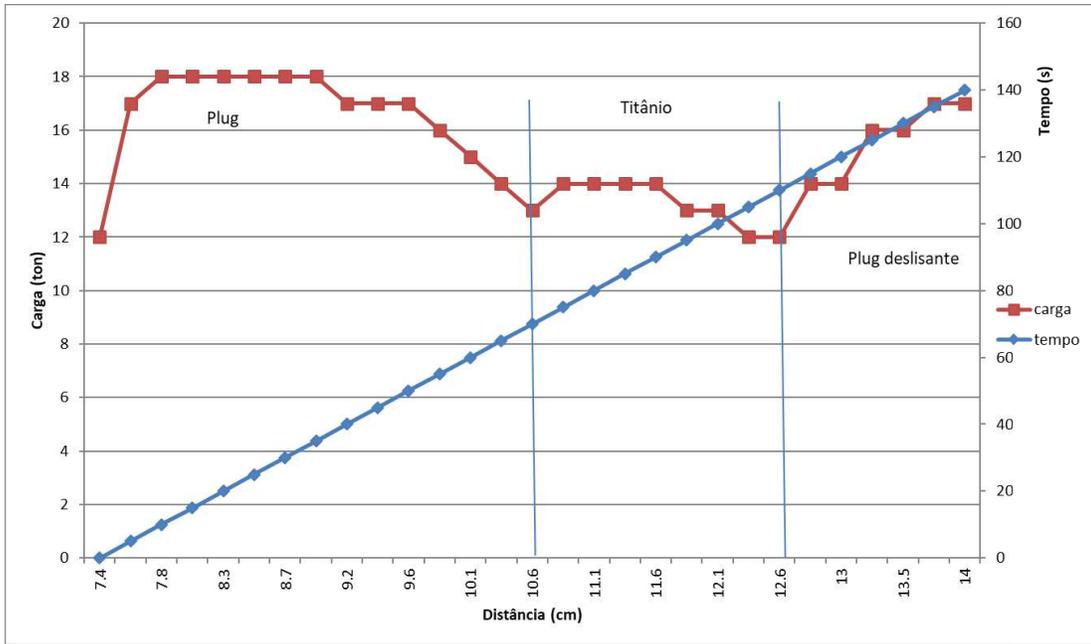


Figura 4-10 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 2 como recebido

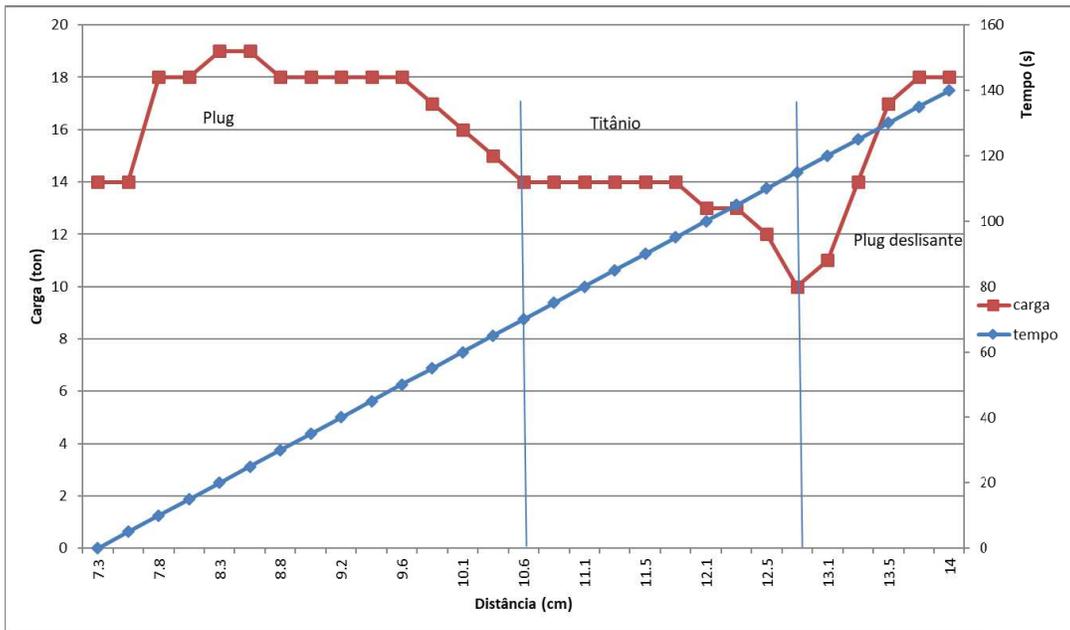


Figura 4-11 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 3 como recebido

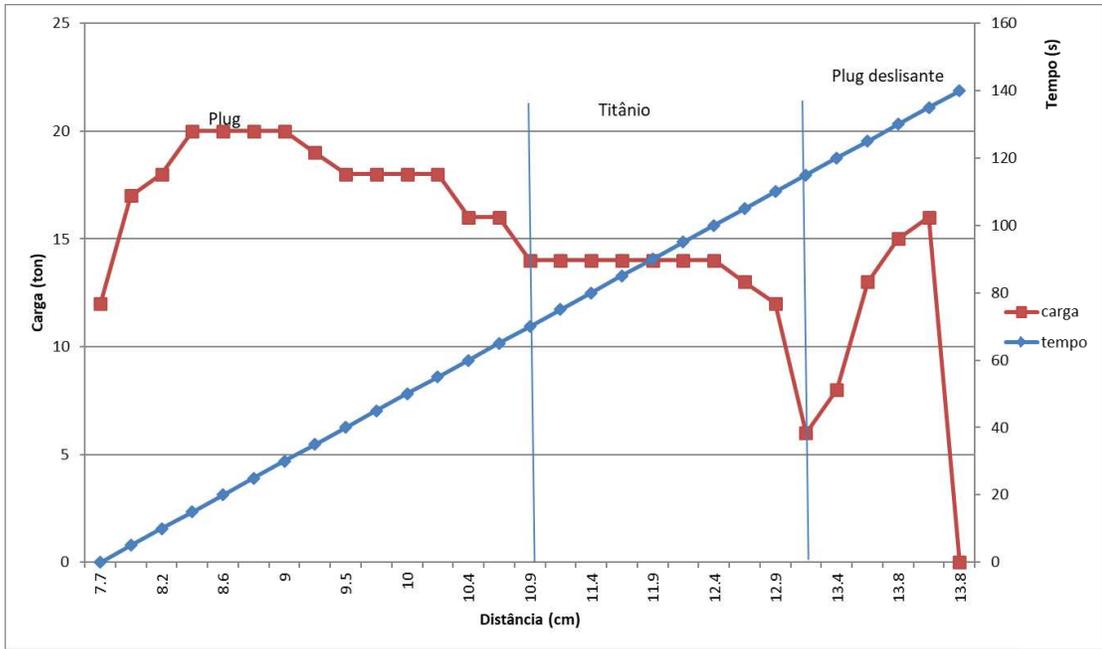


Figura 4-12 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 4 como recebido

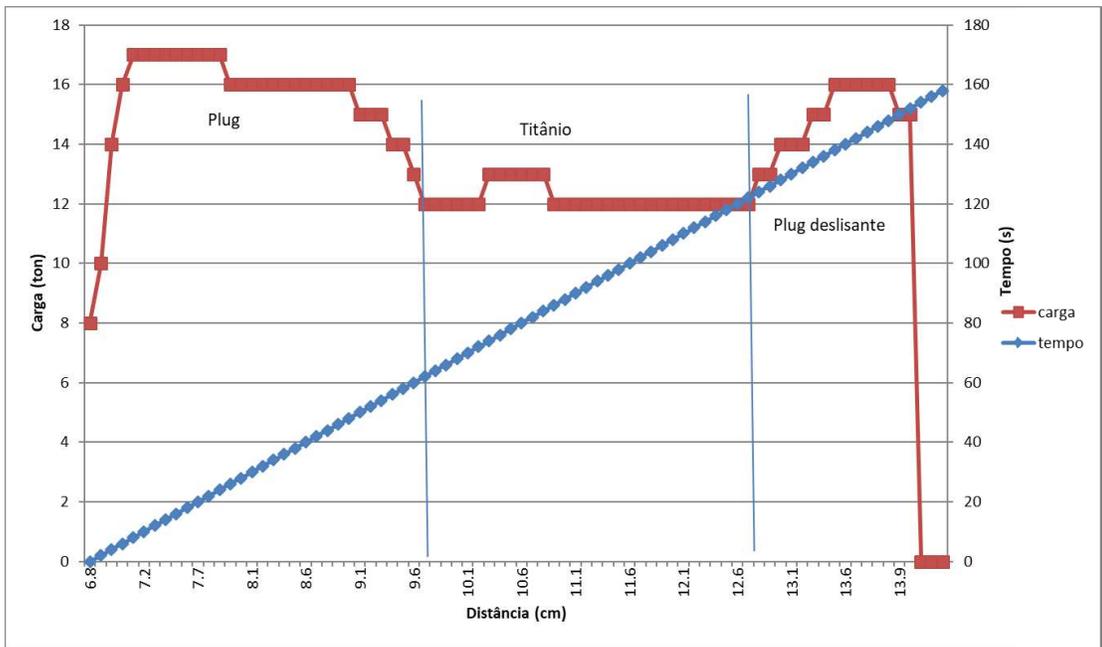


Figura 4-13 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 1 recozido

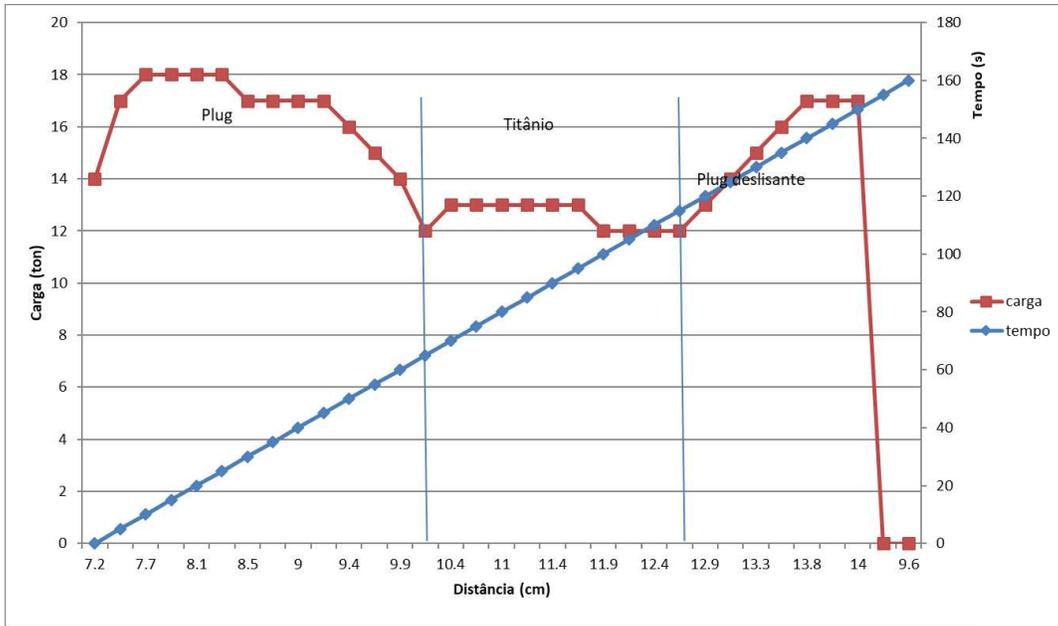


Figura 4-14 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 2 recozido

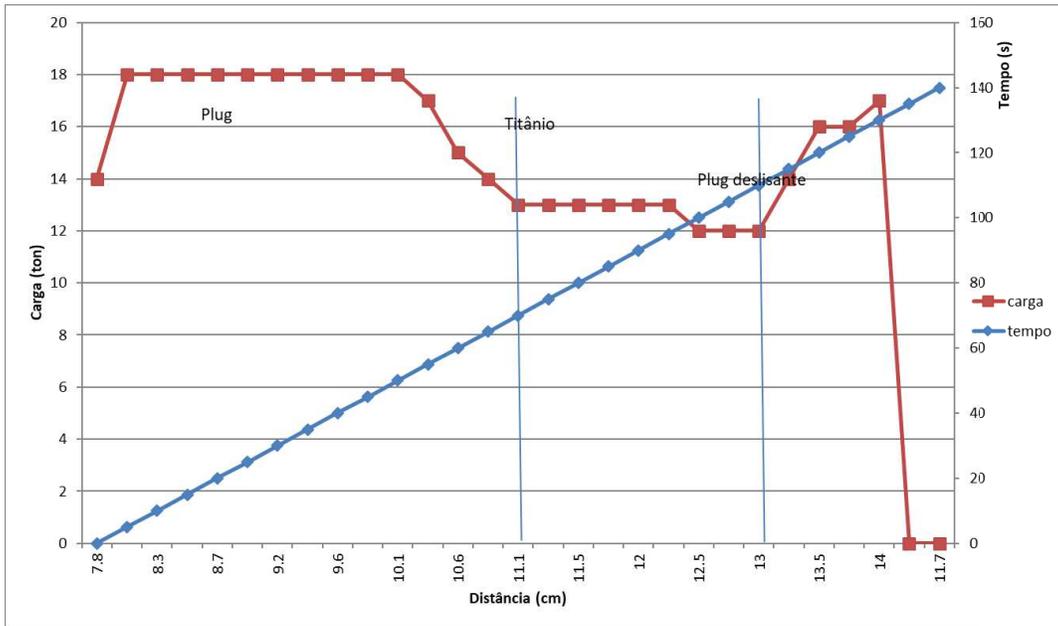


Figura 4-15 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 3 recozido

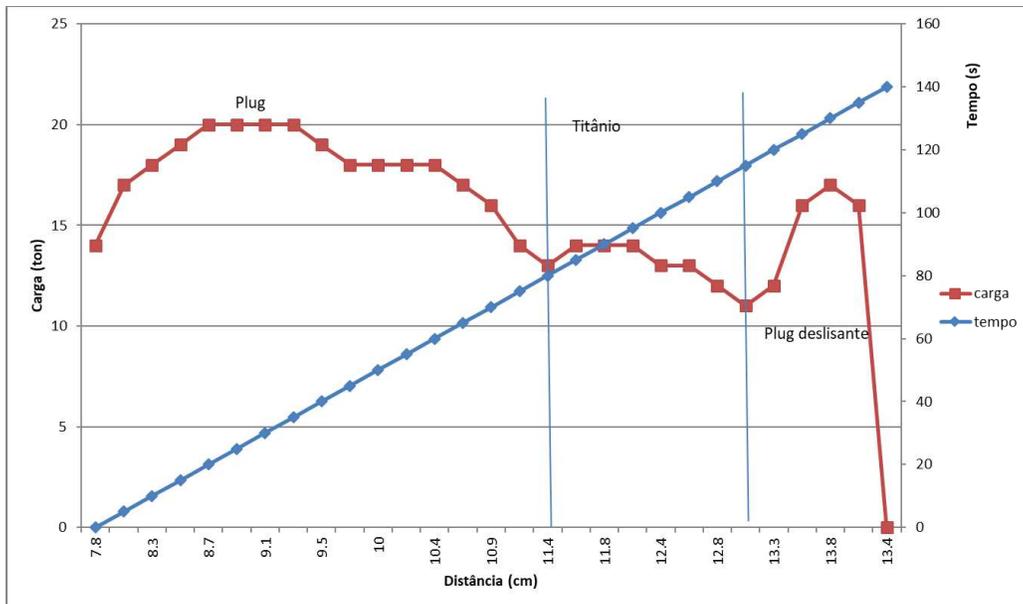


Figura 4-16 Gráfico carga e tempo por deslocamento passe 4 recozido

A velocidade do processo foi de 0,5 mm/min para todos os ensaios efetuados, confirmando os parâmetros iniciais do próprio processo programado no motor da máquina. Como é observado existe um máximo inicial, um vale e outro aumento no fim, desta forma a parte que foi do trabalho sobre o titânio pode ser definida. Desta forma, primeiramente ocorre a passagem do *plug* de aço, que necessita de maior carga, seguido do titânio e do *plug* deslizante superior. Logo, o espaço entre a primeira queda e a subida pode ser utilizado para o cálculo da carga média de cada procedimento. A posição máxima alcançada pela guia do punção da EAC é de 14 centímetros e a amostra geralmente começa a passar pelo canal por volta de 7 centímetros da guia. Desta forma, a distância percorrida pelo punção durante um ensaio é por volta de 7 centímetros.

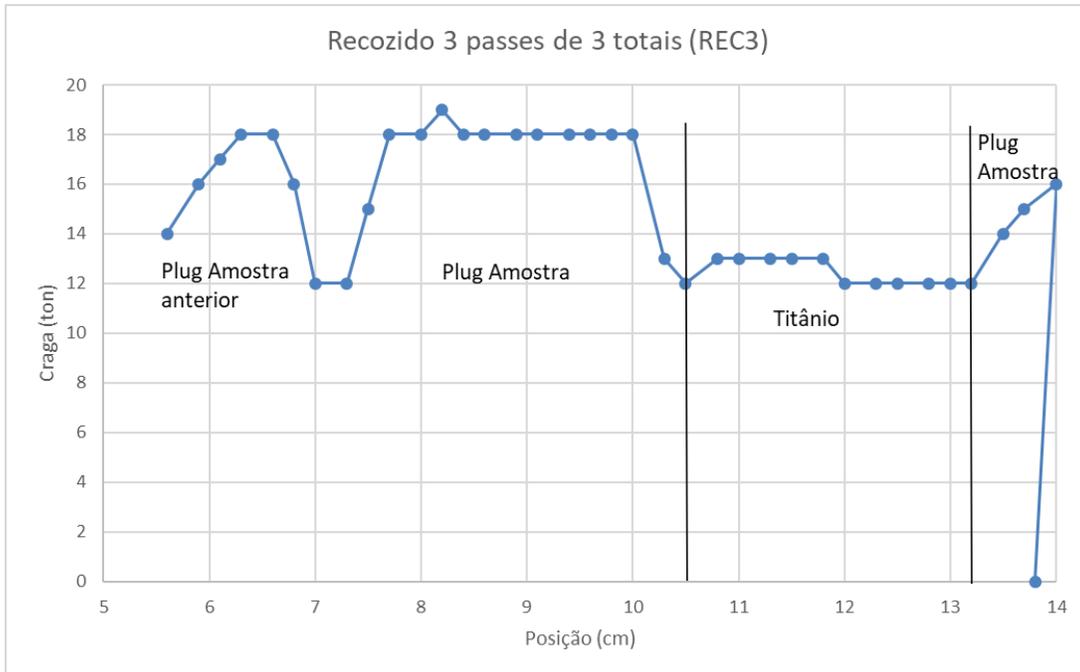


Figura 4-17 Etapas do processo de EAC do ponto de vista da carga pelo deslocamento em centímetros.

Sendo assim, pode-se calcular a média da carga no trecho correspondente ao titânio em um procedimento, a média em todos os procedimentos de uma amostra. Então, com o valor da seção quadrada do canal de 12,7 mm de aresta a pressão de extrusão pode ser calculada.

Tabela 4-3 Cargas dos procedimentos de EAC e em cada amostra.

Como recebido	Processo		Recozido	Processo	
	nº passe	P Média (MPa)		nº passes	P Média (MPa)
1 Passe	1	845	1 Passe	1	736
2 Passes	1	814	2 Passes	1	742
	2	856		2	760
3 Passes	1	779	3 Passes	1	737
	2	848		2	779
	3	807		3	755
4 Passes	1	809	4 Passes	1	730
	2	803		2	755
	3	803		3	772
	4	784		4	790

Como a amostra de um passe passa uma vez na matriz, a de dois passes passa duas vezes e assim por diante. As pressões médias de cada passagem calculadas para cada passagem podem ser mostradas de tal forma:

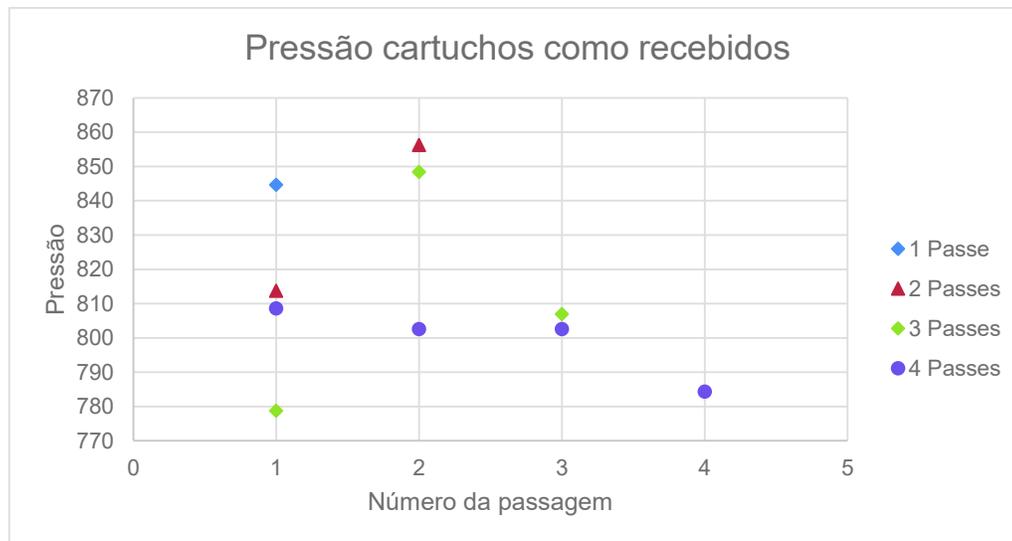


Figura 4-18 Pressão por cada passagem para amostras de 1 a 4 passes e cartuchos como recebidos.

Para as amostras com cartuchos como recebidos nota-se uma diminuição das pressões com o aumento do número de passes na Figura 4-18.

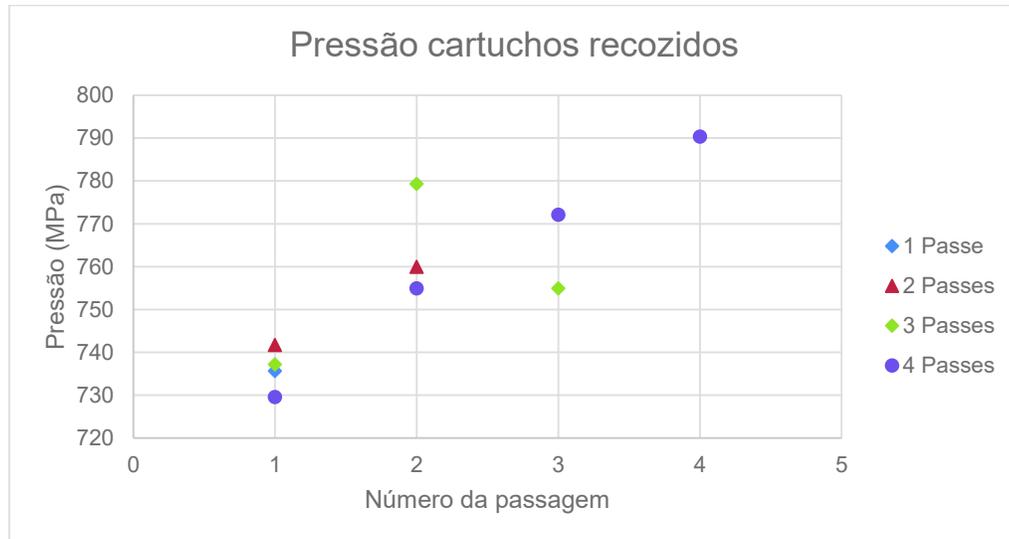


Figura 4-19 Pressão por cada passagem para amostras de 1 a 4 passes e cartuchos recozidos.

Para as amostras com cartuchos recozidos nota-se um aumento das pressões com o aumento do número de passes na Figura 4-19.

As médias da pressão em MPa para cada passe das amostras como recebidas e recozidas são mostradas na Figura 4-20.

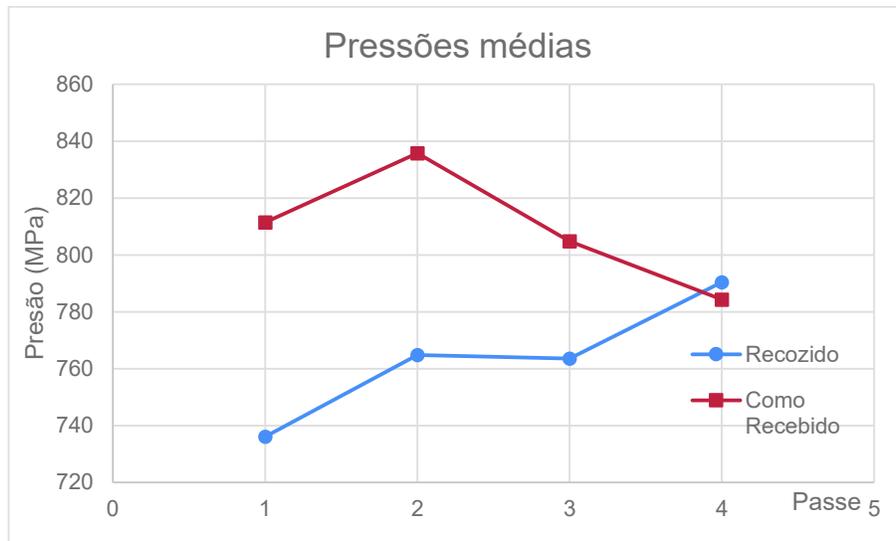


Figura 4-20 Pressão média realizada em cada amostra, recozidas (REC) e como recebidas (CR).

4.4. MICROESTRUTURA

Nas micrografias é possível observar o cisalhamento que ocorre no material durante o EAC e da mesma maneira que é possível observar a direcionalidade das partículas de pó.

A metalografia foi efetuada nos planos Y para ser possível observar a diferença de direcionalidade em cada passe. A Figura 4-21 apresenta um comparativo entre os passes pares e ímpares para a melhor observação de sua direcionalidade durante diferentes passes em uma amostra EAC.

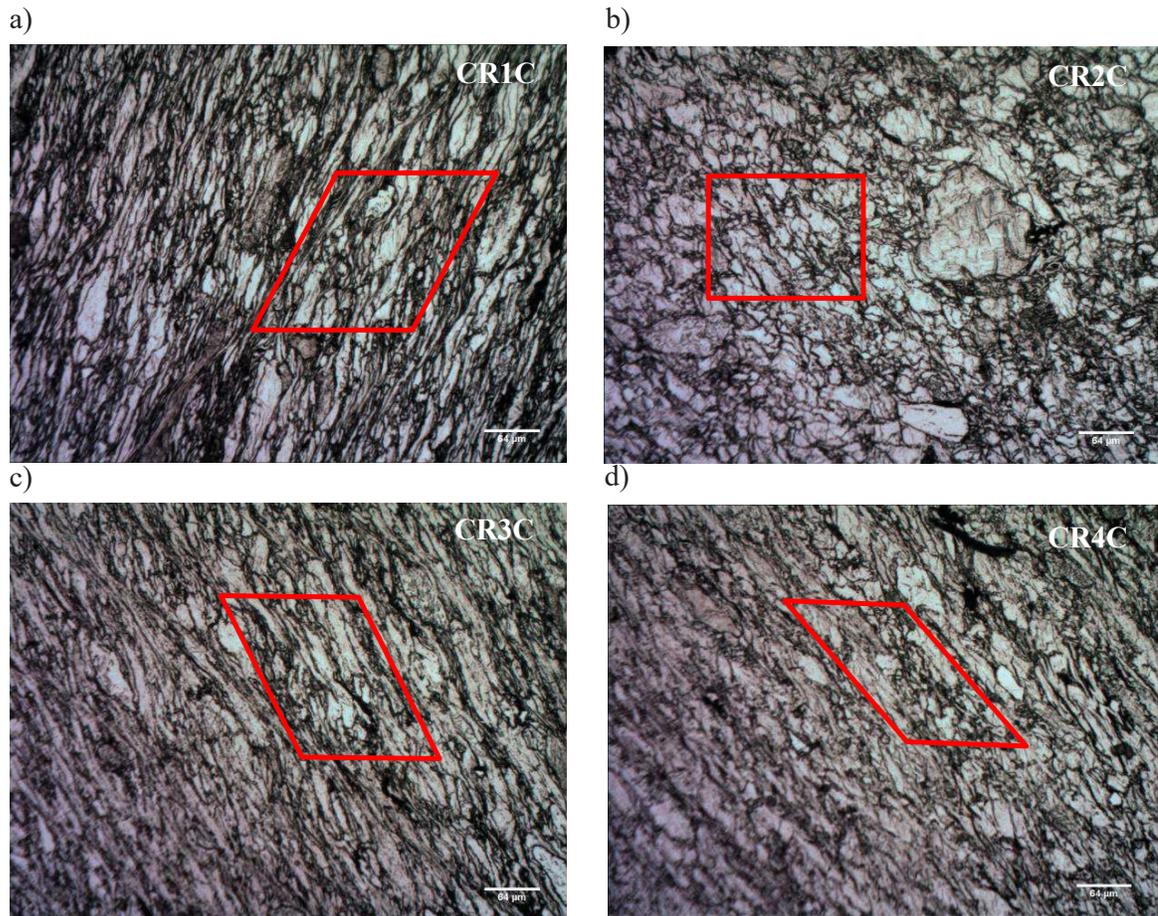


Figura 4-21 Metalografias do plano Y com direção de extrusão X horizontal das amostras a) um passe como recebida, b) dois passes como recebida, c) três passes como recebida e d) quatro passes como recebida.

4.5. TENSÃO DE RUPTURA E MÓDULO DE YOUNG APARENTE

O módulo de elasticidade calculado foi o aparente, pois o laboratório não possui um extensômetro capaz de medir a real deflexão do corpo de prova. Desta maneira, como o deslocamento medido inclui a deformação do equipamento, a inclinação da curva carga vs. deslocamento será menor e, conseqüentemente, o valor calculado para o módulo será menor do que o real. Nestes ensaios, a serventia do módulo elástico aparente limita-se à comparação do grau de consolidação entre diferentes amostras.

Nos ensaios de flexão observou-se fratura frágil em todas as amostras. O aspecto típico das curvas carga vs. deslocamento é mostrado na Figura 4-22. Neste gráfico a parte em vermelho representa aquela utilizada na obtenção do módulo de Young, ou seja, a parte que foi linearizada. O ponto de maior carga é aquele utilizado para se obter a tensão de ruptura. A partir desta tensão e do ângulo do início da ruptura foi possível calcular a tensão de ruptura no plano.

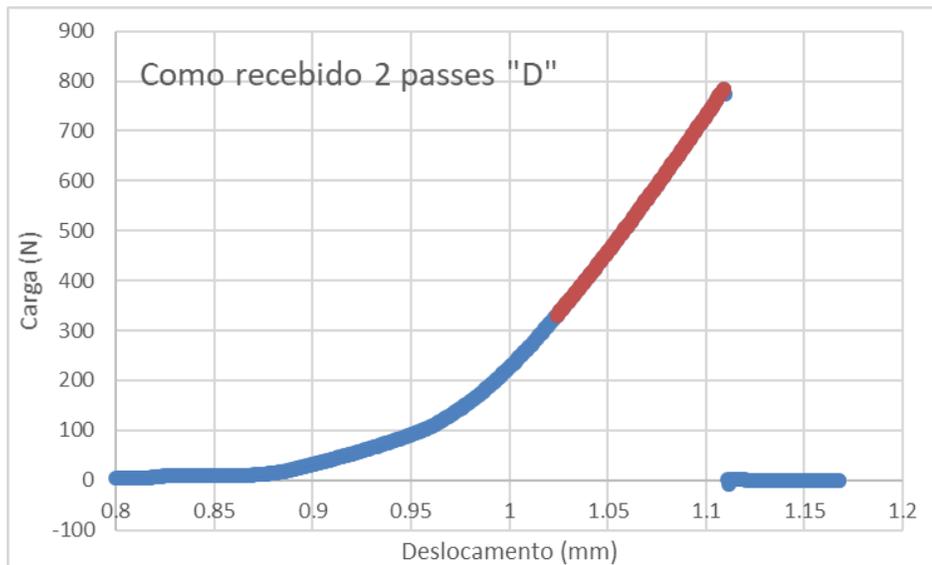


Figura 4-22 Gráfico Carga por deslocamento amostra CR2D.

A partir deste gráfico calcula-se a carga máxima, inclinação e coeficiente de determinação como pode ser observado na Tabela 4-4:

Tabela 4-4 Resultados de Carga máxima, inclinação e r^2 das amostras recozidas à direita e como recebidas à esquerda, dois passes acima e 3 passes abaixo.

AMOSTRA	C MÁX. (N)	INCLINAÇÃO (N/mm)	R ²	AMOSTRA	C MÁX. (N)	INCLINAÇÃO (N/mm)	R ²
CR2A	679.96	5042	0.997	REC2A	734.84	4685	0.998
CR2B	637.20	5089	0.9999	REC2B	653.67	4738	0.9995
CR2C	636.55	4149	0.999	REC2C	731.71	4729	0.998
CR2D	783.81	5256	0.999	REC2D	655.41	4787	0.9996

AMOSTRA	C MÁX. (N)	INCLINAÇÃO (N/mm)	R ²	AMOSTRA	C MÁX. (N)	INCLINAÇÃO (N/mm)	R ²
CR3A	940.68	4918.25	0.994	REC3A	988.33	5029	0.995
CR3B	980.95	5417.56	0.999	REC3B	866.32	5287	0.999
CR3C	949.26	5420.27	0.998	REC3C	900.08	5273	0.999
CR3D	870.091	4850.34	0.996				

O coeficiente de determinação obtido na linearização foi sempre superior à 0,99 para todas as amostras.

Os resultados de ângulo de fratura foram medidos a partir o plano Z inferior da amostra, onde a trinca se inicia. A tensão de ruptura de acordo com a equação 2.2, a tensão de ruptura no plano de acordo com a equação 2.3 e o módulo de Young aparente de acordo com a equação 3.1.

Assim, para todas as amostras obtém-se a tabela:

Tabela 4-5 Resultados do ensaio de flexão

Amostra	Carga Max. (N)	Angulo frat. (°)	Tensão rup. (MPa)	Tensão plano (MPa)	E (MPa)
CR1A	742.6	36	543	355	18924
CR1B	631.1	31	477	352	18582
CR1C	784.6	48	596	331	19273
CR1D	696.2	36	510	337	18927
CR2A	680.0	84	506	500	19518
CR2B	637.2	69	467	405	19130
CR2C	636.6	73	455	417	15206
CR2D	783.8	73	562	516	19313
CR3A	940.7	38	722	454	19923
CR3B	981.0	53	703	453	19906
CR3C	949.3	46	681	358	19916
CR3D	870.1	51	673	401	19900
CR4A	954.8	88	731	729	20201
CR4B	518.6	75	551	513	27608
CR4C	667.3	56	508	347	19234
CR4D	600.1	50	448	261	18772
REC1A	663.4	46	495	253	20367
REC1B	787.1	44	579	303	20367
REC1C	812.4	39	606	370	20374
REC1D	719.8	56	551	375	20369
REC2A	734.8	89	543	543	18000
REC2B	653.7	83	482	475	17985
REC2C	731.7	72	538	486	17989
REC2D	655.4	72	478	432	17988
REC3A	988.3	56	741	505	19715
REC3B	866.3	39	627	378	19718
REC3C	900.1	33	647	452	19720
REC4A	833.6	80	627	606	17368
REC4B	977.7	81	756	737	23966
REC4C	709.5	83	522	514	17042
REC4D	815.5	83	615	606	17603

Os ângulos de fratura se modificaram de acordo com o estado da microestrutura do material, como pode ser visto nas figuras 4-23 e 4-24.

Na Figura 4-24 é possível também observar como a direção de fratura na flexão se assimila com o direcionamento das partículas de pó do EAC, o que pode ser observado tanto em amostras que tiveram fraturas à 45° quanto naquelas com fratura à 90°.

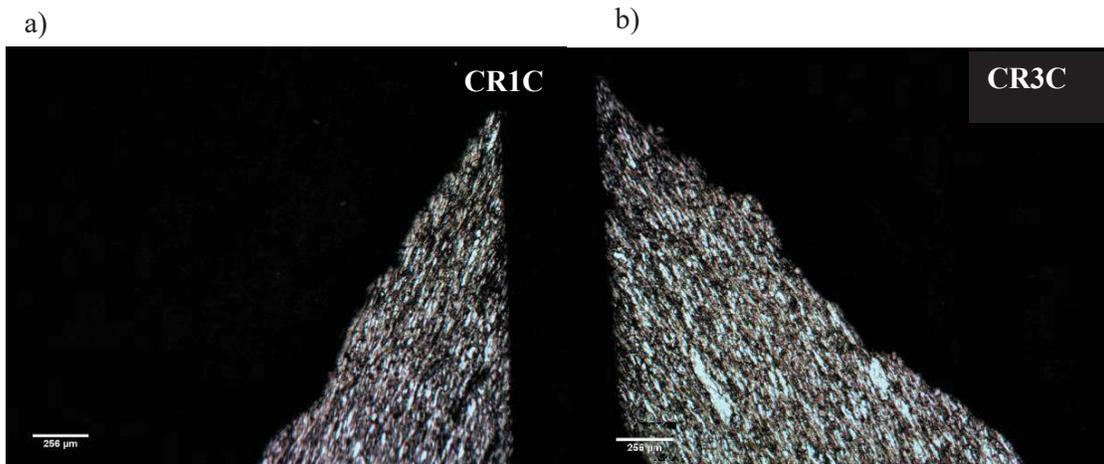


Figura 4-23 Metalografia do eixo Y das fraturas de flexão com direção X na vertical para amostras como recebidas com zoom de 200x a) como recebidas um passe b) como recebidas três passes.

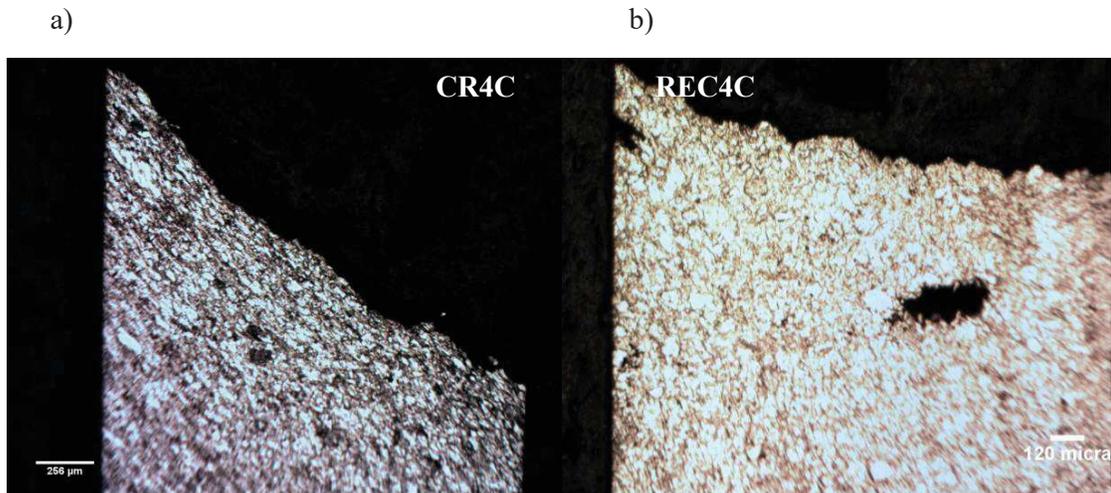


Figura 4-24 Metalografia do eixo Y das fraturas de flexão com direção X na vertical para amostras a) como recebidas quatro passes e zoom de 200x e b) recozido quatro passes e zoom de 50x.

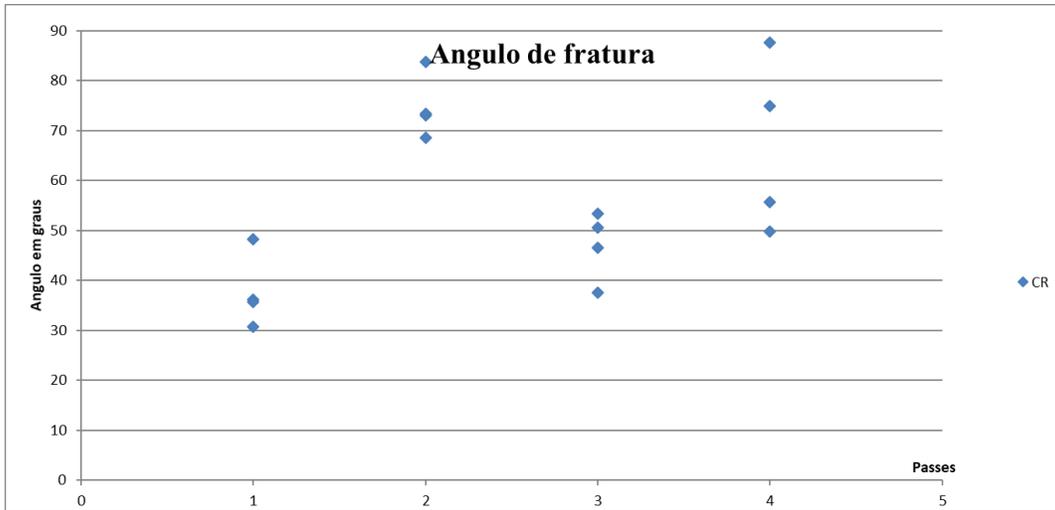


Figura 4-25 Ângulos de fratura da amostra como recebida.

Na Figura 4-26 observa-se os ângulos de fratura das amostras com cartuchos recozidos.

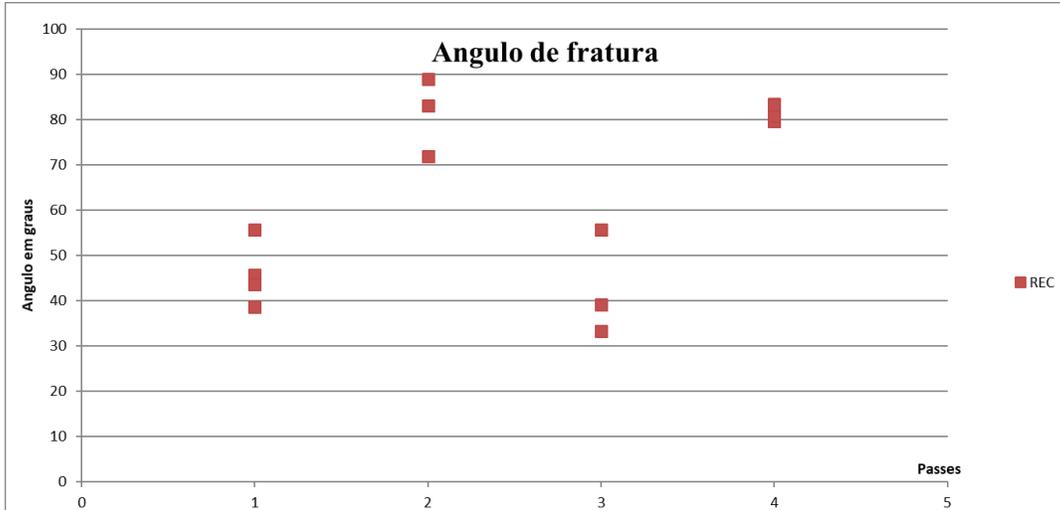


Figura 4-26 Ângulos de fratura da amostra recozida.

É possível notar um resultado inesperado na comparação entre a Figura 4-25 e a Figura 4-26, para as amostras de 4 passes. Para estas amostras era esperada uma fratura à 90° em

todos os corpos de prova. Entretanto, na realidade a metade dos ângulos de fratura medidos dos corpos de provas provenientes de cartuchos não recozidos tiveram ângulos de aproximadamente 45° (Figura 4-25).

Levando em conta que todos os corpos de prova são provenientes da mesma amostra, pode-se concluir que dentro da mesma amostra foi obtido direcionalidades diferentes nessas quatro posições da amostra.

Obtêm-se para as 4 amostras de cada passe os resultados seguintes de tensão de ruptura:

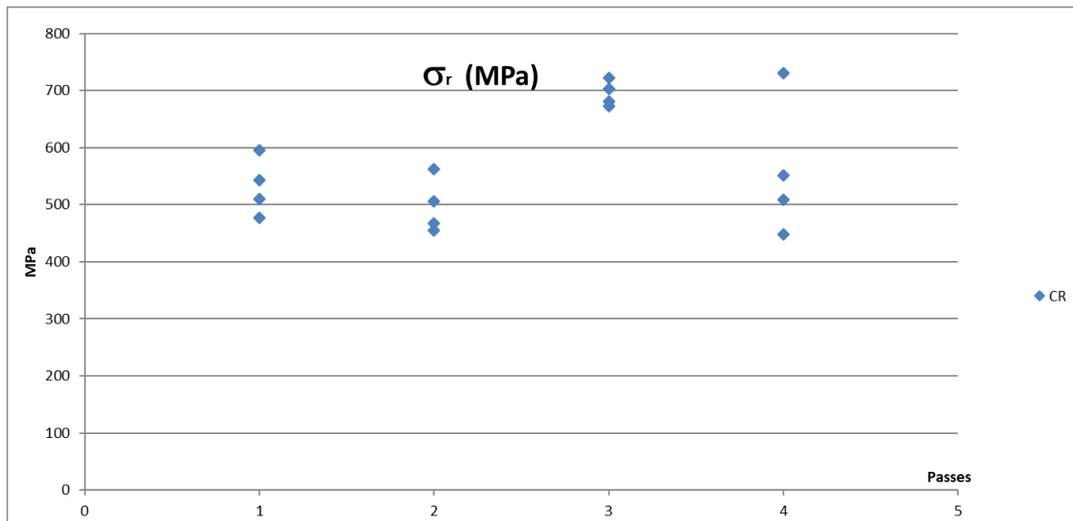


Figura 4-27 Tensão de ruptura das amostras como recebidas

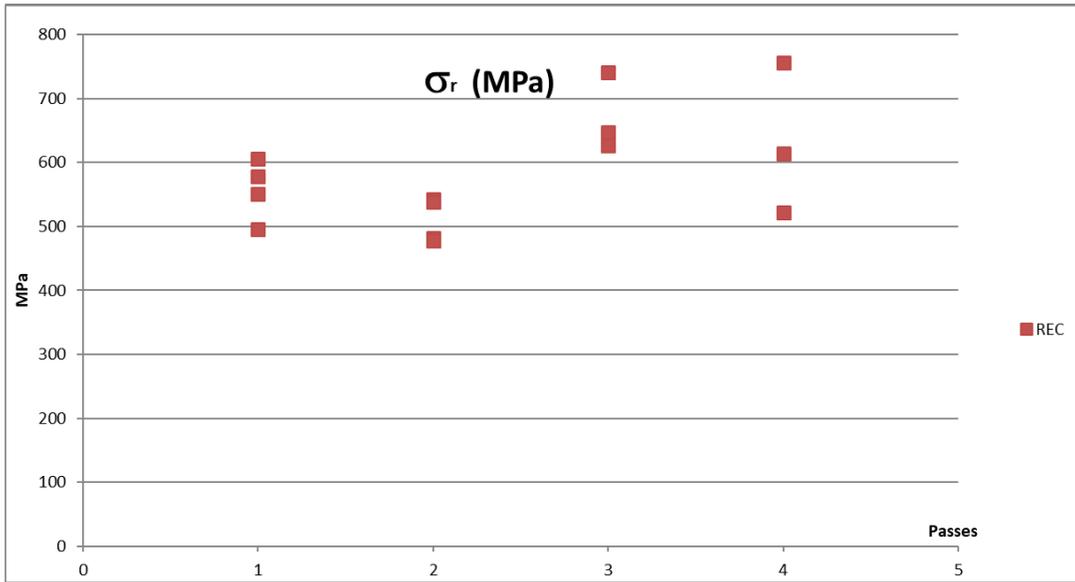


Figura 4-28 Tensão de ruptura das amostras recozidas

Com as equações 2.2 e 2.3, calcula-se a tensão que efetivamente causou a ruptura do plano de fratura. Desta forma obtém-se:

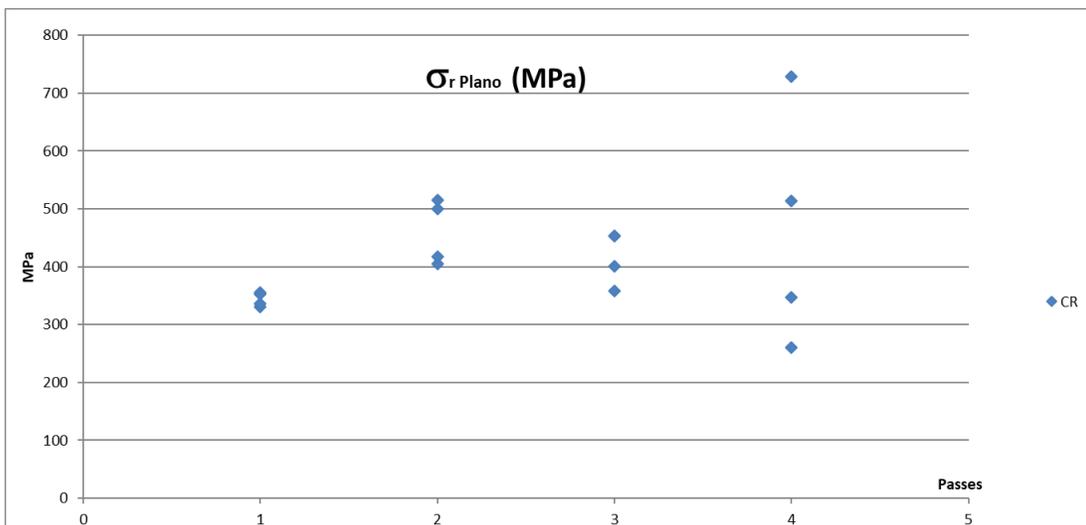


Figura 4-29 Tensão de ruptura no plano das amostras como recebidas

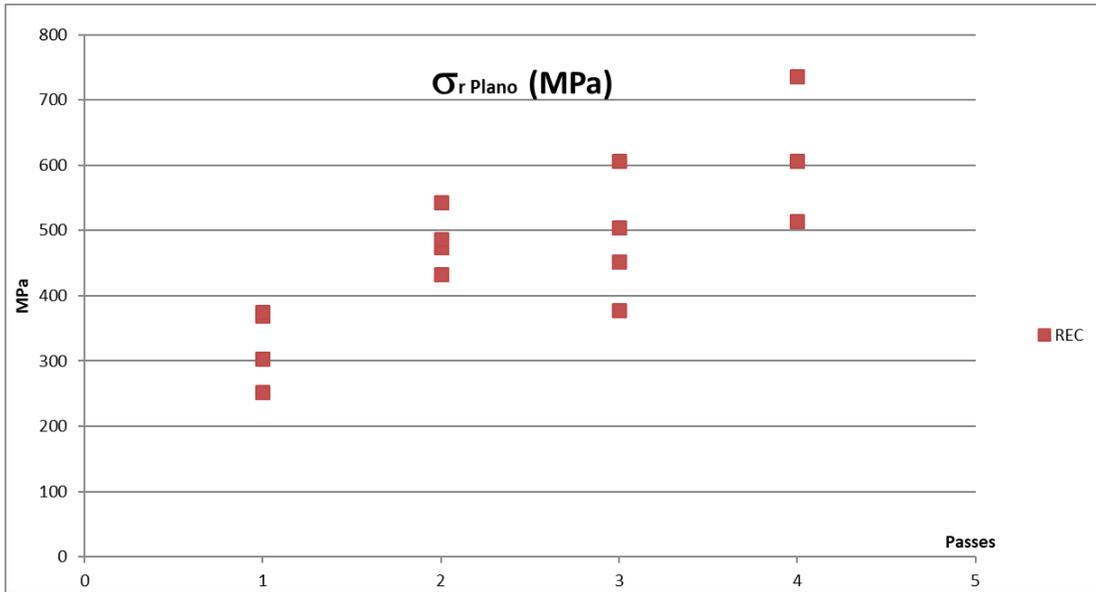


Figura 4-30 Tensão de ruptura no plano das amostras recozidas

Por fim, tem-se aqui o módulo de Young calculado pela equação 3.1 e logo em seguida a tabela dos resultados para cada estrutura do cartucho e cada passe com seus desvios padrão.

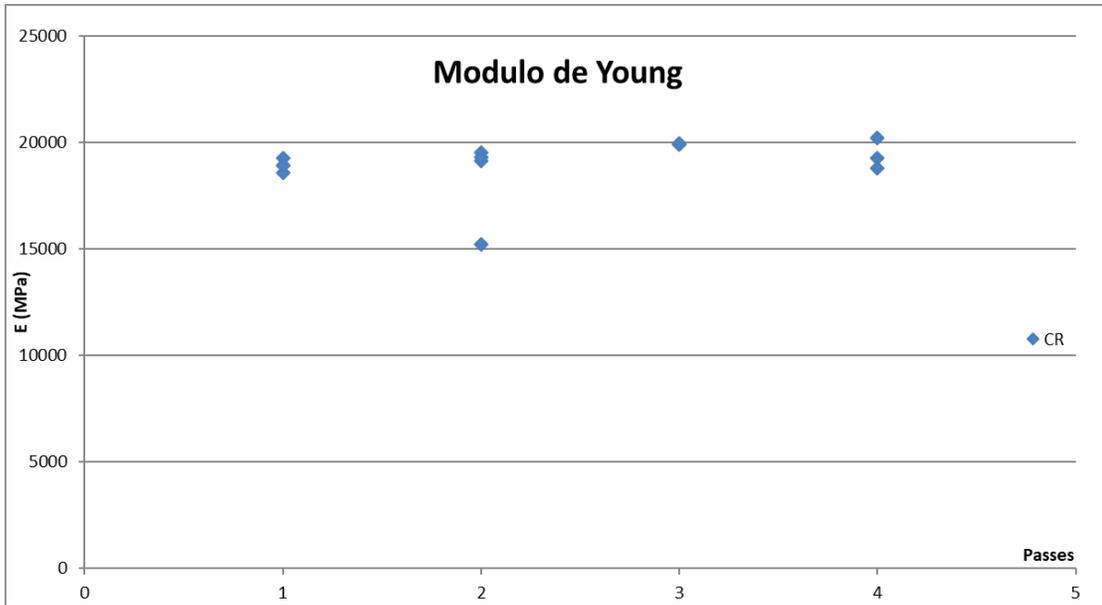


Figura 4-31 Módulo de Young das amostras como recebidas

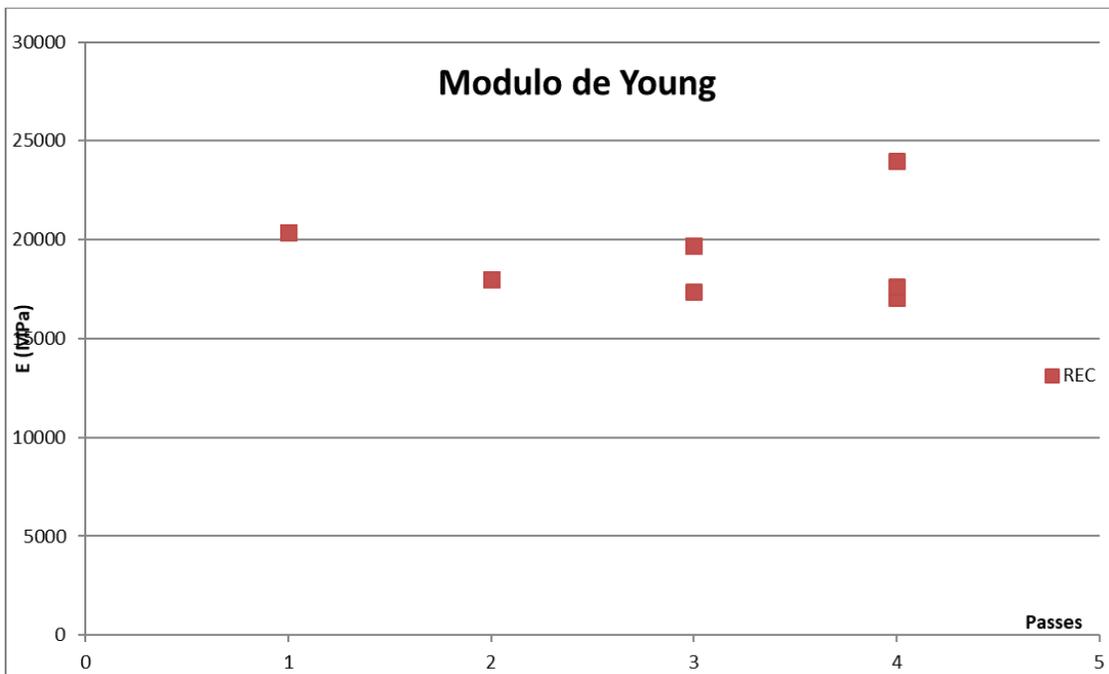


Figura 4-32 Módulo de Young das amostras recozidas

Os resultados obtidos nos ensaios são apresentados na Tabela 4-6.

Tabela 4-6 Resultados de tensão e módulo por passe

Resumo		σ_r (MPa)	Desvio Padrão	E (MPa)	Desvio Padrão	σ_r plano (MPa)	Desvio Padrão
CR	1 PASSE	532	51	18927	282	344	12
	2 PASSE	498	48	19320	194	459	57
	3 PASSE	695	22	19911	10	416	46
	4 PASSE	559	122	19402	729	462	207
REC	1 PASSE	558	47	20369	3	325	58
	2 PASSE	510	35	17990	7	484	46
	3 PASSE	672	61	19718	2	445	64
	4 PASSE	630	96	17485	166	616	91

De tal forma obtêm-se os resultados descritos dos seguintes gráficos de tensão de ruptura, tensão de ruptura no plano e módulo de Young.

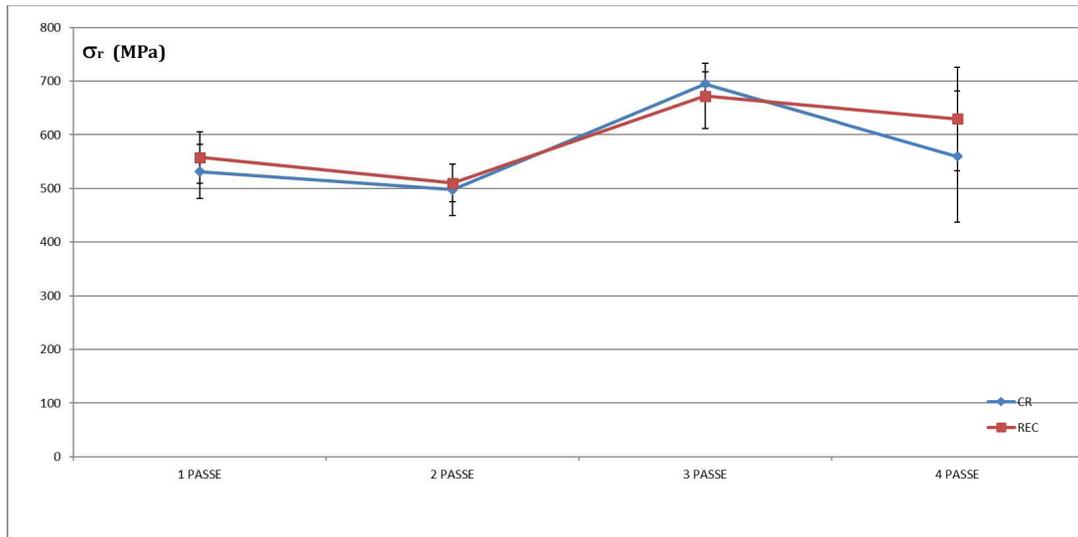


Figura 4-33 Tensão de ruptura por passes para como recebido e recozido.

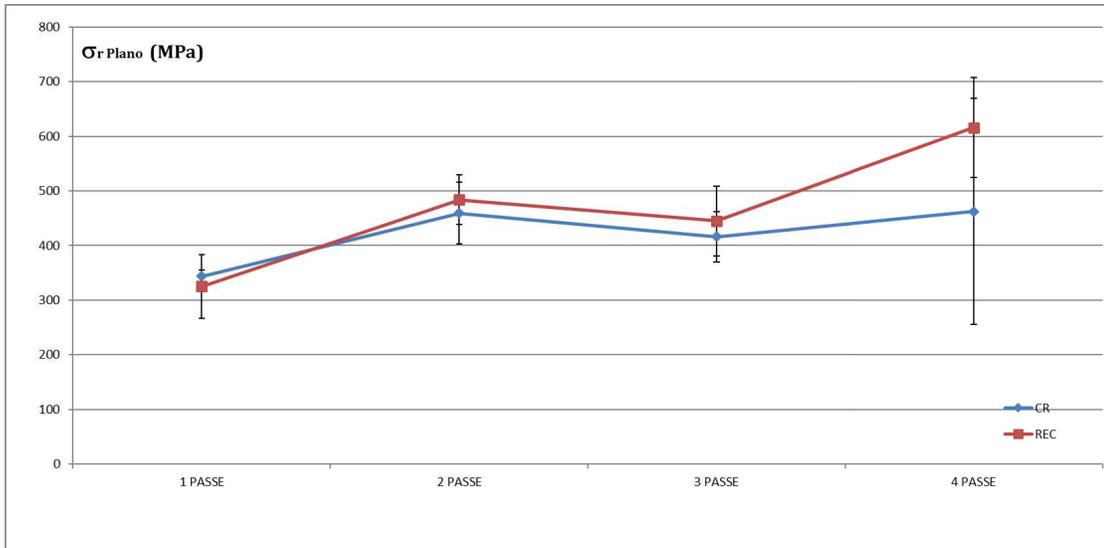


Figura 4-34 Tensão de ruptura no plano por passes para como recebido e recozido.

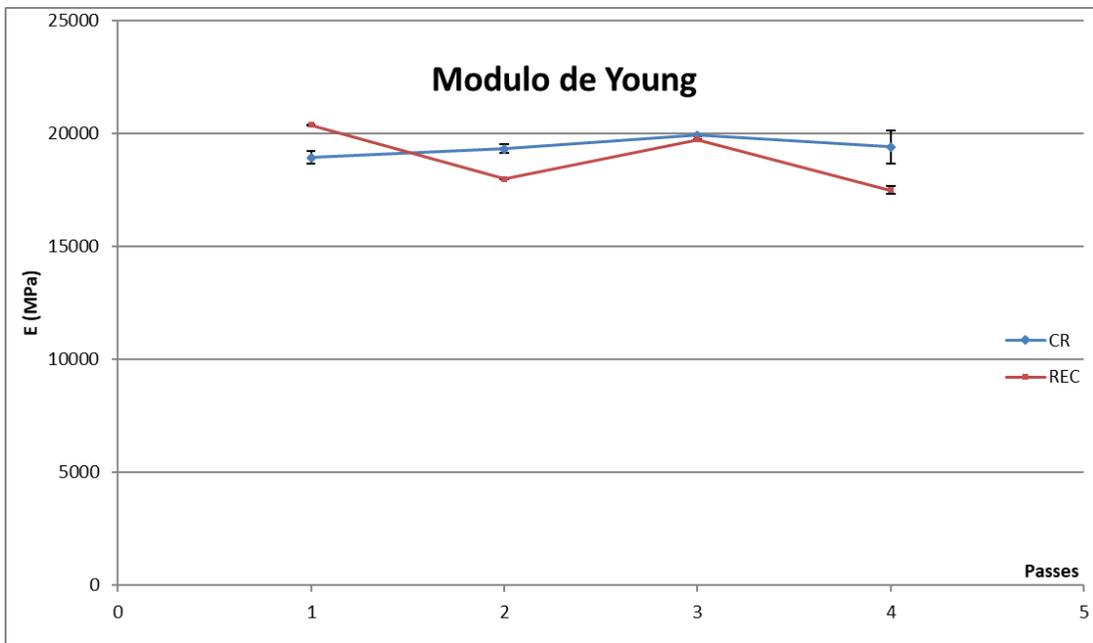


Figura 4-35 Módulo de Young por passes para como recebido e recozido.

4.6. DUREZA

Em cada amostra foram também realizados testes de dureza, totalizando três por cada amostra de flexão, 12 por cada amostra.

Tabela 4-7 Dureza dos corpos de prova.

Amostra	HV30	Desvio padrão	Amostra	HV30	Desvio padrão
CR1A	302	4	REC1A	299	5
CR1B	302	7	REC1B	310	8
CR1C	302	5	REC1C	302	1
CR1D	316	8	REC1D	293	15
CR2A	307	1	REC2A	316	3
CR2B	302	6	REC2B	314	2
CR2C	310	9	REC2C	315	7
CR2D	312	3	REC2D	312	5
CR3A	308	5	REC3A	309	7
CR3B	320	3	REC3B	306	5
CR3C	305	2	REC3C	319	
CR3D	310	4	REC4A	316	2
CR4A	318	5	REC4B	315	3
CR4B	307	10	REC4C	320	9
CR4C	305	3	REC4D	329	8
CR4D	304	2			

Assim para cada amostra é feita a média da dureza:

Tabela 4-8 Média de dureza das amostras.

Resultados	Média HV30	Desvio padrão
CR1	306	8
CR2	308	6
CR3	311	6
CR4	308	7
REC1	301	9
REC2	314	5
REC3	312	9
REC4	320	7

De tal forma a Figura 4-36 é obtida:

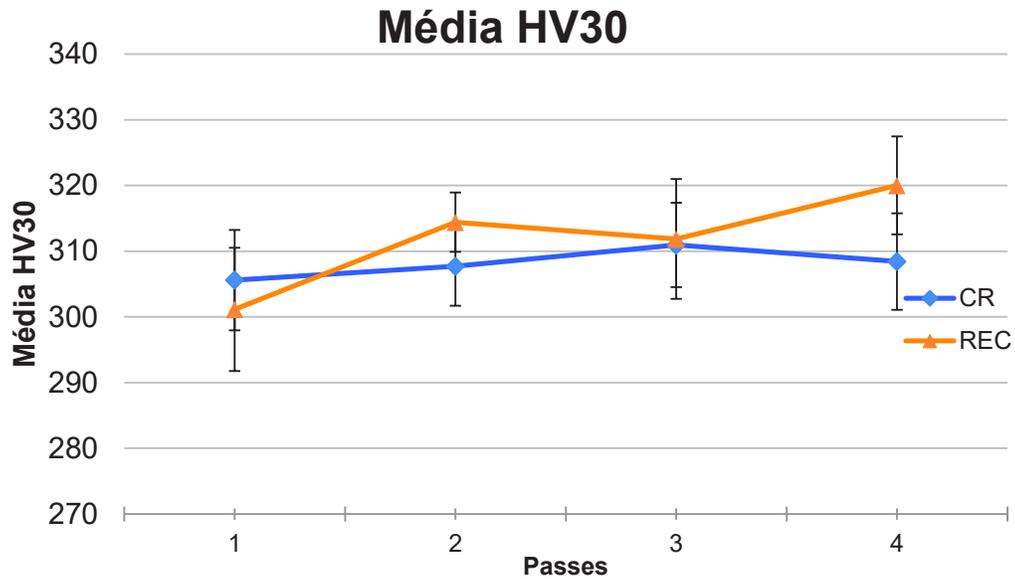


Figura 4-36 Média da dureza das amostras para cada passe e cartucho.

4.7. USINABILIDADE

Testes de usinabilidade foram realizados nas amostras de quatro passes recozidas em relação às forças resultantes de corte. A frequência de amostragem é de 40000 Hz. Os dados são retirados nos três eixos da usinagem e têm o comportamento sinusoidal como pode ser visto na Figura 4-37: duas passagens do dente da fresa.

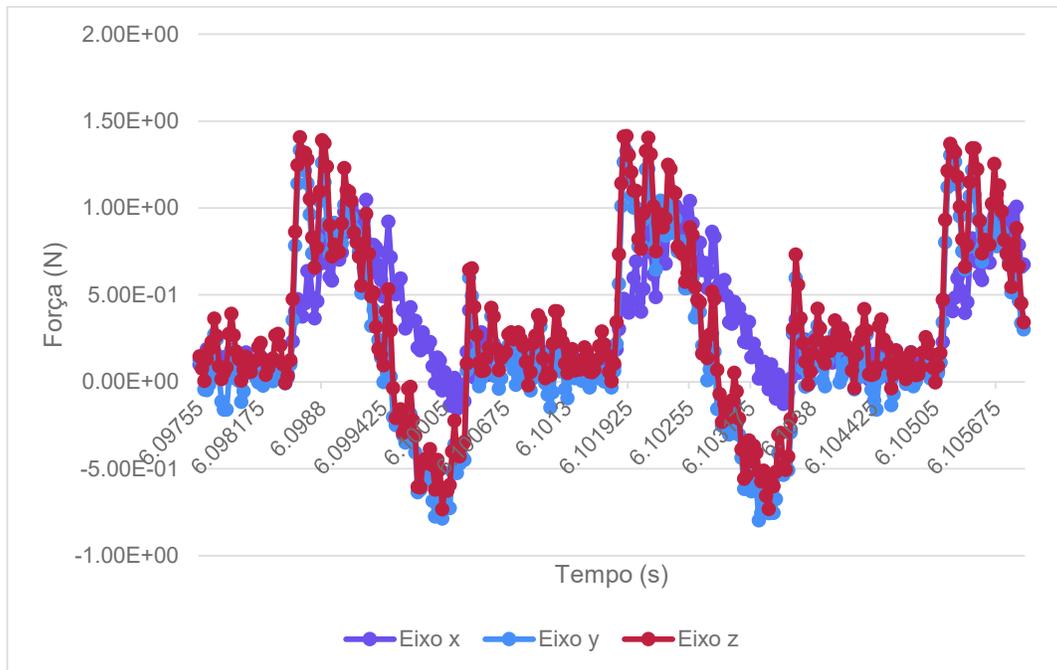


Figura 4-37 Gráfico na força efetuada por cada eixo num pequeno intervalo de tempo em segundos da amostra de ECAP quatro passes recozidas sob avanço de 18 mm/min.

Para toda usinagem a força resultante é calculada pela equação 3.5 e duas passagens do dente da fresa estão representadas na Figura 4-38.



Figura 4-38 Força resultante em Newtons no mesmo período da figura 4-37 do corte da amostra de ECAP quatro passes de cartucho recozido sob avanço de 18 mm/min

É possível observar na Figura 4-37 uma forma mais senoidal para a força do eixo z, devido a direção da força durante o fresamento de topo.

Compara-se os resultados da resultante das forças de corte do titânio puro e os resultados do ECAP para todas as velocidades de avanço da série crescente e decrescente. Uma forma de visualizar melhor o efeito do desgaste da ferramenta ao longo do ensaio é realizar um com as velocidades crescentes (Figura 4-39) e outro com as velocidades decrescentes (Figura 4-40). Desta forma é possível observar como é a resposta da usinabilidade de cada avanço com desgaste em comparação ao titânio puro maciço sinterizado .

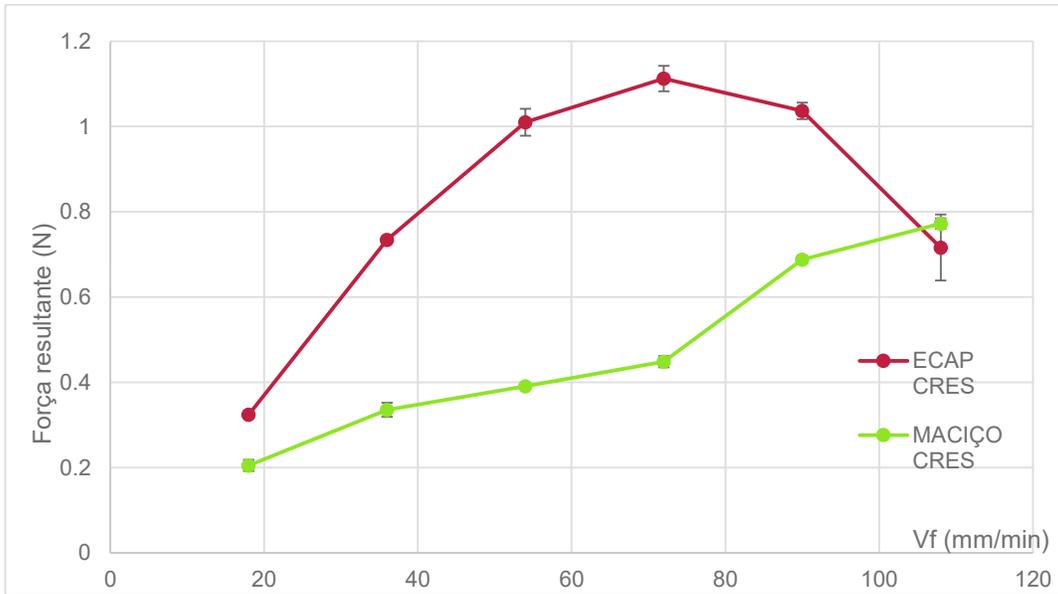


Figura 4-39 Média das forças resultantes da amostra de titânio puro e por EAC de quatro passes e cartuchos recozidos em velocidades de avanço crescente.

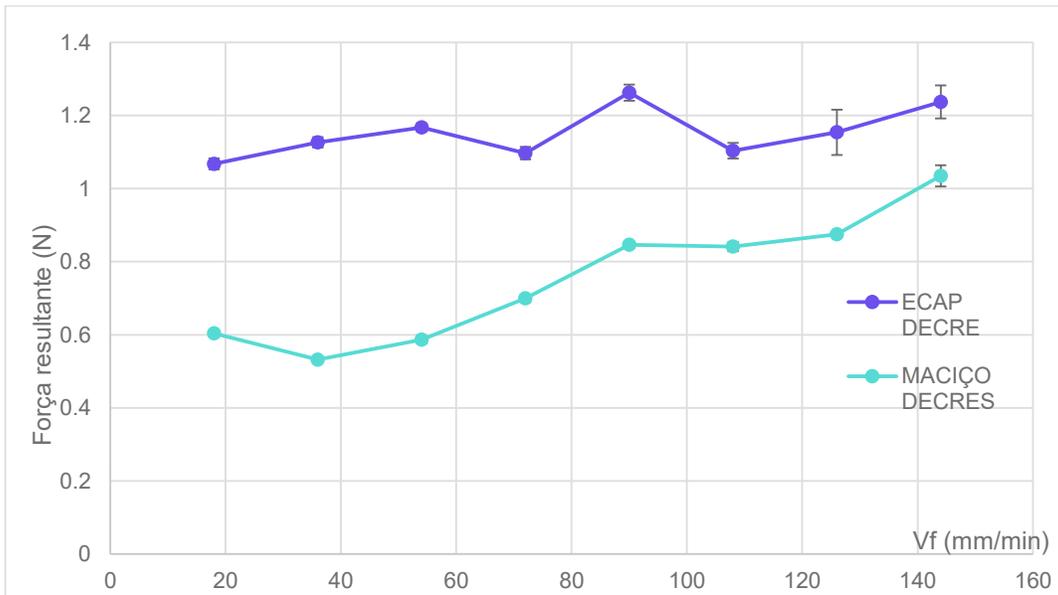


Figura 4-40 Média das forças resultantes da amostra de titânio puro e por EAC de quatro passes e cartuchos recozidos em velocidades de avanço decrescentes.

5. DISCUSSÃO

5.1. CARTUCHO

O tubo foi produzido pelo dobramento de uma chapa, sendo fechado por uma solda no canto. Uma vez que os tubos não foram recozidos, estes apresentam uma maior dureza nos cantos, as regiões que foram deformadas, como pode ser visto na Figura 4-3.

5.2. HOMOGENEIDADE

É possível observar uma melhora na homogeneidade do titânio que teve seu cartucho recozido (Figura 4-5 à Figura 4-8).

E como foi visto na Figura 4-3, as durezas são diferentes nos pontos explicitados pela Figura 4-2 para os tubos como recebidos e iguais em todos os pontos para os recozidos. Uma diferença nas condições mecânicas de diferentes pontos do tubo resulta em uma pressão hidrostática menos homogênea para os tubos como recebidos. Isso pode explicar uma maior dispersão dos valores de dureza ao longo do material na Figura 4-5 e Figura 4-6 em relação à Figura 4-7 e à Figura 4-8.

5.3. MICROESTRUTURA

Na microestrutura do material percebeu-se que somente as partículas de pó podem ser observadas no microscópio ótico, tendo em vista que os grãos são extremamente refinados e chegando a ser caracterizados de micro grãos (VALIEV e LANGDON, 2006).

As partículas de pó apresentam a direcionalidade no caso dos passes ímpares como pode ser visto na Figura 4-21. As amostras de passes ímpares têm a maior tendência de não apresentar direcionalidade.

5.4. CARGA

As amostras que tiveram seus cartuchos recozidos necessitaram de pressões menores para passar pelo canal, se comparadas com aquelas que não passaram por tratamento, como pode ser visto na Figura 4-20. Como o cartucho recozido tem uma menor resistência mecânica, ele necessita uma menor carga para sua passagem.

Na Figura 4-20 é observada uma tendência de diminuição da pressão de processo com o aumento do número de passes para as amostras cujos cartuchos não passaram pelo tratamento térmico, enquanto que as amostras de cartuchos recozidos têm um aumento da pressão com o aumento do número de passes. Uma suposição que pode ser feita nesse caso é que os tubos como recebidos estão em um estado mais deformado e desta forma mais sujeitos à recuperação dinâmica durante os passes, enquanto os tubos recozidos tendem a encruar à cada passe. Na mesma figura é observado que a resistência à deformação tende a se estabilizar para passes maiores.

5.5. FLEXÃO

A fratura de todas as amostras foi frágil. A carga máxima sofre uma grande influência do ângulo de fratura que por sua vez sofre influência da direcionalidade das partículas de pó. Foi possível notar que os corpos de prova que passaram por um número ímpar de passes têm um ângulo de fratura próximo à 45° (Tabela 4-5).

Tal direcionamento pode ser observado na Figura 4-23 e Figura 4-24. Nelas é visto que não só que as partículas de pó seguem o direcionamento do cisalhamento ocorrido durante o EAC, mas também que a fratura está seguindo esta mesma direção.

Os resultados do módulo de elasticidade aparente são muito próximos, o que é esperado para o mesmo material. A diferença entre as amostras como recebidas e aquelas

recozidas estão somente na consolidação do material (Figura 4-35). Logo, fatores como maior porosidade e menor homogeneidade do material podem ter acarretado em menores módulos de elasticidade nas amostras como recebidas.

Outro fator a se levar conta é que os módulos de elasticidade são bastante baixos para o titânio maciço (aproximadamente 100GPa) (LAHEUTE,2014). Isso seria muito positivo para a sua utilização biomédica. A necessidade da massa óssea continuar exercendo forças mesmo após a implantação da prótese inibe sua atrofia por não uso.

O limite de ruptura representado na Figura 4-33 tem grande influência do ângulo de fratura, portanto é menor para os corpos de prova com ângulos de fratura de 90° e maior para aqueles com ângulos de 45°. Nos passes pares o limite é menor e nos ímpares como o ângulo tende à 45° a tensão é maior. Observa-se a influência do tratamento térmico no ângulo de fratura do quarto passe na Figura 4-25 comparada com a Figura 4-26. A maior homogeneidade do cartucho recozido levou a forma das partículas de pó ser preferencialmente sem direcionalidade para o quarto passe, diferente dos quartos passes que utilizaram cartuchos sem tratamento térmico, que obtiveram a metade das amostras com uma direcionalidade à 45°.

Os resultados do limite de ruptura aumentam com o número de passes (Figura 4-34), como resultado de uma melhor consolidação do material e possível refino de grão. Essa propriedade mecânica é muito importante para as próteses biomédicas. Segundo LAHEUTE, um dos desafios dos materiais de implantes é obter elevados limites de ruptura e baixos módulos de elasticidade.

5.6. DUREZA

Os resultados obtidos na Figura 4-36 são bastante próximos, o que é possível ver pelo eixo do gráfico bem próximo. As durezas obtidas são bastante elevadas e uma

possível explicação é a grande porcentagem de gases como hidrogênio e oxigênio na composição do pó de titânio.

5.7. USINABILIDADE

Foi possível observar na Figura 4-39 e Figura 4-40 que a usinabilidade em relação a resultante das forças de corte do titânio consolidado por EAC foi inferior ao sinterizado. Tendo em vista que as forças de usinagem são relacionadas à dureza e o limite de resistência do material e tanto a dureza quanto o limite de resistência são superiores no titânio por EAC, como pode ser visto na Tabela 3-5, Tabela 4-6 e Tabela 4-8. Apesar disso, não pode ser dito que a usinabilidade do titânio consolidado por EAC é menor em relação aos outros critérios de usinabilidade.

As forças de corte dos ensaios em decrescente e crescente na Figura 4-39 e Figura 4-40 não são equiparáveis entre si, o que significa que é impossível de mitigar a influência do desgaste durante o teste. Os desgastes acumulados pela ferramenta que usinou em altas velocidades de avanço não são iguais àsquelas da ferramenta que usinou em baixas velocidades de avanço.

5.8. TRABALHOS FUTUROS

Possíveis trabalhos futuros podem ser feitos visando o uso desta técnica no mercado de próteses, como por exemplo ensaios com titânio de melhor qualidade que esteja dentro dos padrões do mercado de próteses (por exemplo menor composição de Nitrogênio e Oxigênio), teste de outros metais na composição do cartucho e testes com diferentes lubrificações para o EAC.

6. CONCLUSÕES

- (i.) O material consolidado por EAC com os cartuchos previamente recozidos tem uma homogeneidade superior àquelas sem o tratamento térmico.
- (ii.) A estrutura do material consolidado tem partículas de pó com direcionalidade nos passes ímpares.
- (iii.) O módulo de elasticidade do titânio consolidado por EAC é muito próximo daquele do osso (entre 20 e 30 GPa).
- (iv.) O recozimento do cartucho ajuda na isenção de direcionalidade das partículas de pó no quarto passe da rota C.
- (v.) A usinabilidade segundo a resultante das forças de corte é inferior à do titânio puro.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARAÚJO, A.C.; MOUGO, A.L.; CAMPOS, F.O. Micro milling cutting forces on machining aluminium alloy. ICOMM. 2013.

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

ASTM E384-11e1: *Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials*. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011.

BERNACHE-ASSOLLANT, D.; BONNET, J. Frittage: aspects physico-chimiques
Partie 2: frittage en phase liquide. **Techniques de l'ingénieur. Sciences fondamentales**, n. AF6621, p. AF6621. 1-AF6621. 14, 2005.

SILVA, M.V.A. **Consolidação de pós de Titânio via Extrusão Angular em Canal**. 2016. Projeto de Graduação. Universidade Federal do Rio de Janeiro.

CAMPOS, F.O. et al. Cutting forces and mechanical resistance of pure titanium processed by equal channel angular pressing. **Procedia CIRP**, v. 46, p. 222-225, 2016.

GELAS, B. et al. Titane et alliages de titane. **Techniques de l'ingénieur**, p. 13-25, 1976.

HAOUAOUI, M. **An investigation of bulk nanocrystalline copper fabricated via severe plastic deformation and nanoparticle consolidation**. 2007. Tese de Doutorado. Texas A&M University.

YOSHIMURA, H.; HARADA, H. Recrystallization Behavior of Commercially Pure Titanium During Hot Rolling. **NIPPON STEEL TECHNICAL REPORT**, v. 62, n. 0, 1994.

IWAHASHI, Y. et al. An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing. **Acta materialia**, v. 45, n. 11, p. 4733-4741, 1997.

KRAWCZAK, P. Essais mécaniques des plastiques: Caractéristiques instantanées. **Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites**, n. AM3510, p. AM3510. 1-AM3510. 20, 1999.

LAHEUTE, P. Titane et alliages : Des matériaux de choix pour les applications médicales. **Techniques de l'ingénieur**, M4781 V1, 2014.

LANGDON, T. G. The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering: A**, v. 462, n. 1-2, p. 3-11, 2007.

LANGDON, T. G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement. **Acta Materialia**, v. 61, n. 19, p. 7035-7059, 2013.

MARKETS AND MARKETS. Dental Implants and Prosthetics Market by Type (Implant, Crown, Bridge, Denture, Abutment, Veneer, Inlay, Onlay), Material (Titanium, Zirconium, Ceramic, Porcelain-Fused-to-Metal), Type of Facility (Hospitals, Dental Laboratories): *Forecast to 2021*. 2016. Disponível em: <<https://www.marketsandmarkets.com/PressReleases/dental-implants-market.asp>>. Acesso em: 22 dezembro de 2017.

MULLEN, L. et al. Selective Laser Melting: A regular unit cell approach for the manufacture of porous, titanium, bone in-growth constructs, suitable for orthopedic applications. **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, v. 89, n. 2, p. 325-334, 2009.

PILLIAR, R. M. Manufacturing processes of metals: The processing and properties of metal implants. **Metal and ceramic biomaterials**, v. 1, p. 79-105, 1984.

SECRETARIA DE DIREITOS HUMANOS. Dados sobre o envelhecimento no Brasil. 2011. Disponível em: <<http://www.sdh.gov.br/assuntos/pessoa-idosa/dados->

estatisticos/DadosobreoenvelhecimentonoBrasil.pdf>. Acesso em: 22 dezembro de 2017.

SEGAL, V. M. Materials processing by simple shear. **Materials Science and Engineering: A**, v. 197, n. 2, p. 157-164, 1995.

SEGAL, V. M. Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation. **Materials Science and Engineering: A**, v. 271, n. 1-2, p. 322-333, 1999.

RYAN, G.; PANDIT, A.; APATSIDIS, D. P. Fabrication methods of porous metals for use in orthopaedic applications. **Biomaterials**, v. 27, n. 13, p. 2651-2670, 2006.

VALIEV, R.Z.; ISLAMGALIEV, R.K.; ALEXANDROV, I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. **Progress in materials science**, v. 45, n. 2, p. 103-189, 2000.

VALIEV, R.Z.; LANGDON, T.G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. **Progress in materials science**, v. 51, n. 7, p. 881-981, 2006.

XIA, K.; WU, X. Back pressure equal channel angular consolidation of pure Al particles. **Scripta Materialia**, v. 53, n. 11, p. 1225-1229, 2005.

ZHANG, Y. et al. Structure and mechanical properties of commercial purity titanium processed by ECAP at room temperature. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 25-26, p. 7708-7714, 2011.