

ESTUDO DOS EFEITOS DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA NA MICROESTRUTURA E NA DUREZA DO TITÂNIO COMERCIALMENTE PURO

Laís Brêda Mascarenhas Souza, bredalaís@gmail.com¹
Raoni Barreto de oliveira, raoni.oliveira@fieb.com.br¹
Rodrigo Santiago Coelho, rodrigo.coelho@fieb.com.br¹

¹Campus Integrado de Manufatura e Tecnologia SENAI CIMATEC, BA, Brasil

Resumo: A crescente aplicação do titânio comercialmente puro na fabricação de implantes odontológicos é consequência da sua alta resistência à corrosão e biocompatibilidade. O titânio comercialmente puro, como fabricado, quando submetido à aplicações de tecnologia de fabricação apresenta melhores propriedades como o aumento da sua resistência mecânica, de forma que se torna suficiente para aplicação direta em implantes dentários. Dentre os processos existentes, a técnica de extrusão gradual visa, através de deformação plástica severa e recristalização dinâmica, elevar o nível de resistência mecânica devido a microestrutura ultra refinada gerada na microestrutura do material. Tendo em vista essa aplicação, a investigação do comportamento do titânio comercialmente puro antes e depois de ter sofrido deformação é de grande importância para o tema. Para isso, foi analisada a microestrutura do titânio comercialmente puro, retirado de uma barra que sofreu processo de fabricação anterior de laminação, e não sofreu tratamento térmico posterior. Além disso, outras amostras deste material foram submetidas à diferentes níveis de deformação através de ensaios de compressão a frio e posterior tratamento térmico, a fim de analisar a microestrutura destas amostras deformadas e recozidas. Este estudo visou uma análise comparativa entre a microestrutura do titânio laminado, sem ter sofrido tratamento térmico e a microestrutura do Ti puro depois dos testes de compressão. Além dos estudos da microestrutura do titânio comercialmente puro, baseadas na metalografia e análises microscópicas, aplicaram-se às amostras ensaios de microdureza, a fim de avaliar as modificações na dureza do material em estudo. Como resultado destas análises, observou-se que as amostras submetidas à diferentes níveis de deformação apresentaram uma microestrutura marcada por deformações de macla, constatando melhora nas propriedades mecânicas do material. Quanto à dureza do material, constatou-se maior dureza para a amostra de Ti puro laminada e que não sofreu tratamento térmico posterior, justificável devido ao refinamento dos grãos da amostra, já que a mesma sofreu uma recristalização anterior, devido a deformação sofrida durante seu processo de fabricação.

Palavras-chave: titânio puro; microestrutura; deformação plástica severa e grãos ultra refinados.

1. INTRODUÇÃO

Bergmann *et al.* (2015), afirma que o titânio comercialmente puro possui alta resistência à corrosão e biocompatibilidade, o que favorece a aplicação deste material na fabricação de implantes odontológicos. A aplicação de tecnologias de fabricação tem como objetivo melhorar as propriedades mecânicas do material, através de deformação plástica e refinamento de grão, visando atender os requisitos necessários para a sua aplicação em implantes. Por isso, torna-se importante estudar o comportamento do titânio comercialmente puro quando deformado, identificando possíveis modos de deformação e microestrutura do material.

Vários trabalhos (Fan, 2011 e Margolini, 1969) relatam que o titânio e suas ligas têm seus arranjos cristalinos de dois tipos devido à transformação alotrópica de fase: (i) hexagonal compacta (HC) a temperaturas mais baixas (até 882°C), fase alfa (α) e (ii) cúbica de corpo centrado (CCC) a temperaturas mais elevadas (acima de 882°C), fase beta (β). Além dessas, pode-se encontrar também uma mistura das duas fases α e β . Quando o titânio e suas ligas são encontrados nessa mistura de fases, caso haja aumento da temperatura, a fração de volume da fase α diminui e uma transformação completa é obtida acima da temperatura transus β . Acima dessa temperatura a estrutura cristalina modifica-se para CCC e quando resfriado o titânio retorna a sua estrutura original HC.

Fan *et al.* (2011) afirma que o titânio comercialmente puro (Ti CP) apresenta teores de pureza que estão entre 98 a 99,5%, e apresenta fase α , estrutura HC. Quando encontrado nesta orientação cristalográfica, o material possui quatro famílias diferentes de sistemas de deslizamento: 3 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ {0001} basais, 3 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ {10 $\bar{1}$ 0} prismáticas, 6 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ {10 $\bar{1}$ 1} piramidais de primeira ordem e 12 $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ {10 $\bar{1}$ 1} sistemas de deslizamento piramidais de segunda ordem.

Fan *et al.* (2011) mostra que os deslizamentos basal e prismático são os mecanismos de deformação primários à temperatura ambiente devido à relativa baixa tensão de cisalhamento crítica resolvida (CRSS). Para os sistemas de deslizamento piramidais, a tensão de cisalhamento crítica resolvida é mais sensível à temperatura, já que mais sistemas de deslizamentos são ativados a temperaturas elevadas.

Vários trabalhos (Fan, 2011 e Salem, 2002) mostram que para o titânio comercialmente puro, a deformação por macla é um dos modos mais importantes de deformação desse material, e ocorre em fases onde a deformação acontece a baixas temperaturas, sendo suprimida em deformações a altas temperaturas.

Salem *et al.* (2002) afirma que quando deformado, o titânio comercialmente puro pode apresentar em sua estrutura além da deformação por macla, deslizamento dos cristais, e envelhecimento dinâmico. O envelhecimento dinâmico ocorre quando o material é deformado a altas temperaturas. Portanto, para o trabalho em questão este modo de deformação pode ser desconsiderado, já que a deformação do titânio será feita à temperatura ambiente.

Vários trabalhos (Salem, 2002 e Gurao, 2011) afirmam que a deformação por macla é um mecanismo de deformação plástica que ocorre por um cisalhamento da rede cristalina, limitado a um grão, criando uma região espelhada dentro do mesmo, com uma nova orientação em relação à estrutura principal. Geralmente esse tipo de deformação aparece em materiais que apresentam estrutura cristalina CCC ou HC e estão sujeitos a baixas temperaturas e a elevadas taxas de carregamento (deslizamento de discordâncias), como no caso do titânio comercialmente puro, que apresenta estrutura cristalográfica HC e será submetido a taxas de carregamento (compressão) a temperatura ambiente.

Para o presente estudo, analisou-se a microestrutura do titânio comercialmente puro, sem que o mesmo tenha sofrido qualquer tipo de esforço mecânico e, em seguida, outras amostras deste material sofreram deformação, através de ensaios de compressão a frio e também foram analisadas quanto a sua microestrutura, visando um estudo comparativo. Além de terem sido desenvolvidos ensaios de microdureza, que objetivaram uma análise quanto às alterações de dureza do material, o qual sofreu deformação.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O material investigado foi o titânio comercialmente puro grau 2, o qual foi submetido a análises metalográficas e de dureza. Para este estudo foi utilizada uma amostra, como recebida, retirada de uma barra que sofreu processo de fabricação anterior de laminação, sem que tivesse passado por tratamento térmico e ensaio de compressão. Outras três amostras foram analisadas logo após terem sido submetidas às etapas de tratamento térmico e ensaio de compressão. Tais procedimentos foram realizados com o intuito de analisar a microestrutura do titânio comercialmente puro quando submetido às deformações mecânicas, ou não. A análise da microestrutura do material deformado servirá para a verificação de prováveis mudanças na microestrutura e dureza do material.

A amostra de titânio comercialmente puro como recebida, não sofreu tratamento térmico e ensaio de compressão, e foi preparada para análise metalográfica utilizando lixas de granulometria de 180, 220, 360, 600, 800 a 1200, além do auxílio da água destilada. Este procedimento foi realizado até que se adquirisse uma boa qualidade da superfície do material através de imagens geradas pelo microscópio óptico. Posteriormente, realizou-se o polimento da amostra de titânio em pano auto-adesivo para polimento metalográfico com pasta de diamante de 6 μ , 3 μ e 1 μ , além de alumina de 1 μ , a fim de aperfeiçoar o polimento da superfície. Para limpeza e secagem da amostra, utilizou-se álcool etílico e algodão, juntamente com um secador. Novamente, analisaram-se as condições de superfície do material e logo em seguida fez-se o ataque químico da amostra. Para realização deste ataque fez-se a imersão da amostra, durante 5 segundos, em uma solução de Kroll composta por 5% de HNO₃, 10% de HF e 85% de H₂O. A análise da microestrutura do material foi feita utilizando o microscópio óptico modelo Carl Zeiss (Micro Imaging GmbH 37081) e um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) modelo Jeol (JSM – 6510LV).

Posterior à análise metalográfica, esta mesma amostra foi submetida a um teste de dureza Vickers utilizando a máquina para teste de micro dureza *HMV Micro Hardness Tester, Shimadzu*. Para este teste a superfície da amostra foi analisada em cinco pontos, ao longo do seu raio, a fim de encontrar a variação da dureza do material. Aplicou-se uma carga de 0,2 N durante 10 segundos para realização das endentações, as quais foram feitas a uma distancia entre elas de 0,5mm.

O estudo da análise da microestrutura do titânio comercialmente puro quando submetido a diferentes níveis de deformação à temperatura ambiente conta com a análise de três amostras. Estas amostras passaram por um processo de recozimento a 800°C durante 30 minutos, foram resfriadas em óleo e destinadas para ensaios de compressão simples realizados à temperatura ambiente a uma velocidade de deformação constante de 2 mm/min. A primeira amostra sofreu uma deformação de $\varepsilon = 0,05$, a segunda amostra passou por uma deformação de $\varepsilon = 0,10$ e a terceira amostra sofreu uma deformação de $\varepsilon = 0,20$. Após a realização destes ensaios, todo o procedimento de análise metalográfica, já citado anteriormente, foi repetido a fim de analisar as mudanças na microestrutura do material investigado, através do microscópio óptico.

O teste de dureza Vickers também foi repetido com as amostras deformadas, utilizando os mesmos parâmetros, a fim de observar a alteração na dureza das amostras.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Ao analisar a microestrutura do titânio comercialmente puro como recebido, retirado de uma barra que sofreu processo de fabricação anterior de laminação, e sem ter sofrido tratamento térmico e forças compressivas, observa-se

uma superfície marcada por grãos bem definidos, com cerca de 15 μ m de tamanho e com a presença da fase alfa, característica do titânio α , como pode ser visto da Fig 1.

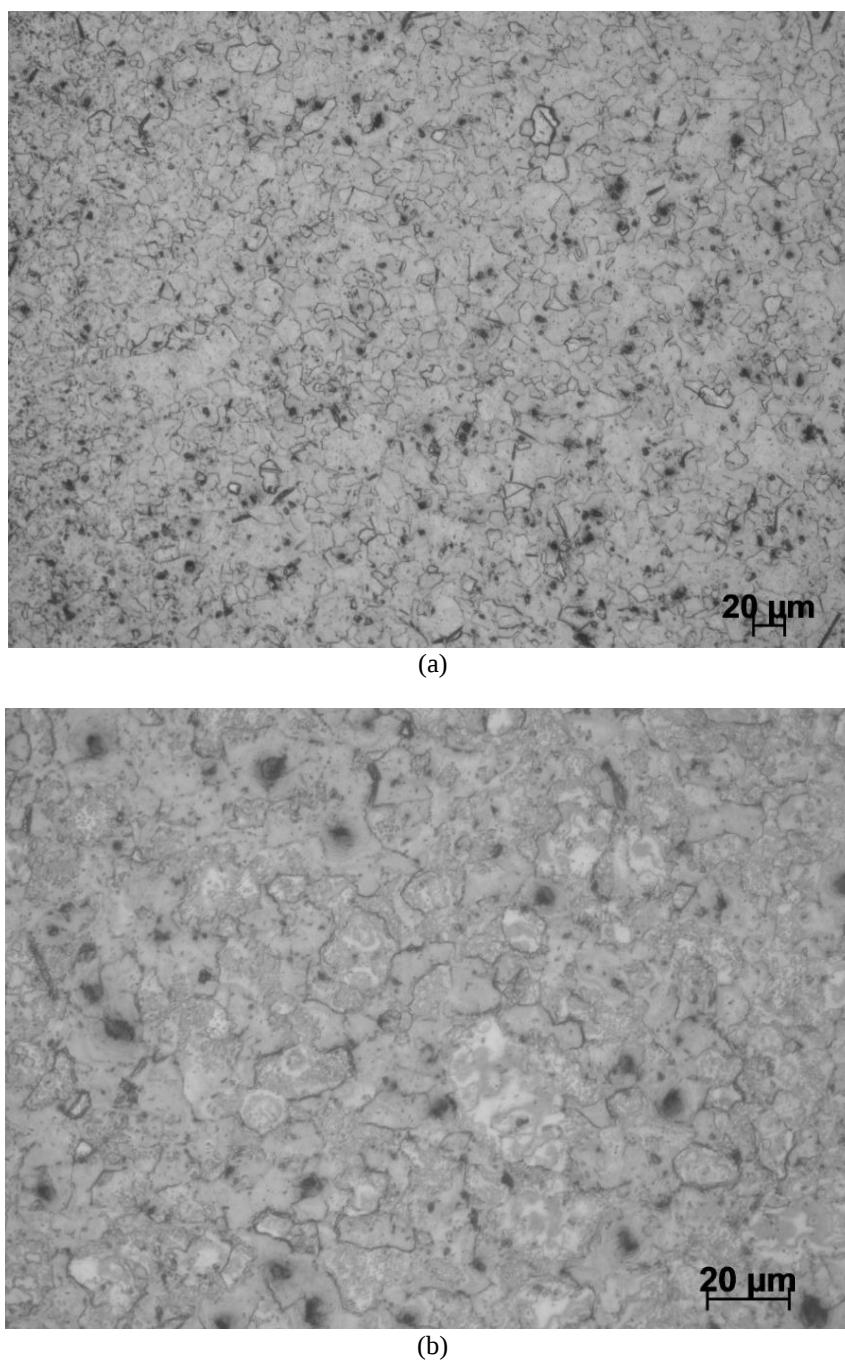


Figura 1. (a) Microestrutura do titânio comercialmente puro como recebido com ampliação de 20X. (b) Microestrutura do titânio comercialmente puro como recebido com ampliação de 50X.

Tratando-se das amostras submetidas a deformações, mediante os ensaios de compressão, encontrou-se, por meio da análise metalográfica, uma microestrutura marcada por deformações de macla ao longo dos seus grãos, presentes nos três níveis de deformação ($\epsilon = 0,05$; $\epsilon = 0,10$ e $\epsilon = 0,20$). Tais deformações apareceram com maior incidência no nível mais alto de deformação, comprovando que à medida que aumenta-se o grau de deformação do titânio puro, as maclas surgem em maior concentração. Tal conclusão pode ser analisada através das Figs 2, 3 e 4.

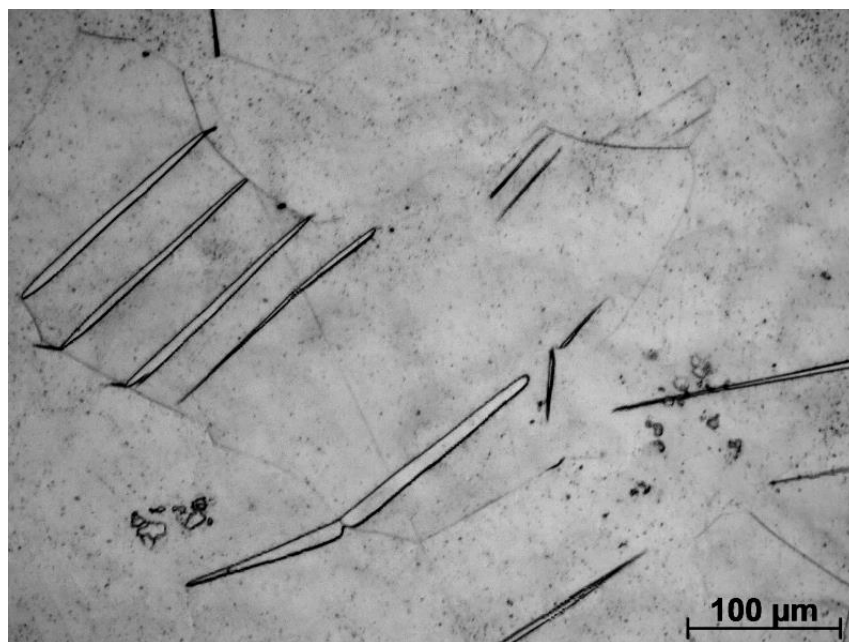


Figura 2. Microestrutura do titânio comercialmente puro ($\epsilon = 0,05$) com ampliação de 20X.

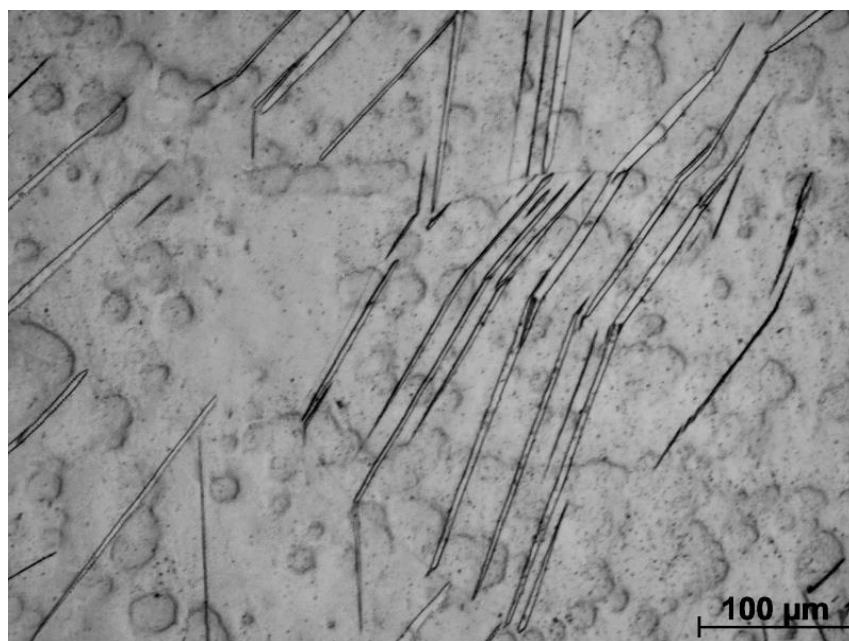


Figura 3. Microestrutura do titânio comercialmente puro ($\epsilon = 0,10$) com ampliação de 20X.

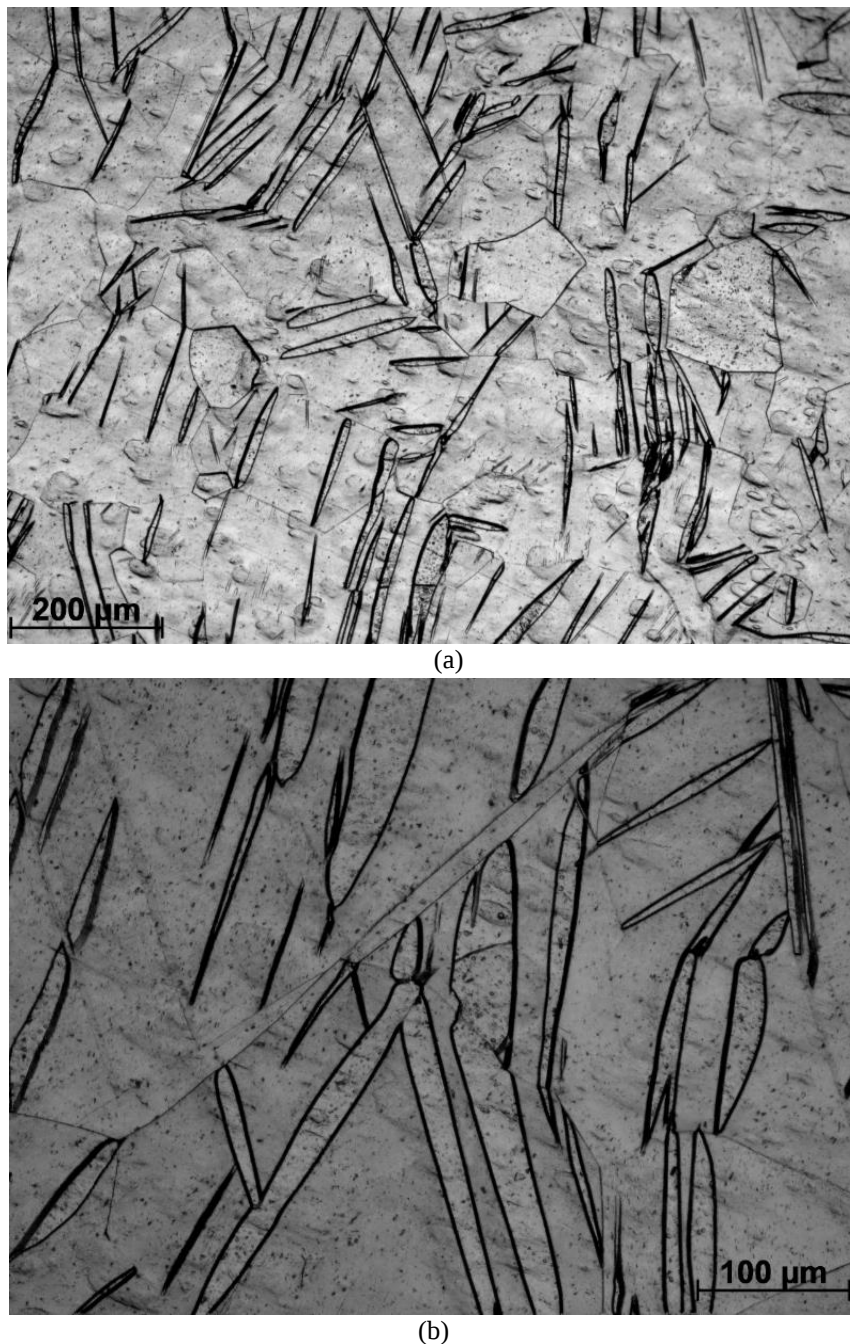


Figura 4. (a) Microestrutura do titânio comercialmente puro ($\epsilon = 0,20$) com ampliação de 10X. (b) Microestrutura do titânio comercialmente puro ($\epsilon = 0,20$) com ampliação de 20X.

Pode-se dizer também, baseado em estudos anteriores, que a depender da direção de carga, diferentes sistemas de deformação por macla tornam-se ativos e alteram a resposta da deformação do material, podendo ser classificada em três fases distintas, A, B e C. A fase A é caracterizada por uma diminuição na taxa de encruamento do material, semelhante ao regime de recuperação dinâmica observada em metais com alta energia de empilhamento – *Stacking Fault Energy* (SFE). Seguido pela Fase B, uma região com o aumento da taxa de encruamento em ambos planos de deformação e compressão uniaxial. Na fase C, ocorre uma diminuição na taxa de encruamento, semelhante à fase A. Durante o aparecimento da região A, a deformação ocorre apenas por deslizamento. A ativação do deslizamento transversal entre os planos basal e prismático com uma comum direção de deslizamento leva a fácil recuperação dinâmica e, por conseguinte, uma menor taxa de endurecimento do material. Na fase B, a deformação por macla conduz a um aumento na taxa de endurecimento, assim como a deformação que aumenta com o aumento da tensão. Como os sistemas de deformação por macla em materiais com estruturas HC não acontecem no mesmo plano dos sistemas de deslizamento, uma considerável quantidade de encruamento é esperada na fase B. A diminuição da taxa de endurecimento durante a fase C pode ser explicada devido à crescente dificuldade em produzir deformação por macla com mais esforço.^{4 5}

No que diz respeito à dureza do material não deformado, as cinco endentações realizadas ao longo do raio da superfície do material mediram valores para a dureza, mostrados na Tab 1, que não implicaram em uma considerável variação de dureza do material. Assim, calculou-se um valor médio para a dureza do material de 278,6 HV, com desvio médio de 11,28 HV.

Tabela 1. Dureza Vickers da Amostra de Titânio Puro Não Deformada

PONTOS MEDIDOS AO LONGO DO RAIOD DA AMOSTRA	DUREZA VICKERS (HV)
1º	263
2º	280
3º	287
4º	266
5º	297
VALOR MÉDIO	278,6
DESVIO MÉDIO	11,28

Para as amostras que sofreram deformação de $\varepsilon = 0,05$, $\varepsilon = 0,10$ e $\varepsilon = 0,20$, os valores de dureza medidos estão representados nas Tabs 2, 3 e 4, respectivamente, juntamente com seus valores médios e desvios médios. As três amostras, assim como a amostra que não sofreu deformação, não apresentaram um desvio muito grande no valor de dureza Vickers medido ao longo das cinco endentações realizadas.

Tabela 2. Dureza Vickers da Amostra de Titânio Deformada ($\varepsilon = 0,05$)

PONTOS MEDIDOS AO LONGO DO RAIOD DA AMOSTRA DEFORMADA ($\varepsilon = 0,05$)	DUREZA VICKERS (HV)
1º	212
2º	202
3º	214
4º	216
5º	202
VALOR MÉDIO	209,2
DESVIO MÉDIO	5,76

Tabela 3. Dureza Vickers da Amostra de Titânio Deformada ($\varepsilon = 0,10$)

PONTOS MEDIDOS AO LONGO DO RAIOD DA AMOSTRA DEFORMADA ($\varepsilon = 0,10$)	DUREZA VICKERS (HV)
1º	216
2º	236
3º	211
4º	225
5º	222
VALOR MÉDIO	222
DESVIO MÉDIO	6,8

Tabela 4. Dureza Vickers da Amostra de Titânio Deformada ($\varepsilon = 0,20$)

PONTOS MEDIDOS AO LONGO DO RAIOD DA AMOSTRA DEFORMADA ($\varepsilon = 0,20$)	DUREZA VICKERS (HV)
1º	219
2º	243
3º	267
4º	240
5º	219
VALOR MÉDIO	237,6
DESVIO MÉDIO	14,88

Comparativamente, é possível analisar, através do valor médio de dureza das quatro amostras em estudo, que a amostra como recebida, a qual passou por um processo de fabricação anterior de laminação, apresenta maior valor de dureza Vickers, enquanto que as amostras deformadas apresentam valores menores de dureza. Além do que, dentre as

amostras deformadas, é possível analisar que a amostra que sofreu menor deformação possui o menor valor de dureza, e a que sofreu maior deformação possui maior valor de dureza. Estas análises podem ser vistas através da Fig 5.

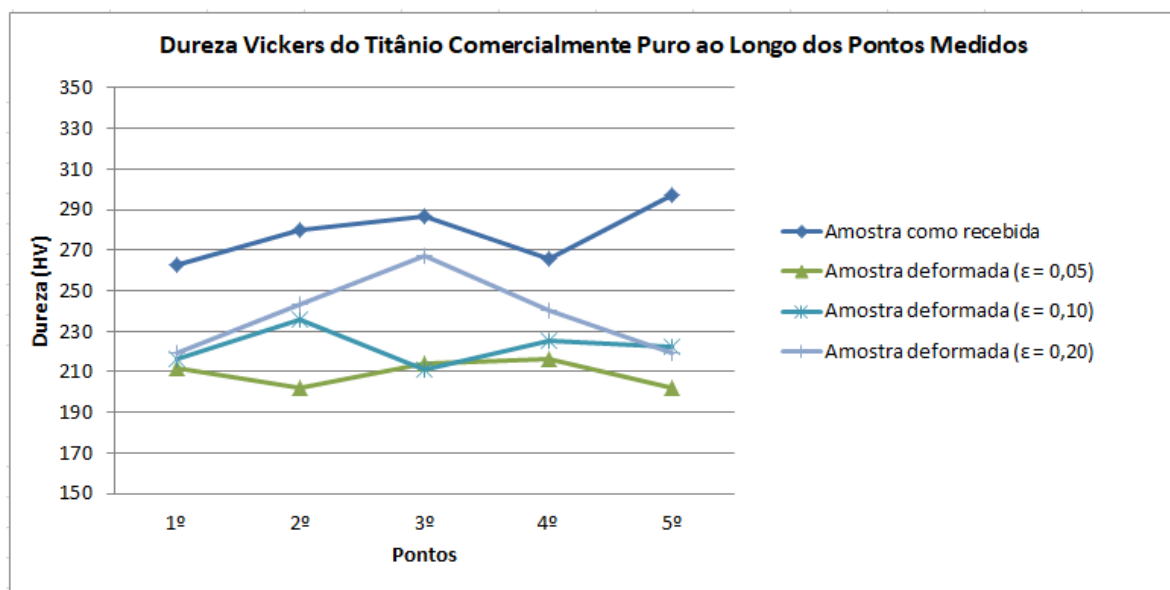


Figura 5. Dureza Vickers do Titânio Comercialmente Puro ao Longo dos Pontos Medidos

4. CONCLUSÃO

O titânio comercialmente puro, em seu estado como recebido, possui contornos de grãos bem acentuados, sem que os mesmos apresentem nenhuma aparência achatada. Já as amostras deste material, quando submetidas aos ensaios de compressão de diferentes níveis de deformação, apresentaram uma microestrutura marcada por deformações de macla, apresentando ao longo da sua microestrutura grãos achatados. Quanto à dureza do material, observou-se um maior valor de dureza para a amostra como recebida, e que não passou por recozimento, como as outras. Este valor maior de dureza deve-se ao refinamento dos grãos da amostra, já que a mesma sofreu uma recristalização anterior, devido a deformação sofrida durante seu processo de fabricação (laminação). Para as amostras que passaram pelo ensaio de compressão, obtiveram-se valores de dureza menores, quando comparados com a amostra como recebida. Fazendo uma análise comparativa entres as amostras testadas através dos ensaios de compressão, a amostra que sofreu deformação de $\epsilon = 0,05$, apresentou dureza média de 209,2 HV, a amostra que sofreu deformação de $\epsilon = 0,10$, apresentou dureza média de 222 HV e a amostra que sofreu deformação de $\epsilon = 0,20$, apresentou dureza média de 237,6 HV, constatando-se que a dureza do titânio comercialmente puro aumenta à medida que a taxa de deformação também aumenta.

5. AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi apoiado e orientado por Rodrigo Santiago Coelho, com co-orientação de Raoni Barreto de Oliveira, os quais sou muito grata pela ajuda, incentivo e apoio.

6. REFERÊNCIAS

- Bergmann, M.; Oliveira, R.B.; Rautenstrauch, A., Selbman, R., Landgrebe, D.; Coelho, R.S. "Gradation Extrusion - Integration of Severe Plastic Deformation into Impact Extrusion Process". **35th SENAFOR**, Porto Alegre, out. 2015.
- Fan, X.G.; Yang, H. "Internal-state-variable based self-consistent constitutive modeling for hot working of two-phase titanium alloys coupling microstructure evolution". **International Journal of Plasticity**, PR China, v. 27, p. 1833-1852, mai. 2011.
- Gurao, N.P.; Kapoor, R.; Suwas, S. "Deformation behaviour of commercially pure titanium at extreme strain rates". **Acta Materialia**, v. 59, p. 3431-3446. 2011.
- Margolin, H.; Farrar, P. "The physical metallurgy of titanium alloys". **Ocean Engineering**, Great Britain, v. 1, p. 329-345. 1969.
- Salem, A.A.; Kalidindi, S.R.; Doherty, R.D. "Strain hardening regimes and microstructure evolution during large strain compression of high purity titanium". **Scripta Materialia**, Philadelphia, v. 46, p. 419-423. 2002.

7. RESPONSABILIDADE AUTORAL

“Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste trabalho”.

STUDY OF THE EFFECTS OF PLASTIC DEFORMATION ON THE COMMERCIALLY PURE TITANIUM'S MICROSTRUCTURE AND HARDNESS

Laís Brêda Mascarenhas Souza, bredalais@gmail.com¹

Raoni Barreto de oliveira, raoni.oliveira@fieb.com.br¹

Rodrigo Santiago Coelho, rodrigo.coelho@fieb.com.br¹

¹ Integrated Campus of Manufacturing and Technology SENAI CIMATEC, BA, Brazil

Abstract. *The increasing application of commercially pure titanium in the manufacture of dental implants is a consequence of its high resistance to corrosion and biocompatibility. Commercially pure titanium, as manufactured, when subjected to manufacturing technology applications has better properties as the increase of its mechanical strength, so that it becomes sufficient for direct application in dental implants. The technique of gradual extrusion is one of these manufacturing technology applications and it aims, through severe plastic deformation and dynamic recrystallization, to raise the level of mechanical resistance due to the ultra-refined microstructure generated in the microstructure of the material. In view of this application, the investigation of the behavior of commercially pure titanium before and after its deformation is very importance for the research. For this, the microstructure of the commercially pure titanium, removed from a rod that have been manufactured by lamination, was analyzed and have not been undergo a posterior heat treatment. In addition, other samples of this material have been subjected to different deformation levels through cold compression tests and subsequent heat treatment in order to analyze the microstructure of these deformed and annealed samples. This study aimed at a comparative analysis between the microstructure of the laminated titanium without having undergone heat treatment and the microstructures of the pure Ti after the compression tests. In addition to studies of the microstructure of commercially pure titanium, based on metallography and microscopic analysis, micro hardness tests were applied to the samples in order to evaluate the modifications in the hardness of the study material. As a result of these analyzes, it was observed that the samples submitted to different levels of deformation presented a microstructure marked by deformation twins, evidencing an improvement in the mechanical properties of the material. As for the hardness of the material, it was found a higher hardness for the sample of pure Ti laminated and that it did not suffer a later heat treatment, justifiable due to the refinement of the grains of the sample, since it had previous recrystallization, due to the deformation suffered during its manufacturing process.*

Keywords: pure titanium; microstructure; severe plastic deformation and ultra-refined grains.