

ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS

FELIPE GARCIA SILVA

**Análise de microestrutura em amostras da liga Ti-53%Nb
produzidas por fusão em leito de pó a laser utilizando pó produzido
por hidrogenação e desidrogenação (HDH)**

Trabalho de Formatura

Departamento de Engenharia
Metalúrgica e de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Fernando José
Gomes Landgraf

São Paulo
2021

FELIPE GARCIA SILVA

**ANÁLISE DE MICROESTRUTURA EM AMOSTRAS DA LIGA
TI-53%Nb PRODUZIDAS POR FUSÃO EM LEITO DE PÓ A LASER
UTILIZANDO PÓ PRODUZIDO POR HIDROGENAÇÃO E
DESIDROGENAÇÃO (HDH)**

Trabalho de Formatura apresentado ao curso de
Engenharia Metalúrgica do Departamento de
Engenharia Metalúrgica e de Materiais da escola
Politécnica da USP.

Orientador: Prof. Dr. Fernando José Gomes
Landgraf

**São Paulo - SP
2021**

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Catálogo-na-publicação

Silva, Felipe Garcia

Análise de microestrutura em amostras da liga Ti-53%Nb produzidas por fusão em leito de pó a laser utilizando pó produzido por hidrogenação e desidrogenação (HDH) / F. G. Silva -- São Paulo, 2021.

55 p.

Trabalho de Formatura - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Manufatura Aditiva I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

RESUMO

A manufatura aditiva é uma técnica relativamente nova que permite a construção de componentes de geometria complexa com redução de etapas de produção, redução de desperdícios e diminuição da necessidade de estoque. Por esse motivo é uma técnica aplicada em diversas áreas como área médica, aeroespacial e de energia. Na área médica, ligas de titânio são amplamente utilizadas na produção de implantes ortopédicos e dentários por conta das suas boas propriedades mecânicas e biocompatibilidade. O uso de manufatura aditiva nesta área é interessante pela possibilidade de produzir implantes sob medida para cada paciente. Para metais, um dos processos de manufatura aditiva mais interessante é o de fusão em leito de pó a laser (FLP-L) (do inglês, *laser powder bed fusion* - *LPBF*), no qual um laser seletivamente funde camada por camada de um leito de pó produzindo a peça desejada. Estudos para entender melhor as propriedades de peças de ligas de titânio produzidas por esse procedimento foram realizados no passado e o intuito deste trabalho é complementá-los. Um fator importante é o tipo de pó utilizado, neste trabalho o objetivo foi o de analisar as diferenças na microestrutura, na porosidade e na textura cristalográfica que o uso de diferentes pós pode gerar em amostras da liga Ti-53Nb produzidas por FLP-L. Foram utilizados dois tipos de pós, os atomizados a plasma (AP) e produzidos por hidrogenação e desidrogenação (HDH). Concluiu-se que o uso do pó HDH dificulta a fusão do pó podendo formar porosidades por falta de fusão além de produzir peças de fusão mais rasas, enquanto o uso de pó AP pode facilitar a formação de peças profundas com a presença de porosidade do tipo *keyhole*.

ABSTRACT

Additive manufacturing is a relatively new technique that allows the construction of complex geometry components with a reduction in production steps, waste and the need for stock. For these reasons it is a technique applied in several areas such as medical, aerospace and energy. In the medical field, titanium alloys are widely used in the production of orthopedic and dental implants due to their good mechanical properties and biocompatibility. The use of additive manufacturing in this area is interesting because of the possibility of producing custom-made implants for each patient. For metals, one of the most interesting additive manufacturing processes is laser powder bed fusion (LPBF), in which a laser selectively melts layer by layer of a powder bed to produce the desired part. Studies to better understand the properties of titanium alloy parts produced by this procedure have been carried out in the past and the purpose of this work is to complement them. An important factor is the type of powder used, the aim of this work is to analyze the differences in microstructure, porosity and crystallographic texture caused by the use of different powders in a Ti-53Nb alloy produced by LPBF. The powders used for the comparison were plasma atomized (AP) and produced by hydrogenation and dehydrogenation (HDH). It was concluded that the use of HDH powder makes powder fusion more difficult, which can form porosities due to lack of fusion, in addition to producing shallower melt pools, while the use of AP powder can facilitate the formation of deeper melt pools with the presence of keyhole porosity.

SUMÁRIO

1. Introdução	7
2. Objetivos	8
3. Revisão Bibliográfica	9
3.1. Manufatura Aditiva	9
3.1.1. Fusão em Leito de pó a laser (FLP-L)	9
3.1.1.1. Porosidade em peças produzidas por FLP-L	11
3.1.2. Tipos de pó	14
3.2. Liga Ti-53%Nb	18
3.3. Textura cristalográfica	20
3.3.1. Macrotextura	21
3.3.2. Microtextura	21
3.3.3. Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)	23
3.3.4. Textura na liga Ti-53 Nb produzida por FLP-L	23
3.4. Exemplos da literatura	26
4. Materiais e Métodos	32
4.1. Material de estudo	32
4.2. Métodos utilizados	33
4.2.1. Preparação Metalográfica	33
4.2.1.1. Lixamento	33
4.2.1.2. Polimento	34
4.2.1.3. Ataque Químico	34
4.2.2. Microscopia Óptica	34
4.2.3. Textura Cristalográfica	35
5. Resultados	36
5.1. Microestrutura e Porosidade	36
5.1.1. Amostra TN5CH - 24	36
5.1.2. Amostra TN5CH - 21	39
5.1.3. Amostra TN5CH - 10	41
5.2. Textura Cristalográfica	43
6. Discussão	45
6.1. Microestrutura e Porosidade	45
6.1.1. Amostras TN5CH-24 e 3T24	47
6.1.2. Amostras TN5CH-21 e 3T21	49
6.1.3. Amostras TN5CH-10 e 3T10	51
7. Conclusões	53
8. Referências Bibliográficas	55

1. Introdução

A manufatura aditiva é um processo relativamente novo de produção de materiais, no qual um componente é primeiramente modelado com ajuda de um software de modelamento 3D e em seguida construído camada por camada. Esse modo de construção permite a fabricação de componentes com geometrias extremamente complexas, o que justifica o interesse em avançar nas pesquisas na área. Entre as vantagens estão também o pouco desperdício de matéria prima, a produção de peças sob demanda, que reduz a necessidade de estoque, e a possibilidade de produzir peças complexas como um todo sem a necessidade de criar subpartes e realizar um processo de montagem. Por esse motivo, a manufatura aditiva já vem sendo utilizada em áreas como a aeroespacial, médica e de energia [1].

Na aplicação médica, a manufatura aditiva permite a produção de implantes ortopédicos e dentários produzidos sob medida para cada paciente, baseando-se nas imagens produzidas a partir do seu próprio corpo, o que gera interesse em avançar estudos nessa área. Para essa aplicação, as ligas de titânio são muito comuns, porém deve-se evitar problemas como o *stress-shielding*, isto é, redução da densidade óssea como resultado de uma mudança na tensão tipicamente aplicada a ele por conta da presença de um implante, e de biocompatibilidade.

Para materiais metálicos um dos principais métodos de fabricação para a manufatura aditiva é a fusão em leito de pó a laser (FLP-L), na qual é estabelecido um leito de pó metálico sobre o qual um laser seletivamente funde camada por camada para produzir o componente desejado. Em trabalhos anteriores, como os de Nobre (2019) e Guzmán (2020), foi analisada a influência de parâmetros de construção como velocidade e potência do laser nas propriedades finais da peça produzida como porosidade e textura cristalográfica [2][3].

Além dos parâmetros citados, outro fator que influencia nas propriedades da peça final são as características do pó metálico utilizado no processo. Entre os tipos de pó, dois que podem ser destacados são: os pós produzidos por atomização a plasma (AP) e produzido por hidrogenação e desidrogenação (HDH). O primeiro apresenta partículas aproximadamente esféricas com boa escoabilidade enquanto o segundo é composto por partículas irregulares com escoabilidade muito limitada.

2. Objetivos

O objetivo inicial do trabalho foi verificar se o emprego do pó produzido por hidrogenação e desidrogenação na fabricação de amostras por fusão em leito de pó da liga Ti-53 Nb tem alguma influência na formação de textura, formação de microestrutura e na presença de porosidade em relação ao uso do pó produzido por atomização a plasma. Para isso foi feita uma comparação dos resultados alcançados no presente trabalho com os obtidos de trabalhos anteriores.

Outro objetivo é verificar a porosidade e a microestrutura nas últimas camadas de construção da amostra, nas quais provavelmente há maior porosidade por conta da menor refusão de camadas de pó. Por se tratarem das últimas camadas a serem fundidas o laser irá fundir poucas camadas superiores às observadas o que acarretará em uma menor refusão do pó e consequentemente mais porosidade.

3. Revisão Bibliográfica

3.1. Manufatura Aditiva

A manufatura aditiva, também conhecida como impressão 3D, é um processo no qual peças são produzidas camadas por camadas baseadas em um modelo digital criado em um software CAD. Por conta disso, este processo permite a criação de peças com geometrias complexas com mínimo uso de matéria prima além de reduzir a necessidade de muitas etapas de processamento convencionais. Também é possível reduzir significativamente o número de peças produzidas, peças que convencionalmente são produzidas separadas e posteriormente são montadas podem ser produzidas diretamente unidas em apenas um processo. Outra vantagem é de que peças podem ser produzidas sob demanda reduzindo a necessidade de estoque e reduzindo o tempo de espera para reposição de peças críticas [1].

Por esses motivos, a manufatura aditiva já é aceita como um novo desafio para produção de peças de alto desempenho principalmente nas áreas médica, de energia, automotiva e aeroespacial. Alguns exemplos de aplicações nestas áreas incluem injetores de combustível de foguetes que antes eram fabricados em várias peças separadas, produção de próteses dentárias e ortopédicas que podem ser produzidas a partir das próprias imagens médicas do paciente e prototipagem para peças automotivas [1].

3.1.1. Fusão em Leito de pó a laser (FLP-L)

Entre os diferentes processos de Manufatura Aditiva está o de fusão em leito de pó a laser (ou *Laser-Powder Bed Fusion*). Neste processo, primeiramente o modelo em software CAD é dividido em camadas planas e o operador define uma técnica de varredura e outros parâmetros de processo da máquina. O pó metálico é espalhado em uma câmara interna da máquina e um laser então funde sequencialmente as respectivas camadas previamente definidas de modo que, a cada passe, todas as camadas já consolidadas se deslocam para baixo e uma nova camada de pó é despejada sobre a anterior, se repetindo o processo. Estas novas

camadas de pó não fundidas vem de outra câmara da máquina ao lado da câmara de montagem que, em vez de descer a cada passe, ela sobe, permitindo que um espalhador despeje seu pó na câmara principal, como mostrado na Figura 1.

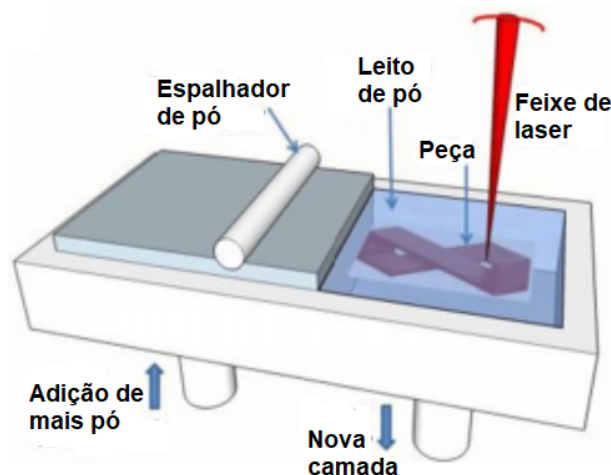


Figura 1 - Representação esquemática de um processo de FLP-L. Fonte: DebRoy (2018)

A câmara onde ocorre o processo normalmente é coberta por uma atmosfera protetiva para evitar a oxidação do metal. Além disso, é realizado um pré-aquecimento do pó metálico através de aquecedores infravermelhos na plataforma de construção e nos alimentadores de pó ou através de resistências elétricas. Este pré-aquecimento permite o uso de um laser com menor potência para fundir o pó e evita o empenamento da peça ao fim do processo, isto é, a deformação da peça por conta de processos de contração e expansão térmica [4].

Após o processo, é necessário aguardar alguns instantes para a peça esfriar antes de poder entrar em contato com o ar atmosférico, por conta da possível oxidação da peça e deformação por contração térmica [4]. Ao retirar a peça, essa é limpa e passa por possíveis processos de acabamento para melhorar propriedades como a porosidade. O pó remanescente é recuperado e, dependendo de suas condições, pode ser utilizado em processos futuros.

Os principais parâmetros de processo na fusão em leito de pó a laser são:

- A potência do laser;
- A velocidade de varredura;
- A espessura da camada, isto é, o quanto a plataforma desce para receber a próxima camada de pó e;
- A distância entre as linhas de varredura.

Outros parâmetros importantes são a estratégia de varredura (de que modo a varredura de cada camada ocorre), diâmetro do laser na camada de pó, as propriedades físicas do pó utilizado (matéria prima, escoabilidade, densidade aparente, etc.) e qual o gás protetor utilizado e a direção de construção da peça.

A partir destes parâmetros é possível definir a chamada densidade de energia (DE) do processo que pode ser dada pela equação (1).

$$DE = \frac{P}{v \times h \times t} \quad (1)$$

De modo que DE [J/mm³] é a densidade de energia, P [W] é a potência do laser, v [mm/s] é a velocidade de varredura, h [mm] é o espaçamento entre os centros das linhas de varredura e t [mm] é a espessura de camada [4].

3.1.1.1. Porosidade em peças produzidas por FLP-L

A partir dos parâmetros ditos anteriormente, é necessário encontrar um conjunto de variáveis que otimizem a produção de peças de modo a maximizar a produtividade e minimizar a presença de defeitos. Entre estes possíveis defeitos está a formação de poros que, quando em alta concentração, podem reduzir propriedades mecânicas importantes nas peças feitas por manufatura aditiva.

Estes poros que surgem no material são divididos em três tipos e as principais diferenças entre estes estão em formato, tamanho e como são formados:

- Os poros de *lack-of-fusion* ou poros de falta de fusão, que ocorrem, como o nome diz, quando o laser não possui densidade de energia suficiente para fundir o material como um todo, formando porosidades com diferentes tamanhos e formatos e, em alguns casos, contendo partículas não fundidas em seu interior.;
- Poros de *keyhole* ou poros de “buraco de fechadura” que ocorrem quando a densidade de energia do laser é muito alta, formando poças de fusão muito profundas vaporizando parte do metal no fundo dessa poça. Esse vapor então é envolto pelo metal líquido que se solidifica formando um poro

arredondado, porém não esférico, com tamanho crescente dependendo da densidade de energia do laser;

- Poros metalúrgicos ou de gás que podem surgir em densidades de energia intermediárias e são atribuídos ao aprisionamento de gás de proteção, a porosidade das partículas de pó ou a vapores de liga na poça fundida. Estes poros normalmente são pequenos e esféricos [6]. A Figura 2 apresenta fotografias dos três tipos de porosidade adquiridas por tomografia de raio X por Plessis (2019).

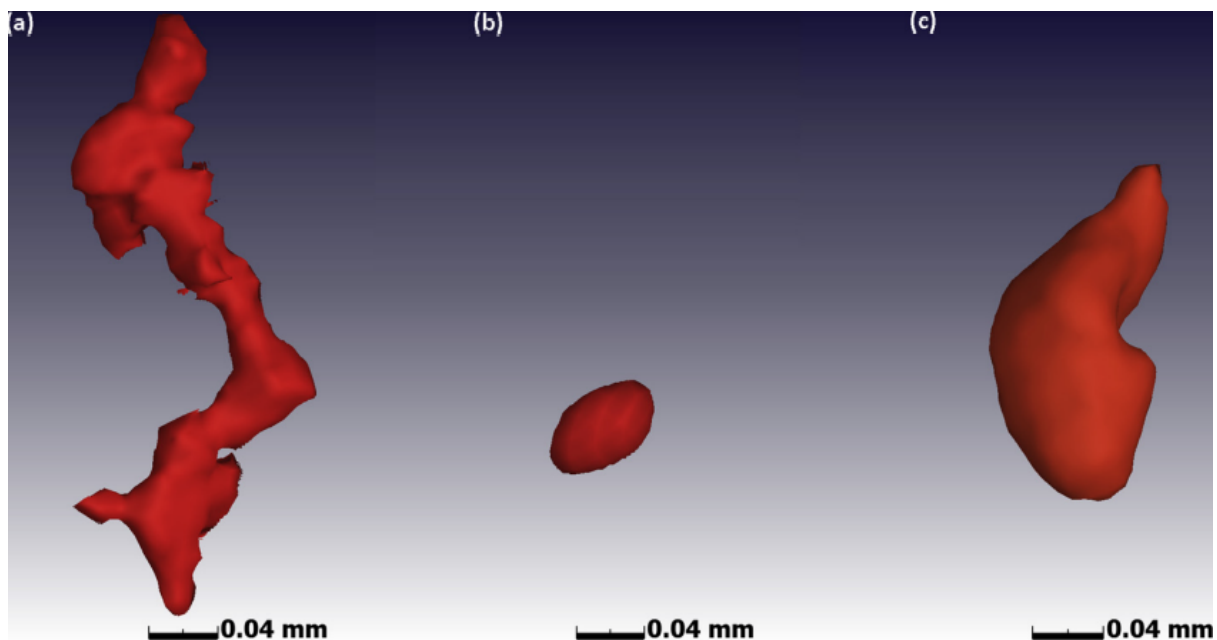


Figura 2 - Fotografias de porosidades de (a) falta de fusão, (b) metalúrgico ou de gás e (c) de *keyhole* adquiridas por tomografia de raio X. Fonte: Plessis (2019).

Outro defeito que pode surgir a partir da escolha de parâmetros inadequados é, por exemplo, o efeito *balling*, no qual, por conta de uma alta velocidade de varredura ligada a uma baixa potência de laser, a poça de fusão se reúne em pequenos aglomerados em vez de formar uma trilha única por conta da sua viscosidade e aos efeitos de tensão superficial. Isso pode gerar uma distribuição desigual da camada de pó prejudicando a fusão da próxima camada. Em outro caso, uma velocidade de varredura pequena ligada a uma potência de laser também pequena pode levar a formação de trilhas de fusão não contínuas por conta das poças de fusão serem menores e estarem mais próximas da temperatura de fusão. Outro defeito encontrado é a formação de chamadas *denudation zones*, na qual

ocorre a remoção de pó da frente ou dos lados da poça de fusão por conta da sua dinâmica ou do fluxo de gás, fazendo com que a fusão do pó se dê de modo irregular. Similar à situação anterior, respingos de poça fundida podem cair sobre o pó ainda não fundido, ali se solidificando e funcionando como uma proteção térmica para o laser, podendo causar problemas de falta de fusão [6].

Plessis (2019), estuda em seu trabalho de que maneira a variação de parâmetros como a potência do laser, a velocidade de varredura, a distância entre as varreduras de contornos e a varredura central, a espessura da camada e o espaçamento entre as linhas de varredura influenciam na formação de diferentes tipos de porosidade na liga Ti-6Al-4V. Seu trabalho mostrou que potências de laser muito baixas podem acarretar na formação de porosidades por falta de fusão (de formatos irregulares e normalmente espaçadas de maneira organizada). Com o aumento da potência do laser há uma transição nítida a partir da qual não existe mais este tipo de porosidade e gradualmente, com o aumento da potência, começam a aparecer mais porosidades do tipo *keyhole* distribuídas aleatoriamente ao longo da peça. O tamanho e a quantidade de porosidades do tipo *keyhole* aumentam com o aumento da potência, de modo que, existe uma potência ótima que minimiza a presença de poros. Esta potência ótima é mais facilmente alcançada para velocidades de varredura maiores, porém, com o aumento da velocidade de varredura, o valor desta potência ótima também aumenta [6].

Plessis (2019) também notou que o aumento da distância entre as varreduras de contornos e as ilhas de varredura centrais gera porosidades próximas à superfície que são análogas a porosidades normalmente encontradas em peças feitas por FLP-L. Elas podem aparecer devido ao fato do laser desacelerar antes de virar e varrer a próxima trilha, causando um aumento da densidade de energia próxima a superfície e ocorrendo porosidades do tipo *keyhole* [6].

Já em relação a altura de camadas e espaçamento entre linhas de varredura, Plessis (2019) conclui que o aumento da altura de camadas pode gerar menos sobreposição e menos refusão fazendo surgir poros por falta de fusão aproximadamente horizontais enquanto o aumento da distância entre linhas gerou um processo semelhante ao citado resultando em falta de fusão entre as trilhas adjacentes com formação de poros aproximadamente verticais [6]. Este processo de sobreposição de trilhas e camadas é mostrado na Figura 3.

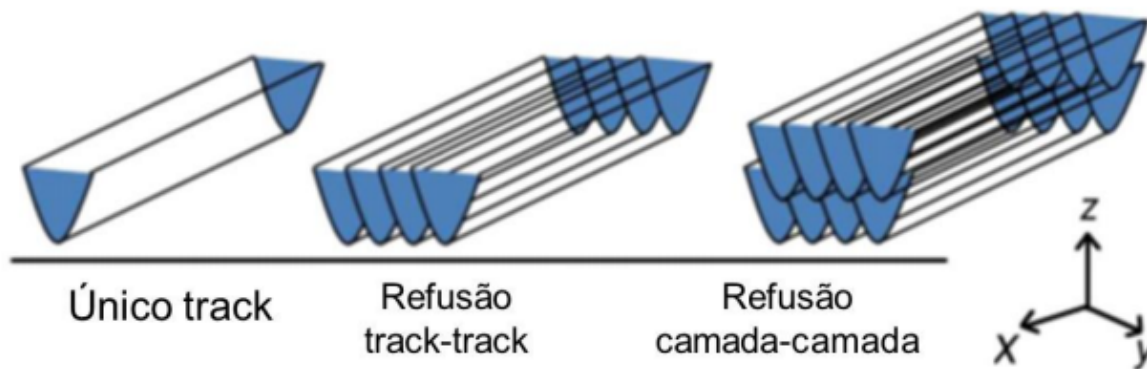


Figura 3 - Representação esquemática da refusão entre trilhas e entre camadas. Fonte: Guzmán (2020)

A morfologia e distribuição de tamanho de partículas do pó também podem afetar a porosidade final da peça. Pós com partículas pequenas e com morfologia irregular podem ter uma pior escoabilidade, afetando negativamente a distribuição de pó na câmara de construção fazendo com que não haja uma espessura de camada contínua de deposição durante o processo. Já pós com uma ampla distribuição de tamanho de partículas com morfologias regulares podem criar um leito mais denso já que partículas menores ocupam os espaços entre as partículas maiores. É sabido, porém, que partículas menores que $5\ \mu\text{m}$ podem formar aglomerados afetando negativamente escoabilidade do pó. Em alguns casos, a densidade do leito pode variar ao longo da deposição e espalhamento do pó por conta de partículas menores se depositarem antes das maiores e partículas maiores que a espessura da camada poderem bloquear a entrada de pó [7].

3.1.2. Tipos de pó

Existem diferentes tipos de processos de produção de pós metálicos sendo que o principal desafio é a alta possibilidade de oxidação dos pós metálicos devido a grande superfície de contato desta geometria com o ar. Alguns exemplos de métodos para manufatura de pós metálicos são: atomização a gás, atomização a água, atomização rotativa, eletrodo rotativo a plasma, atomização a plasma (AP) e hidrogenação e desidrogenação (HDH) [1]. O modo como o pó é processado influencia em suas características, influenciando, portanto, as características de peças feitas com aquele pó [4]. Imagens obtidas por microscopia eletrônica de

varredura (MEV) de diferentes tipos de pós, com diferentes formatos, bem como a comparação de pós obtidos por atomização a gás e atomização a água são mostradas na Figura 4 [1].

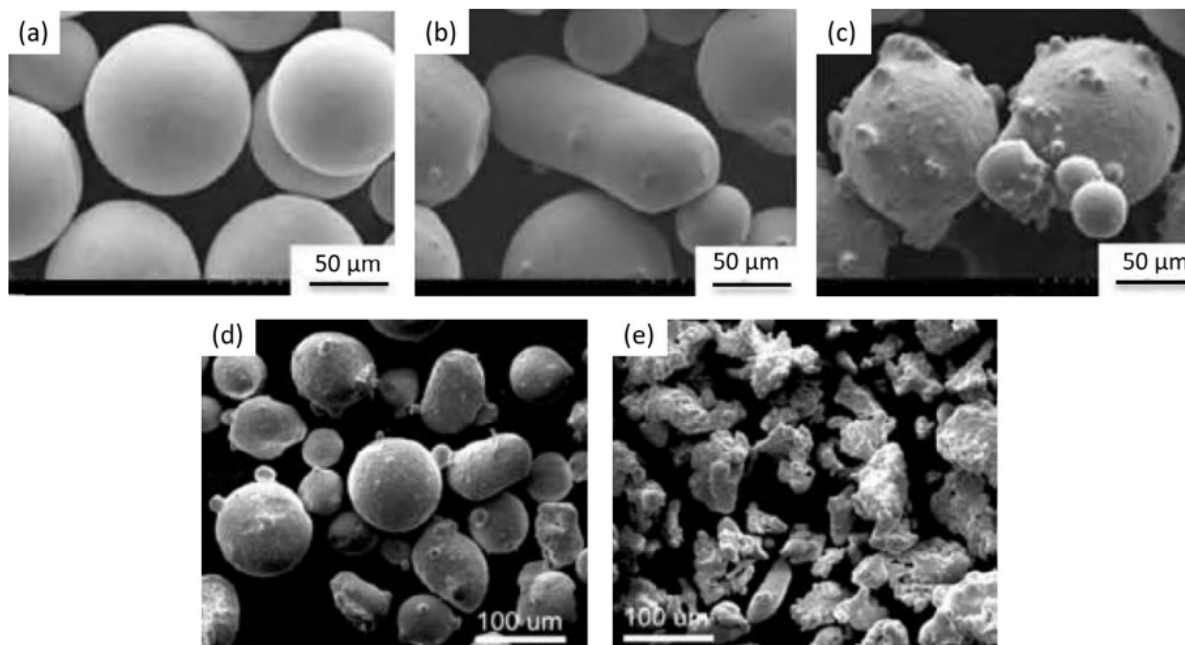


Figura 4 - Imagem MEV de pós de liga fabricados pelo processo (a) Eletrodo rotativo a plasma (b) Atomização rotativa e (c) Atomização a gás. Comparação da forma de pós fabricados pelos processos (d) Atomização a gás e (e) atomização a água. Fonte: DebRoy (2018)

Entre os tipos de processos citados, dois que podem ser citados pela diferença do pó resultante são: a atomização a plasma e a hidrogenação e desidrogenação.

O processo de atomização a plasma é realizado em uma câmara, na qual um fio do metal em questão é alimentado na parte superior e é aquecido por duas tochas de plasma. O plasma em alta temperatura e velocidade funde o fio e o atomiza, formando gotículas de metal líquido que se solidificam antes de cair em um reservatório [4]. Por se solidificarem durante a queda, as partículas de atomização a plasma são majoritariamente esféricas e com baixa presença de defeitos, além de apresentarem poucas partículas aglomeradas ou do tipo “satélite” (partículas muito finas)[4]. A Figura 5 apresenta um esquema do processo de atomização a plasma.

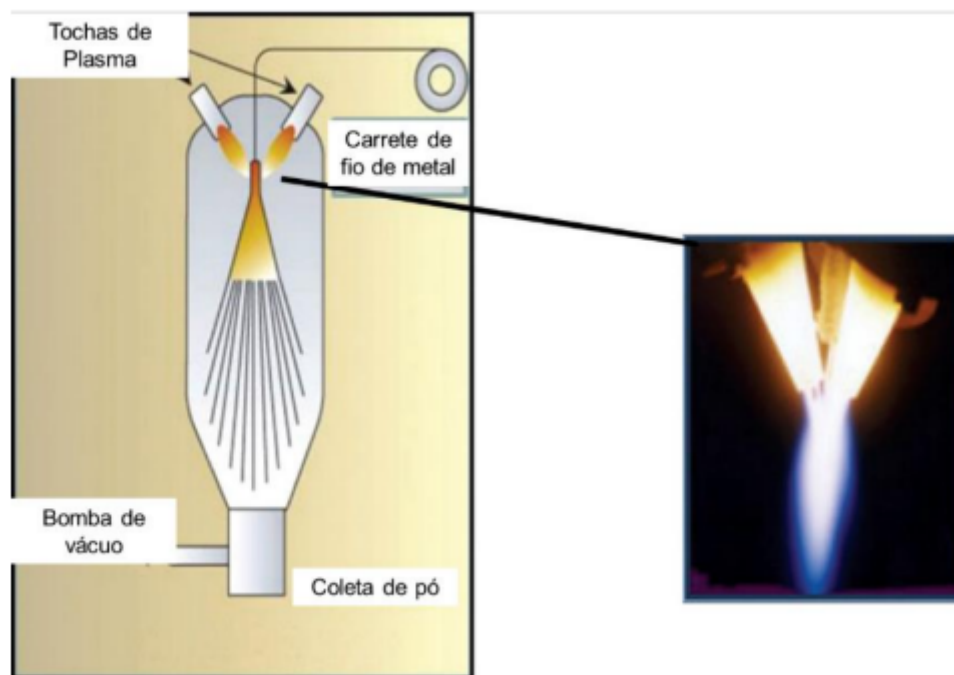


Figura 5 - Representação esquemática do processo de atomização a plasma.

Fonte: Guzmán (2020)

Já o processo de fabricação de pós por hidrogenação e desidrogenação (HDH) funciona de maneira que o hidrogênio age como elemento fragilizador para que o material possa ser triturado e moído até a granulometria desejada [4]. O material é primeiramente hidrogenado formando hidretos fragilizados que são pulverizados, em seguida o pó resultante é desidrogenado devolvendo parcialmente as propriedades mecânicas de ductilidade do material [4]. Este processo produz partículas irregulares em que partículas de pó podem ser sintetizadas entre si formando aglomerados ou satélites que dificultam a distribuição granulométrica [4]. Além disso, geralmente os pós produzidos por esse procedimento são de baixa qualidade, com altas concentrações de oxigênio, nitrogênio e hidrogênio [4]. Porém, existe a vantagem de que este processo de manufatura do pó é mais barato e pode ser realizado em grande escala [4].

Como dito anteriormente, as propriedades do pó influenciam as propriedades das peças produzidas por manufatura aditiva. O ideal é que o pó apresente uma alta escoabilidade, para uma deposição mais homogênea no leito, alta densidade aparente, com menos espaços entre as partículas, e partículas regulares, para uma baixa rugosidade na peça final [4].

Os resultados obtidos por Guzmán (2020) [4], mostram que o pó do tipo AP pode apresentar um melhor desempenho em relação ao pó HDH na fabricação de peças por fusão em leito de pó. A Figura 7 apresenta a densidade relativa de amostras produzidas com pó HDH e com pó AP em relação a densidade mássica de energia utilizada na fabricação de cada amostra. Essa densidade mássica de energia (D_{ME} [J/mg]) é dada pela equação (2) [4].

$$D_{ME} = \frac{DE}{\rho_a} \quad (2)$$

De modo que DE [J/mm³] representa a Densidade de energia do processo dada na equação (1) e ρ_a [mg/mm³] representa a densidade aparente do pó utilizado.

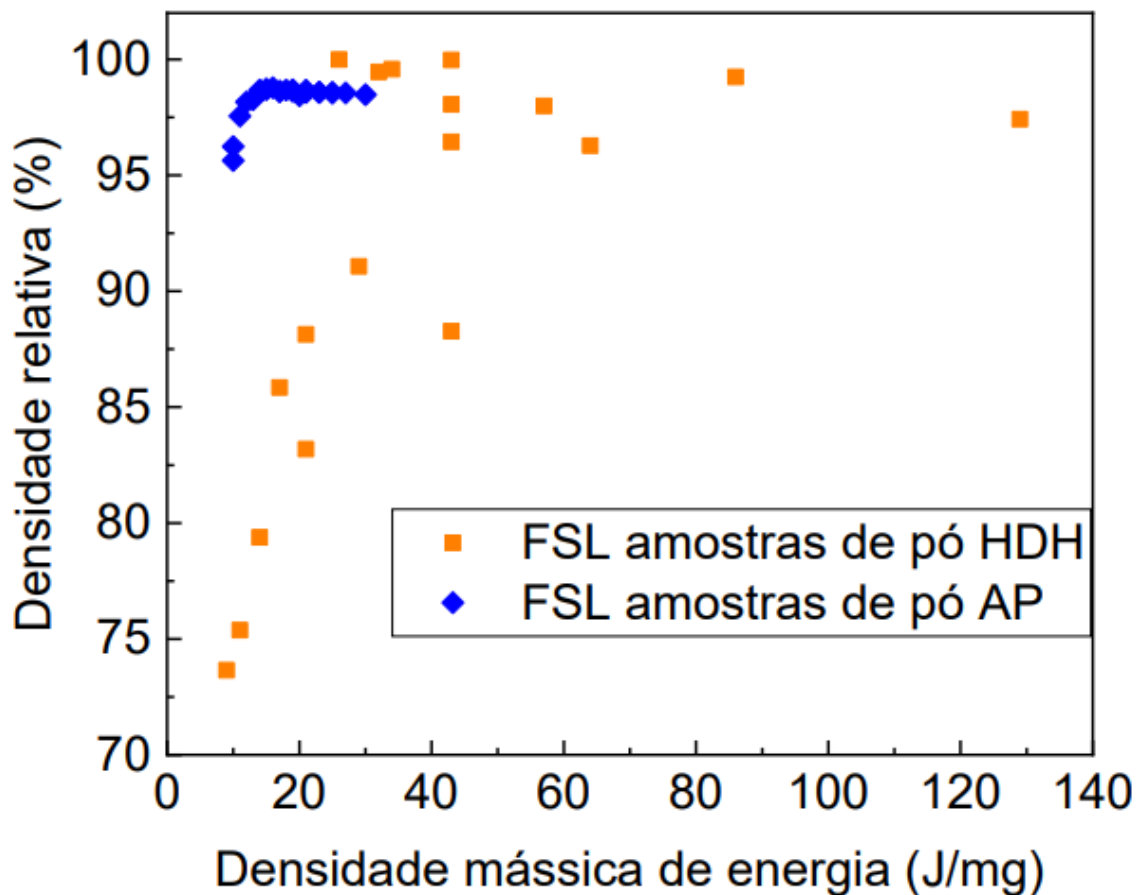


Figura 7 - Comparação da densidade relativa de amostras produzidas com o pó HDH e AP em relação a densidade mássica de energia utilizada. Fonte: J.S. Guzmán Hernandez (2020)

Percebe-se que é possível obter amostras com alta densidade tanto com o pó HDH quanto com o pó AP, porém é necessária uma maior densidade mássica de energia para obter amostras com maior densidade aparente com o pó HDH. Isto se dá, de acordo com Guzmán (2020), devido a menor densidade aparente e baixa escoabilidade do pó HDH, fatores que prejudicam a distribuição homogênea das partículas no leito de pó e dificulta a transferência de calor, sendo necessária uma maior densidade de energia para fundir completamente as partículas [4].

3.2. Liga Ti-53%Nb

Muitas ligas de titânio vêm sendo estudadas na área de manufatura aditiva, principalmente, por conta das suas boas aplicações nas áreas aeroespacial e médica. A principal liga de titânio usada na manufatura aditiva é a liga Ti-6Al-4V por conta da sua boa relação de resistência por peso para ambas as aplicações e sua boa biocompatibilidade para produção de implantes médicos [1][5].

Mesmo com a comum aplicação da liga Ti-6Al-4V em implantes médicos produzidos por manufatura aditiva, foi mostrado que a presença de elementos como alumínio e vanádio podem estar ligados a uma citotoxicidade do material. A presença destes elementos podem causar alergia e outras possíveis doenças no corpo humano [1][5].

Outra preocupação causada pelo uso de próteses é o chamado *stress shielding*, fenômeno no qual o osso passa a perder densidade por conta da grande diferença de módulo de elasticidade entre a prótese e o osso. Para reduzir esta diferença, pode-se inserir poros nos implantes, usar materiais com menor módulo de elasticidade ou realizar pesquisas para controlar melhor a sua textura cristalográfica [5].

A liga Ti-53%Nb é normalmente utilizada para a produção de supercondutores e o interesse nesta liga para a produção de implantes produzidos por manufatura aditiva vem crescendo, principalmente, pelo fato desta apresentar um módulo elástico de 80 GPa (mais próximo do osso em relação a liga Ti-6Al-4V) e pelo fato dela ser mais biocompatível (Nióbio não apresenta citotoxicidade). Apesar

destas propriedades, esta liga ainda não apresenta uma aplicação ampla na área de produção de implantes [5].

Sabe-se que no sistema Ti-Nb o nióbio estabiliza a fase β que é cúbica de corpo centrado (CCC) e que na liga Ti-53%Nb é possível manter esta fase em um estado metaestável. Além disso, o nitrogênio e o oxigênio são elementos endurecedores do sistema Ti-Nb. Sabe-se também que a presença de oxigênio está relacionado com a precipitação da fase α hexagonal compacta (HC) no sistema [4].

A Figura 8 representa um diagrama de fases do sistema Ti-Nb [4]. Nota-se que a região de solução sólida β (CCC) apresenta uma faixa completa de solubilidade acima de 882°C e a solução sólida α (HC) se restringe a temperaturas inferiores a 882°C e é rica em Ti. Pelo fato da transformação β - α ser muito lenta, parte da fase β permanece metaestável à temperatura ambiente mesmo com teores de titânio próximos a 60%[4].

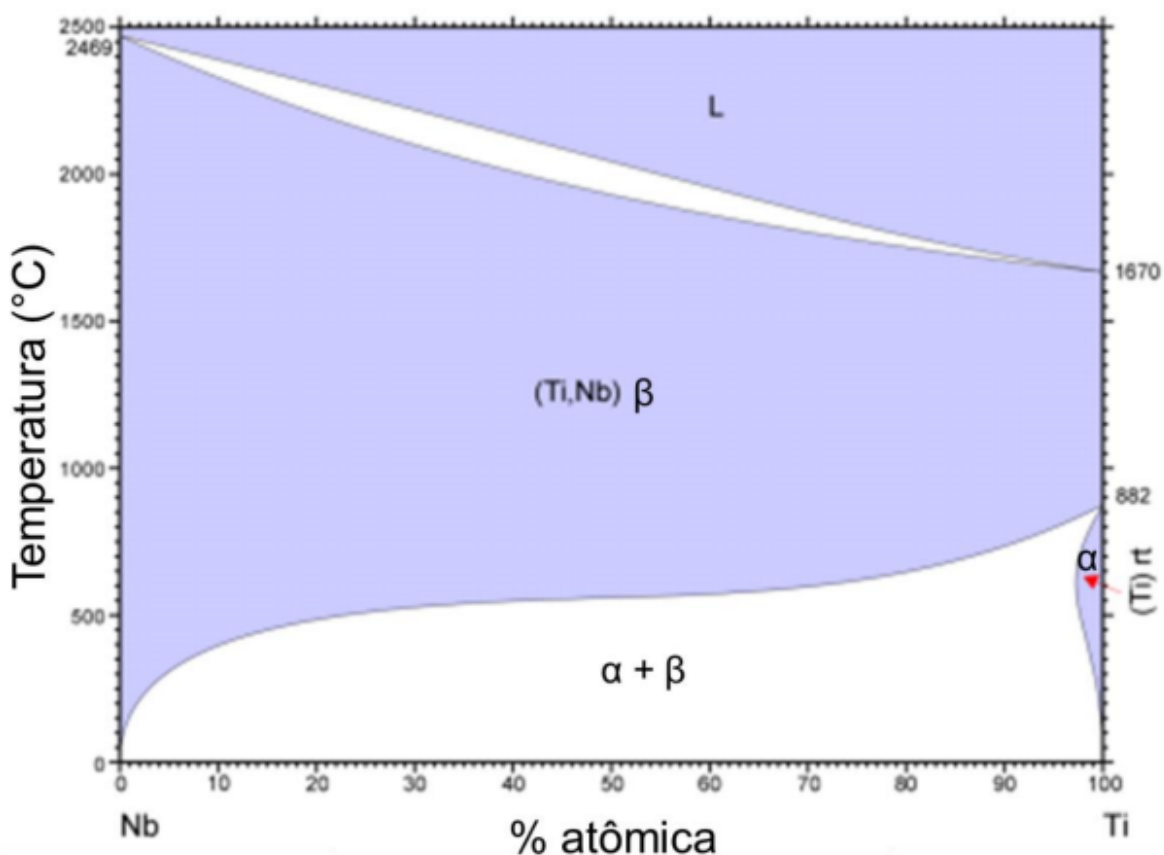


Figura 8 - Diagrama de fases do sistema Ti-Nb produzido através do software Thermo-calc.
Fonte: Guzmán (2020)

A tabela 1 do Guzmán (2020) indica as faixas de composição para as diferentes fases que podem se formar no sistema Ti-Nb.

Tabela 1 - faixas de composição para as diferentes fases no sistema Ti-Nb. Fonte: Guzmán (2020) [4]

Fase	Estrutura Cristalina	Composição % (atômica) Nb
α	HC	0-2,5
β	CCC	0-100
α'	HC	0-11
α''	Ortorrômbica	10-28
ω	Hexagonal	9-30
τ	Tetragonal de Corpo Centrada	15-26

3.3. Textura cristalográfica

A orientação cristalográfica de um material se refere a como os planos atômicos dos cristais de um aglomerado policristalino estão posicionados em relação a um sistema de referência fixo [9]. Esta característica está presente em qualquer material que possua uma estrutura policristalina que é a condição da maioria dos materiais cristalinos [9].

A orientação cristalográfica destes grãos em materiais policristalinos raramente são aleatórias, normalmente existe um padrão nas orientações presentes e uma propensão a ocorrência de certas orientações. Orientação preferencial ou simplesmente textura é o nome dado a esta tendência [9]. Muitas propriedades do material são influenciadas pelas orientações preferenciais de seus cristais, por isso, conhecer a textura é tão importante. Em alguns casos, os valores de propriedades podem ser modificados em até 20-50% dependendo da textura [9].

Alguns exemplos de propriedades que dependem da textura do material são [9]:

- Módulo de Young
- Coeficiente de Poisson
- Resistência mecânica
- Ductilidade
- Dureza
- Permeabilidade Magnética
- Condutividade Elétrica

- Expansão térmica

Esta influência da textura nas propriedades dos materiais é explorada na tecnologia de fabricação de modo a criar peças com características e comportamentos específicos. em alguns casos, os mecanismos exatos de formação de textura não são completamente entendidos, então a experiência empírica é empregada para estabelecer os melhores processos de produção de textura [9].

A textura de um material geralmente muda após processos como deformação ou recristalização [8]. Deste modo, a caracterização destas mudanças pode ser usada para entender melhor o histórico deste material, sendo assim, a análise da textura pode ser considerada uma importante ferramenta de diagnóstico de materiais [9].

3.3.1. Macrotextura

O principal método para medir texturas é a difração de raios-x usando um goniômetro de textura que dá um valor de fração volumétrica de uma família particular de planos. A textura obtida é, então, um valor médio para todo o volume amostrado que normalmente contém milhares de grãos. A este método de textura que obtém um valor médio de uma série de grãos é normalmente dado o nome de “macrotextura” [9].

3.3.2. Microtextura

A textura obtida por raios-x mostra uma fração volumétrica de uma certa orientação cristalográfica do material, porém não mostra como estes grãos estão distribuídos [9]. Com isso, não é possível estabelecer uma conexão direta entre a microestrutura e a cristalografia do material de modo que as orientações de cristais individuais eram difíceis de serem obtidas, por conta disso, diversas informações importantes do material eram perdidas. Assim, foi criada uma abordagem que lidasse com as estatísticas de orientação de uma população de grãos individuais e também abrangesse a localização espacial desses grãos, chamada microtextura [9].

Com o conhecimento simultâneo da localização espacial e orientação cristalográfica dos grãos, diversos fenômenos novos puderam ser explorados, como:

- Efeitos de propriedades locais: A variação no valor de propriedades que dependem da orientação cristalográfica será intensificada em regiões em que grãos de orientações parecidas encontram-se acumulados.
- Parâmetros e propriedades de interfaces: Quando as orientações individuais são conhecidas, é possível calcular a diferença de orientação (ou desorientação) entre os grãos vizinhos e obter informações sobre a distribuição da geometria do contorno do grão, que pode ser chamada de mesotextura, ou seja, a textura entre os grãos.
- Parâmetros morfológicos e geométricos de grãos: O acesso simultâneo a parâmetros geométricos e orientacionais permite que sejam feitas correlações entre os dois.
- Variações de orientação em grãos individuais: Por definição, um grão possui uma orientação única, porém na realidade isto não ocorre. Dentro dos grãos, particularmente próximo aos contornos ou em materiais deformados, uma certa variação de orientação pode ocorrer.
- Relações entre fases: É possível estudar materiais multifásicos de modo a observar simultaneamente a textura de cada fase, bem como a distribuição de suas orientações e as relações de orientação entre os cristais individuais de cada fase.
- Medições de ODFs (funções de distribuição de orientação) diretas: Orientações de grãos inteiros são obtidas diretamente em vez de calculadas a partir da distribuição de planos cristalinos como no caso do raio-x. Portanto, os ODFs obtidos por medições de microtextura fornecem a verdadeira distribuição de orientação dos grãos amostrados [9].

De maneira geral as microtexturas podem ser constituídas por várias orientações preferenciais. No entanto, estas orientações preferenciais tendem a ser distribuídas espacialmente de forma não aleatória, o que dá origem a distribuições anisotrópicas de contornos de grão e propriedades de grão, conforme descrito anteriormente. Esse fato demonstra a importância de se obter informações de microtextura [9].

3.3.3. Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

A capacidade de obter informações em um nível microestrutural em um material implica que o tamanho da “sonda” formada pela radiação utilizada para análise seja menor do que o tamanho das próprias unidades microestruturais [9]. Por esse motivo o uso de elétrons é ideal para análise combinada de microestrutura e cristalografia. Por esse motivo, uma técnica mais conveniente baseada em MEV (microscopia eletrônica de varredura) foi desenvolvida e é chamada de difração de elétrons retroespalhados (do inglês *Electron backscatter diffraction* - EBSD). A característica mais atrativa desta técnica é o fato dela fornecer rapidamente e simultaneamente uma análise automática de difração fornecendo imagens com resolução de faixa nanométrica combinadas com capacidades regulares de um MEV, isto é, capacidade de analisar amostras grandes com simultânea análise química e a possibilidade de criar imagens de superfícies rugosas [9].

A técnica consiste em posicionar a amostra na câmara de amostras do MEV com uma certa angulação entre ela e o feixe de elétrons. Esta angulação é importante para aumentar o número de elétrons que conseguem sofrer difração e escapar da superfície do material. Os diferentes grãos com diferentes orientações cristalográficas irão gerar diferentes padrões de difração que serão analisados em tempo real e armazenados. Posteriormente é possível reconstruir a microestrutura de modo a deixar evidente as diferentes orientações cristalográficas dos grãos [9].

3.3.4. Textura na liga Ti-53 Nb produzida por FLP-L

O método de fusão em leito de pó a laser utiliza uma fonte de calor de alta potência e velocidade para produzir suas peças. Por esse motivo, existe a ocorrência de textura durante a solidificação [2]. Esta presença de textura gera anisotropia de propriedades, de modo que, através do seu controle pode-se também controlar melhor a magnitude de grandezas em certas direções para as peças.

Esse fato faz surgir um interesse no controle da textura em ligas de Ti-53 Nb produzida por FLP-L para que seja possível diminuir, por exemplo, a magnitude do módulo de elasticidade em certas direções de implantes para evitar a ocorrência de *stress shielding* no paciente, abrindo novas possibilidades de biomateriais para uso

em implantes [2]. Sabe-se que os parâmetros de produção no FLP-L alteram a microestrutura e orientações cristalográficas do material final, então, estudos nesse sentido passaram a ser conduzidos.

Nobre et al. (2019) analisaram em seu trabalho como variam a microestrutura e textura cristalográfica da liga Ti53Nb produzidas por FLP-L ao variar a velocidade de varredura do laser no processo. Foi concluído que esta liga apresenta uma microestrutura predominantemente celular por conta da alta velocidade do processo, gerando altos gradientes de temperatura. Além disso, regiões onde há maior troca de calor por conta de refusão parcial apresentam microestrutura celular dendrítica, além de ser possível observar crescimento epitaxial em algumas bordas de poças de fusão, como mostrado na Figura 9 [2].

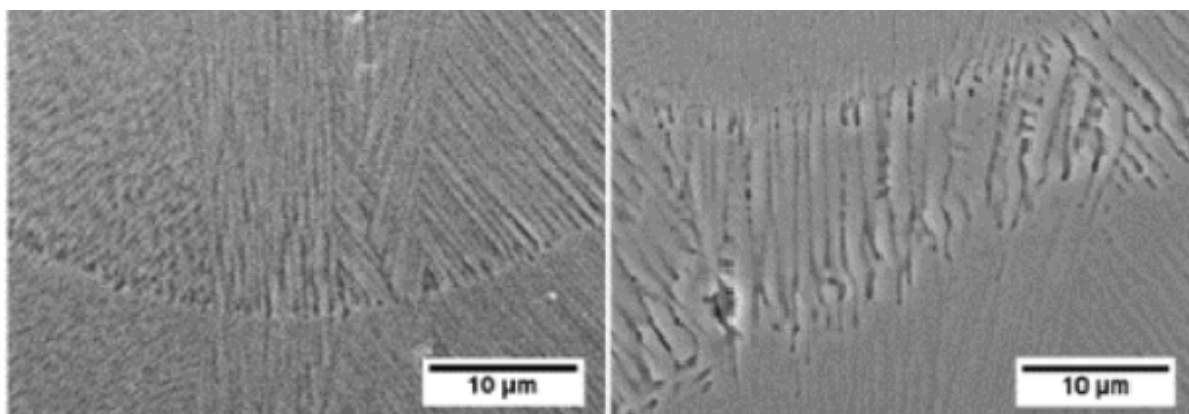


Figura 9 - . Imagens MEV da poça de fusão da liga Ti-53Nb fabricada por FLP-L mostrando o crescimento celular com epitaxialidade nas bordas e crescimento dendrítico por conta de refusão. Fonte: Nobre R.M. et al. (2019)

O gradiente térmico nas poças de fusão, de maneira geral, é perpendicular à borda e também é maior na linha de fusão. Como a curvatura da poça é alterada com a alteração da velocidade de varredura, o gradiente térmico e a taxa de crescimento na morfologia de solidificação também são. O crescimento da microestrutura tende a ocorrer paralelamente à maior taxa de retirada de calor, de modo que poças profundas tendem a apresentar crescimento de microestrutura próximas ao aleatório e poças rasas tendem a apresentar maior predominância de direções $\langle 100 \rangle$ próximas à direção paralela à varredura [2].

O modo de crescimento da microestrutura está relacionado com a textura obtida nas amostras. Quando o modo celular dendrítico de crescimento ocorre, a

direção $\langle 100 \rangle$ é a de mais fácil crescimento em materiais cúbicos [2]. Devido ao crescimento competitivo, em materiais CCC, grãos com orientação $\langle 100 \rangle$ que se apresentam orientados aproximadamente paralelos à direção de máximo gradiente térmico irão crescer preferencialmente. No material em questão ocorre nucleação de grãos de diversas orientações nas bordas das poças de fusão, porém apenas aqueles com a direção $\langle 100 \rangle$ aproximadamente paralela à direção de máximo gradiente térmico poderão crescer [2]. Então, a textura do material pode ser influenciada pela mudança de formato das poças de fusão.

A Figura 10 representa o mapa de orientações das amostras de Nobre R.M. et al. (2019) com cores da figura de polo inversa (FPI) apresentando direções $\langle uvw \rangle$ em relação ao plano x-z. Nela é possível observar que a Figura 10(a) apresenta orientação próxima do aleatório aumentando a predominância de direções $\langle 100 \rangle$ paralelas à direção de varredura do cubo em (b) e ainda mais em (c), fato que pode estar relacionado com a mudança de formato das poças de fusão.

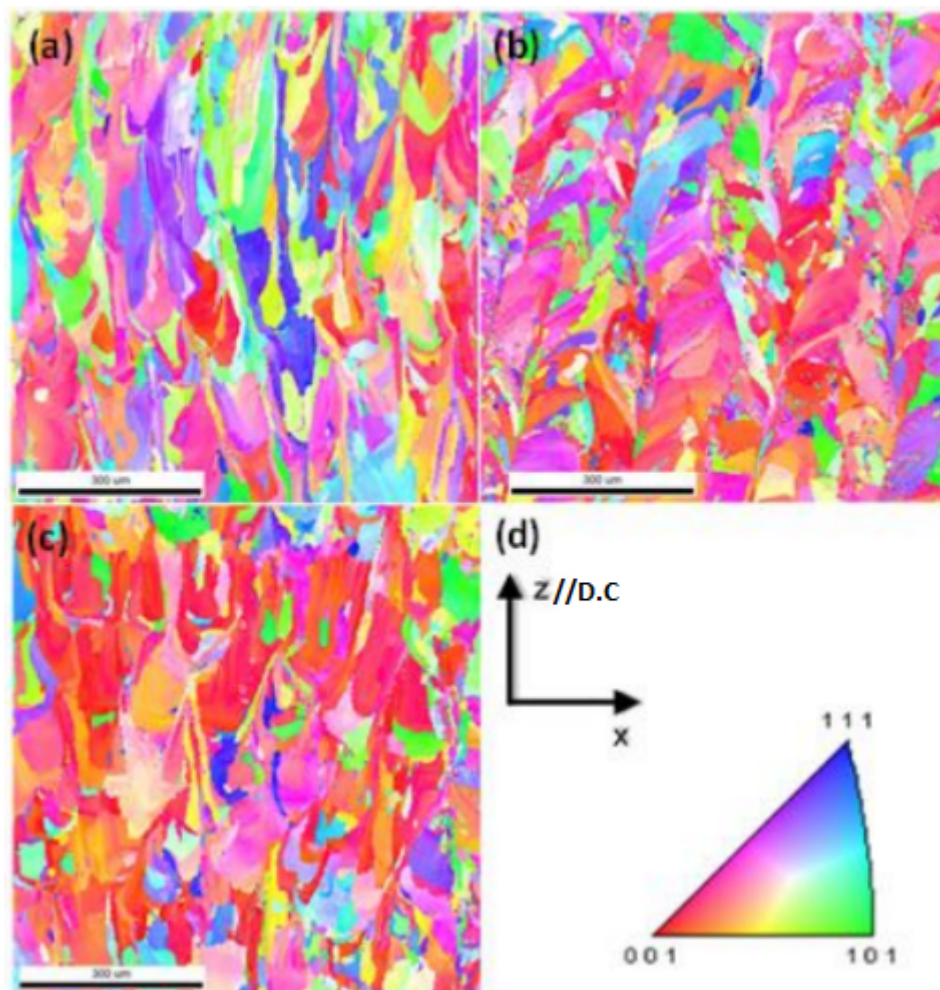


Figura 10 - Mapa de orientações cristalográficas das amostras de Nobre R.M. et al. (2019) obtido de uma seção do plano x-z mostrando direção $\langle 100 \rangle$ paralela à direção de varredura. A velocidade de varredura aumenta de (a) para (c). Fonte: Nobre R.M. et al. (2019) .

Conclui-se então que o aumento da velocidade de varredura do laser na produção das amostras apresentou uma relação com o aumento de intensidade da textura cúbica $\{100\}\langle 100 \rangle$ paralelo à direção de varredura [2].

3.4. Exemplos da literatura

Na literatura outros trabalhos já estudaram a influência de parâmetros de processo na formação de textura em peças de ligas de titânio produzidas por manufatura aditiva. Nobre (2021) [3] estudou em sua dissertação de mestrado os efeitos da variação da velocidade de varredura e potência do laser na formação de microestrutura e textura cristalográfica em amostras produzidas por FLP-L da liga Ti53Nb utilizando pó pré-ligado obtido por atomização a plasma (AP).

O principal resultado obtido por Nobre (2021) [3] em relação a formação de textura em suas amostras foi o de que o aumento da velocidade de varredura e da potência do laser apresentaram uma correlação com a formação de grãos com a direção $\langle 100 \rangle$ orientada paralelamente a direção de construção [3]. A hipótese utilizada para explicar esse fato foi a de que quanto maior o raio de curvatura do fundo da poça maior é a extração de calor na direção vertical, o que facilita o crescimento de grãos com a orientação $\langle 100 \rangle$ paralela ou próxima da direção vertical [3]. Já quando a poça de fusão é mais profunda existe uma maior retirada de calor pelas laterais favorecendo o crescimento de grãos não paralelos à direção vertical [3]. Na Figura 11 pode-se observar uma representação dos mapas de orientação cristalográfica das amostras de Nobre R.M. (2021) baseadas na potência e velocidade de varredura do laser. Nota-se uma presença mais forte de textura $\langle 100 \rangle$ paralelas à direção de construção nas amostras com maiores valores de velocidade e potência do laser, como dito anteriormente.

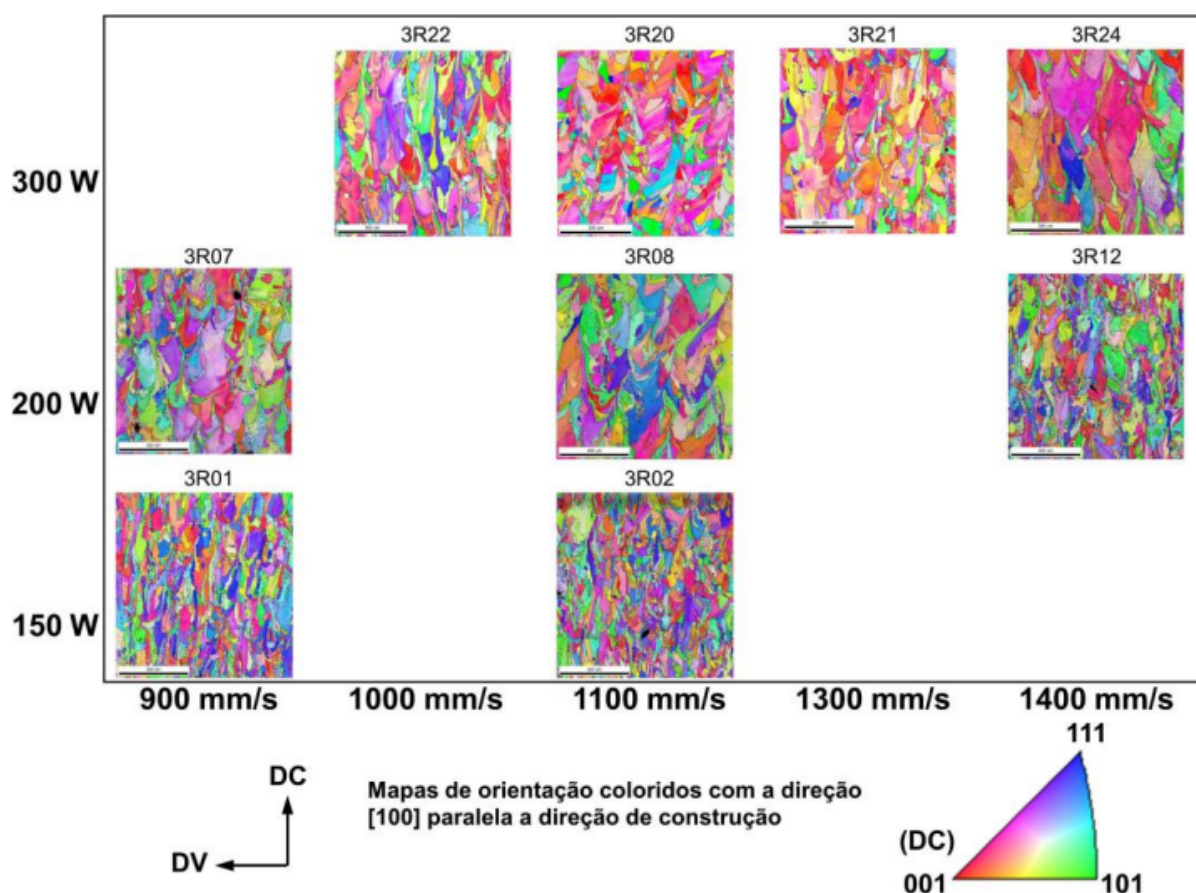


Figura 11 - representação dos mapas de orientação cristalográfica das amostras de Nobre R.M. (2021). Fonte: Nobre R.M. (2021).

Outra observação importante feita pelo autor é a de que a estratégia de varredura pode ter afetado as orientações preferenciais de crescimento próximo às bordas das ilhas [3]. Isso ocorre pois a curva do laser nas bordas das ilhas formam poças profundas por conta da desaceleração do laser. Essas poças de fusão apresentam diferentes direções de extração de calor, influenciando na direção de crescimento dos grãos.

Ishimoto et al. (2021) [10] estudaram em seu trabalho a estabilidade da textura cristalográfica em amostras da liga Ti-15Mo-5Zr-3Al do tipo beta (CCC) produzidas por FLP-L utilizando pó produzido por atomização a gás de argônio. Para isso duas metodologias foram empregadas: na primeira a estratégia de varredura do laser foi alterada a cada certa quantidade de camadas durante a produção das amostras; a segunda foi um experimento de “seeding” na qual materiais monocristalinos com texturas cristalográficas conhecidas em todas as direções foram utilizados como substrato na produção das amostras. Em ambos os casos, com objetivo de avaliar a estabilidade de cada tipo de textura, foi observada

a largura da chamada “zona transiente”, na qual a textura cristalográfica mudava entre aquela do substrato e aquela esperada para aquele tipo de estratégia de varredura [10].

Duas estratégias de varredura diferentes foram utilizadas a chamada “SS_X” na qual o laser varre a amostra apenas bidirecionalmente ao longo do eixo X e a chamada “SS_XY” na qual o laser varre bidirecionalmente a amostra com uma rotação de 90° a cada camada. De acordo com Ishimoto et al. (2021) [10] o primeiro tipo de varredura induz uma textura na qual os grãos com direções $\langle 011 \rangle$ e $\langle 100 \rangle$ se orientam ao longo das direções de construção e de varredura, respectivamente. Enquanto o segundo tipo induz uma textura na qual os grãos com com direção $\langle 100 \rangle$ se orientam ao longo da direção de construção e de ambas as direções de varredura. Na Figura 12 são representados esquematicamente os dois tipos de varredura citados (a1 e b1) e os tipos de textura esperados para cada um deles (a2 e b2).

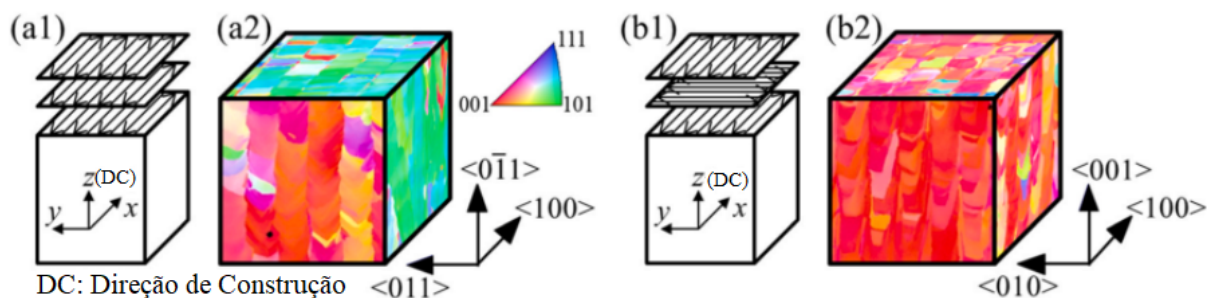


Figura 12 - (a1, b1) Representação esquemática das estratégias de varredura “SS_X” e “SS_XY” e (a2, b2) a textura cristalográfica esperada dependendo da estratégia de varredura. Fonte: T. Ishimoto et al. (2021).

Para a primeira metodologia empregada no trabalho (variar a estratégia de varredura durante a produção das amostras), dois tipos de estratégia de varredura foram variadas: a primeira variar entre “SS_X” e “SS_XY”; e a segunda de variar entre “SS_X” e “SS_Y” (onde “SS_Y” denota uma estratégia em que o laser varre a amostra apenas bidirecionalmente ao longo do eixo Y e espera-se uma textura na qual os grãos com direções $\langle 011 \rangle$ e $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ se orientam ao longo das direções de construção e de varredura, respectivamente) [10].

Na variação de varredura entre “SS_X” e “SS_XY” o autor observou que a zona de transição entre a textura típica de “SS_X” para a textura típica de “SS_XY” foi curta e apresentava limites aproximadamente retos enquanto a zona transição de

“SS_XY” para “SS_X” é mais longa e apresenta um final ondulado. A Figura 13 apresenta os resultados. As posições onde a estratégia de varredura foi alterada são indicadas por linhas cinzas horizontais, e as posições onde a mudança resultante na textura ocorreu são indicadas por linhas tracejadas azuis e vermelhas [10].

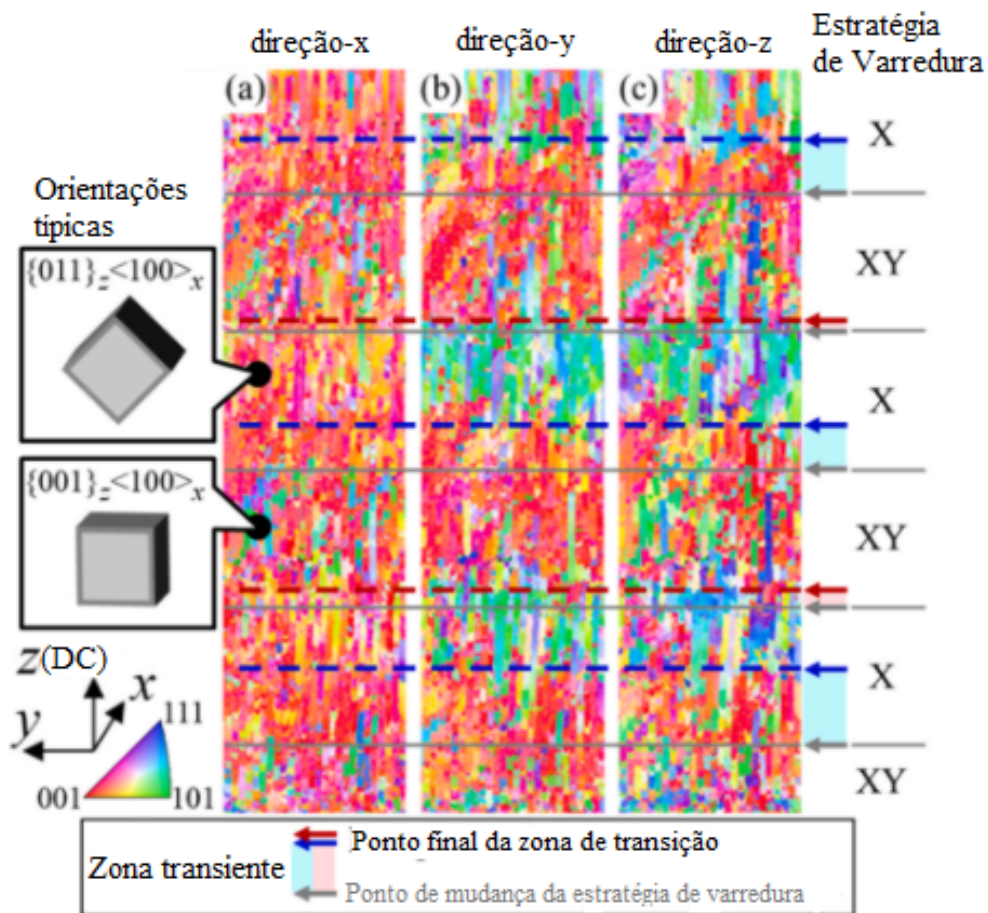


Figura 13 - Mapas de orientação cristalográfica mostrando a variação na textura com a alteração na estratégia de varredura durante a fabricação das amostras. Fonte: T. Ishimoto et al. (2021).

Já na variação entre as estratégias de varredura “SS_X” e “SS_Y” o autor notou que mesmo que ambas as estratégias induzem uma textura de orientação $\langle 01-1 \rangle$ paralela a direção Z, na zona transiente entre as estratégias de varredura foi observada uma textura com cristais $\langle 100 \rangle$ alinhados com a direção Z. A Figura 14 apresenta os resultados.

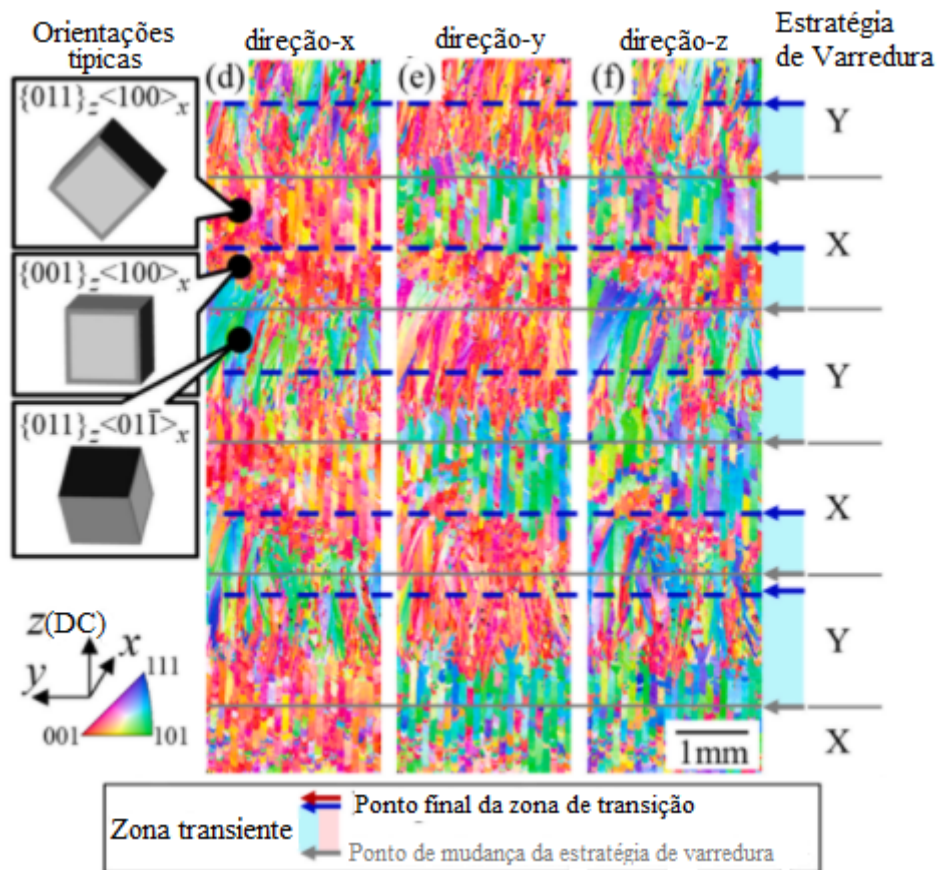


Figura 14 - Mapas de orientação cristalográfica mostrando a variação na textura com a alteração na estratégia de varredura durante a fabricação das amostras. Fonte: T. Ishimoto et al. (2021).

A segunda metodologia empregada, na qual materiais monocristalinos com texturas cristalográficas conhecidas foram utilizadas como substrato para produção das amostras por FLP-L, oito situações diferentes foram reproduzidas. Quatro delas foram realizadas utilizando a estratégia de varredura “SS_X”, das quais uma apresentava a textura idêntica a textura esperada pela estratégia “SS_X” em todas as direções (X, Y e Z) e as outras três apresentavam correspondência em apenas uma das direções (X, Y ou Z, respectivamente). As outras quatro foram produzidas pela estratégia de varredura “SS_XY” das quais uma apresentava correspondência de textura nos três eixos; uma apresentava correspondência apenas no eixo X; uma apresentava correspondência apenas no eixo Z; e uma não apresentava correspondência em eixo nenhum.

Nos resultados, Ishimoto et al. (2021) notaram que nos dois casos onde a textura do substrato monocristalino correspondia exatamente à textura esperada pela estratégia de varredura não houve zona de transição e a textura permaneceu

como a esperada ao longo de todo o material, mostrando que a estratégia de “seeding” foi bem sucedida [10]. Em todos os outros casos foi possível notar uma zona de transição que variava consideravelmente de espessura dependendo da geometria do cristal do substrato monocristalino e da estratégia de varredura [10].

Com o experimento de seeding utilizando substratos monocristalinos, os autores encontraram as seguintes descobertas: 1) A espessura da zona transiente é maior nas amostras que apresentavam a textura esperada em x e y comuns com o substrato em relação a aquelas que apresentavam a textura esperada na direção z comum com o substrato. Isso tanto para as amostras com estratégia “SS_X” quanto para amostras com estratégia “SS_XY”. 2) No caso em que as direções de varredura do laser eram paralelas à direção $\langle 100 \rangle$ no substrato, a orientação do monocristal era mantida na amostra por uma certa distância, caso contrário a direção mudava rapidamente de modo que a direção $\langle 100 \rangle$ ficasse paralela à direção de varredura. Estas descobertas demonstram fortemente que a orientação cristalográfica $\langle 100 \rangle$ ao longo da direção de varredura foi estabilizada em um baixo período de tempo, levando a formação de textura no processo de FLP-L. Esta percepção é completamente diferente da explicação mais frequente de que a orientação do cristal ao longo da direção Z determina a evolução da textura em FLP-L [10]. Ishimoto et al. (2021) concluem que a estabilidade da orientação cristalográfica é então determinada pela relação de orientação (diferença) entre a direção de varredura e a direção $\langle 100 \rangle$ na região inferior pré-solidificada que atua como substrato [10].

4. Materiais e Métodos

4.1. Material de estudo

As amostras estudadas são da liga Ti-53 Nb produzidas por fusão em leito de pó utilizando um pó produzido por hidrogenação e desidrogenação. As amostras foram fabricadas em uma atmosfera de argônio com um formato cúbico de 10 x 10 x 10 mm. A estratégia de varredura utilizada foi a de tabuleiro de xadrez variando a direção de varredura entre x e y e com um deslocamento de 1 mm na direção x e na direção y a cada camada. Uma representação esquemática da estratégia de varredura utilizada é mostrada na Figura 15.

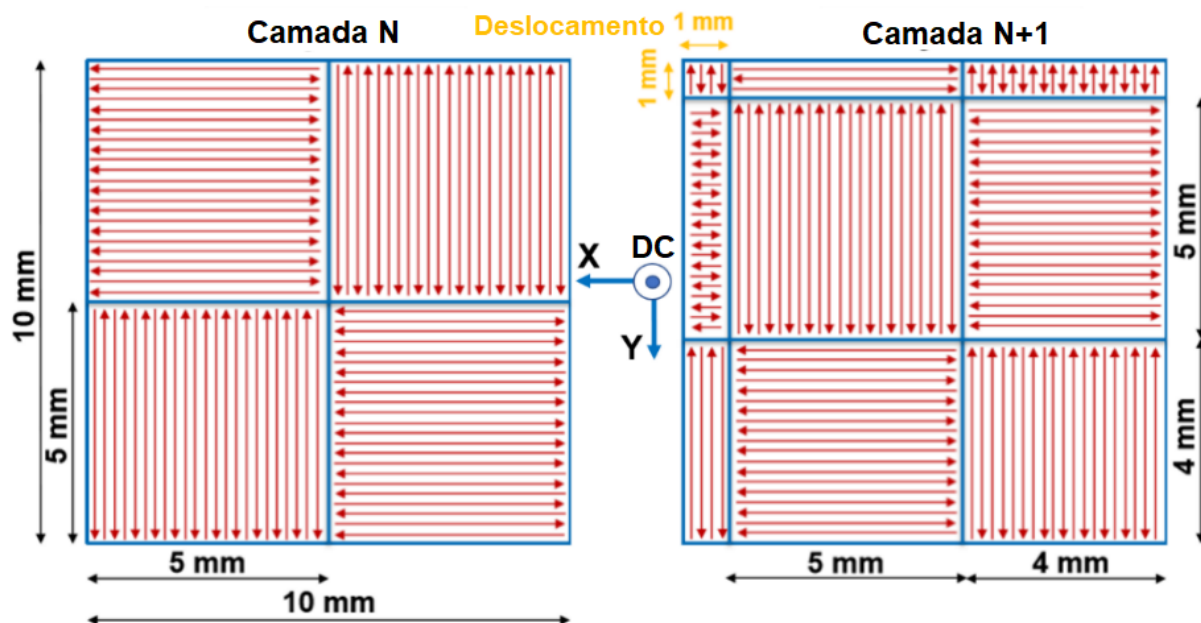


Figura 15 - Estratégia de varredura utilizada na produção das amostras estudadas neste trabalho. Fonte: Landgraf, F. J. G. (2021).

Das amostras produzidas foi feito um corte no plano XY na altura de 8 mm da direção de construção. Foram obtidas então as “tampas” das amostras, com 2 mm de espessura representando as últimas camadas produzidas por fusão em leito de pó. Essas “tampas” foram então embutidas em baquelite deixando a mostra um de seus planos X-Z que foram analisados neste trabalho.

Inicialmente seriam estudadas 6 amostras produzidas com diferentes velocidades de varredura e potência do laser. A identificação das amostras, bem como suas respectivas potência (P), velocidades de varredura (V) e densidade de energia do laser (DE)(calculado pela equação (1)) utilizados são dados na tabela 2.

Tabela 2 - Parâmetros de processo utilizados na produção das amostras utilizadas neste trabalho. Fonte: Autoria própria.

Identificação da amostra	P [W]	V [mm/s]	DE [J/mm ³]
TN5CH - 7	200	900	71
TN5CH - 10	200	1000	63
TN5CH - 14	250	1100	72
TN5CH - 17	250	1200	66
TN5CH - 21	300	1300	73
TN5CH - 24	300	1400	68

A ideia inicial era de preparar as seis amostras para análise de microscopia óptica, verificar porosidade da superfície analisada e realizar ensaio de EBSD, porém, a obtenção de resultados experimentais foi prejudicada.

4.2. Métodos utilizados

4.2.1. Preparação Metalográfica

4.2.1.1. Lixamento

Inicialmente a preparação metalográfica seria feita baseada na preparação realizada por Nobre (2021) [3] e Guzmán (2020) [4]. O lixamento das amostras seria feito em lixas de #220 #320 #400 #600 #1200, porém, para evitar o excesso de deformação inicial da amostra que poderia dificultar a obtenção de resultados no ensaio de difração de elétrons retroespalhados (EBSD), o lixamento foi iniciado na lixa #320. Além disso, a fim de diminuir o tempo de polimento das amostras também

foram adicionadas duas lixas mais finas no fim do lixamento. Por fim, a sequência de lixas utilizada na preparação das amostras foi #320 #400 #600 #1200 #2000 #2400.

4.2.1.2. Polimento

O polimento também seria baseado na preparação de Nobre (2021) [3] e Guzmán (2020) [4], com polimento em soluções diamantadas de 6, 3 e 1 μm , seguido de um polimento mecânico-químico de sílica coloidal com aproximadamente 15% de H_2O_2 em um equipamento MiniMet™ 1000. Porém, de acordo com o guia de preparação metalográfica de titânio da Struers™ [11], é muito difícil conseguir uma boa superfície de polimento utilizando soluções diamantadas em materiais de titânio. Por ser um material muito dúctil, o polimento com solução diamantada no titânio introduz marcas e riscos na amostra por conta da deformação do material. Por esse motivo o polimento das amostras foi feito apenas com a solução diamantada de 6 μm , seguido de um polimento a mão em sílica coloidal + 15% H_2O_2 seguido de um polimento por 90 minutos em um equipamento MiniMet™ 1000 para retirar os riscos introduzidos pelo polimento em solução diamantada.

4.2.1.3. Ataque Químico

O ataque químico para revelar a microestrutura das poças de fusão do material foi realizado com o reagente Kroll (3% HF + 6% HNO_3 , em massa) por aproximadamente 1 minuto na superfície de cada amostra. Baseando-se novamente em Nobre (2021) [3] e Guzmán (2020) [4].

4.2.2. Microscopia Óptica

As fotografias de microscopia óptica das amostras com aumentos de 50x, 100x, 200x, 500x e 1000x, foram feitas utilizando microscópios óticos da marca *Olympus* de modelo BX60 presentes no laboratório de caracterização microestrutural Hubertus Colpaert no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da escola Politécnica da USP (PMT).

O tratamento das imagens e análise da fração de porosidade na superfície das amostras foi feita com auxílio do *software* ImageJ.

4.2.3. Textura Cristalográfica

A textura cristalográfica foi realizada utilizando o detector de EBSD do microscópio eletrônico de varredura do modelo FEG-Inspect 50 disponível no Laboratório de Microscopia Eletrônica no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da escola Politécnica da USP (PMT).

5. Resultados

5.1. Microestrutura e Porosidade

Como dito anteriormente, a obtenção de resultados foi prejudicada por conta de alguns fatores. Mesmo utilizando as estratégias de lixar com lixas mais finas e evitar o polimento com soluções diamantadas, a preparação do titânio ainda se mostrou muito desafiadora, mesmo após aproximadamente cinco horas de polimento em solução diamantada de 6 μm , o material ainda apresentava muita deformação e riscos causados pela lixa. Por esse motivo, além do fato do trabalho ter sido realizado durante a pandemia do covid-19, que restringiu o acesso aos laboratórios durante boa parte do ano de 2020, não foi possível preparar todas as amostras planejadas para o trabalho. Entre as seis amostras que se pretendia tratar, foi possível a preparação e obtenção de resultados para apenas três: a amostra TN5CH - 24, a amostra TN5CH - 21 e a amostra TN5CH - 10.

Após a preparação metalográfica (lixamento e polimento) e ataque químico das amostras, foram tiradas fotografias da microestrutura de poças de fusão a fim de comparar os resultados com trabalhos anteriores. Para melhor organização, os resultados foram divididos entre as amostras analisadas.

5.1.1. Amostra TN5CH - 24

A amostra 24 é a amostra com maior potência e maior velocidade de varredura do laser entre as analisadas (como mostrado na tabela 2). As Figuras 16 (a) a (d) apresentam algumas fotografias desta amostra com diferentes aumentos. Nota-se em (a) e (b) uma microestrutura com poças de fusão irregulares com poças mais profundas a cada aproximadamente 5 mm na horizontal e a cada dez camadas na vertical. Isso se dá por conta da estratégia de varredura, por conta da presença de ilhas de 5 mm a região onde o laser vira para varrer a próxima trilha apresenta uma poça mais profunda, porém por conta de haver um deslocamento de 1 μm a cada camada, a próxima poça profunda naquela região só aparece depois de 10 camadas completas. A amostra apresentou muitos poros sendo em sua maior parte arredondados mas não circulares, podendo então estar relacionados com

porosidade do tipo *keyhole*. Além disso foi possível observar poros irregulares e em alguns casos com partículas que não foram totalmente fundidas em seu interior (como mostrada na Figura 16(d)), sendo estes associados a porosidade por falta de fusão.

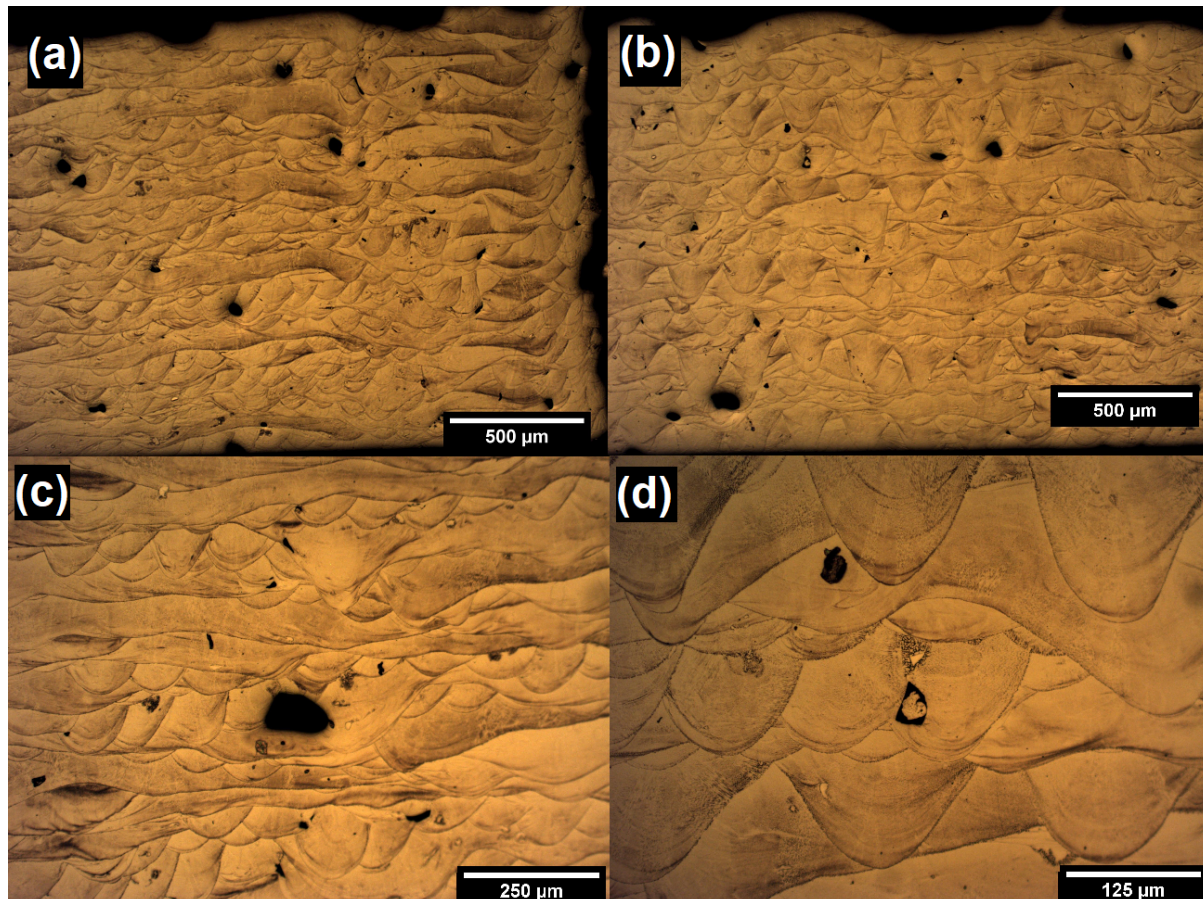


Figura 16 - Fotografias da microestrutura da amostra 24: (a) e (b) apresentam a distribuição geral das poças de fusão com aumento de 50x; (c) apresenta um dos maiores poros encontrado na amostra de formato arredondado com aumento de 100x e (d) apresenta um poro com partícula não fundida em seu interior com aumento de 200x. Fonte: Autoria própria.

A fração de porosidade superficial da amostra foi medida através do *software* ImageJ, porém deve-se notar que esta grandeza vale apenas para o plano na qual ela foi medida e a porosidade varia ao longo da amostra. Além disso, o polimento em peças com alta porosidade tende a aumentar o tamanho dos poros, o que pode aumentar o valor da medida. Outro fator que pode aumentar a quantidade de poros é o fato da amostra analisada ter sido retirada do topo de uma amostra cúbica, isso porque nas últimas camadas de construção acontece menor refusão entre as camadas, o que pode gerar porosidade por falta de fusão. As fotografias utilizadas

na medição de porosidade da amostra 24 são dadas na Figura 17, os resultados são apresentados na tabela 3.

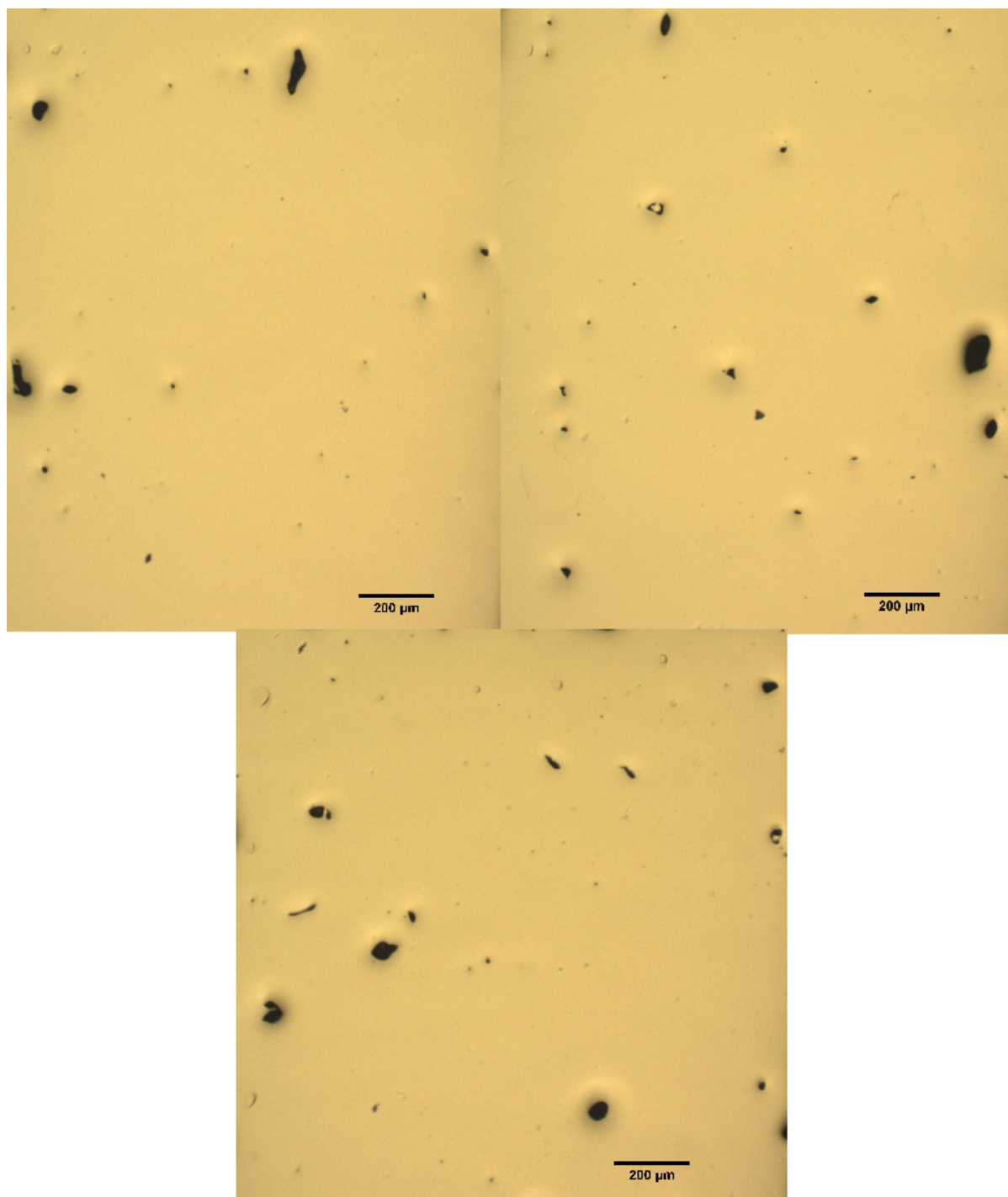


Figura 17 - fotografias utilizadas para medir a fração de porosidade superficial da amostra 24, aumento de 50x. Fonte: Autoria própria.

Tabela 3 - Resultados de fração de porosidade superficial da amostra 24

TN5CH - 24	Fotografia 1	Fotografia 2	Fotografia 3	Média
% Porosidade	0,53	0,57	0,73	0,61

5.1.2. Amostra TN5CH - 21

A amostra 21 apresentou resultados parecidos com a amostra 24, isso porque as duas foram produzidas com a mesma potência de laser e uma diferença de velocidade de varredura de 100 mm/s, o que acarreta em um aumento na densidade de energia do laser. Assim como a amostra anterior pode-se perceber uma alta quantidade de poros arredondados assim como poros irregulares, sendo os primeiros associados a porosidade do tipo *keyhole* e os segundos a porosidade por falta de fusão. De maneira geral os os poros encontrados na amostra 21 são menores que os da amostra 24, porém, a segunda apresentou maior fração de porosidade na superfície, como mostrado na tabela 4. Algo que também pode-se notar é a alta rugosidade da superfície da amostra, o que pode estar relacionado ao uso do pó do tipo HDH, porém, esta grandeza pode ser atrapalhada pelo fato de que a baquelite do embutimento pode estar sobrepondo a amostra em alguns pontos. As Figuras 18 (a) a (d) apresentam algumas fotografias da amostra 21, percebe-se em (a) e (b) algumas regiões de poças profundas assim como na amostra anterior, causadas pela estratégia de varredura utilizada. Em (c) é possível observar com maior aumento um poro irregular provavelmente causado por falta de fusão, já em (d) é possível observar a alta rugosidade na superfície da amostra.

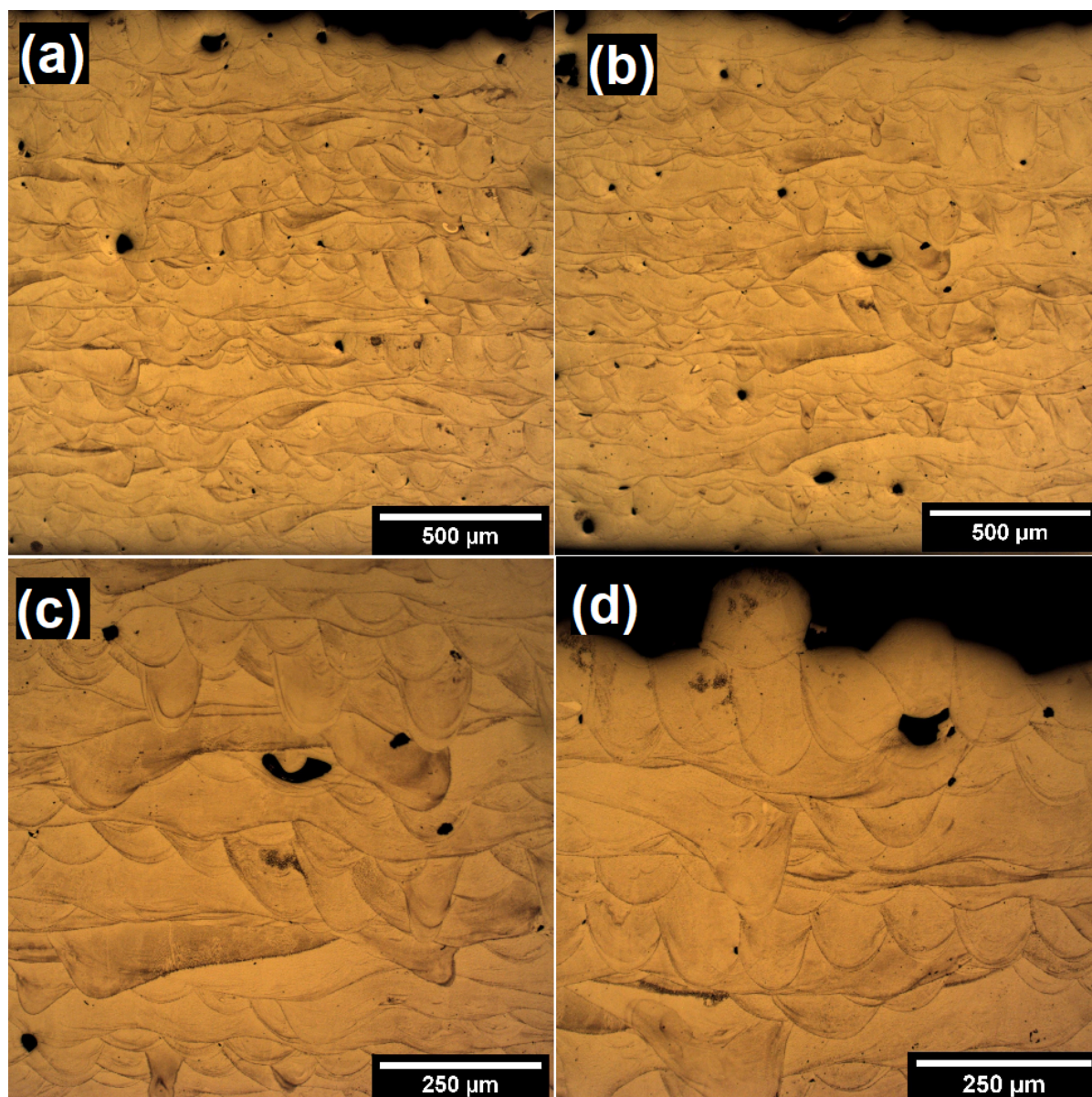


Figura 18 - Microestrutura da amostra 21: (a) e (b) apresentam a distribuição geral das poças de fusão com aumento de 50x; (c) apresenta com maior detalhe um poro irregular com aumento de 100x e (d) apresenta a alta rugosidade da superfície da amostra com aumento de 100x.

A medição de fração de porosidade da amostra feita com o *software* imageJ foi feita utilizando as fotografias representadas na Figura 19 tiradas antes do ataque químico. Os resultados de porosidade são dados na tabela 4.

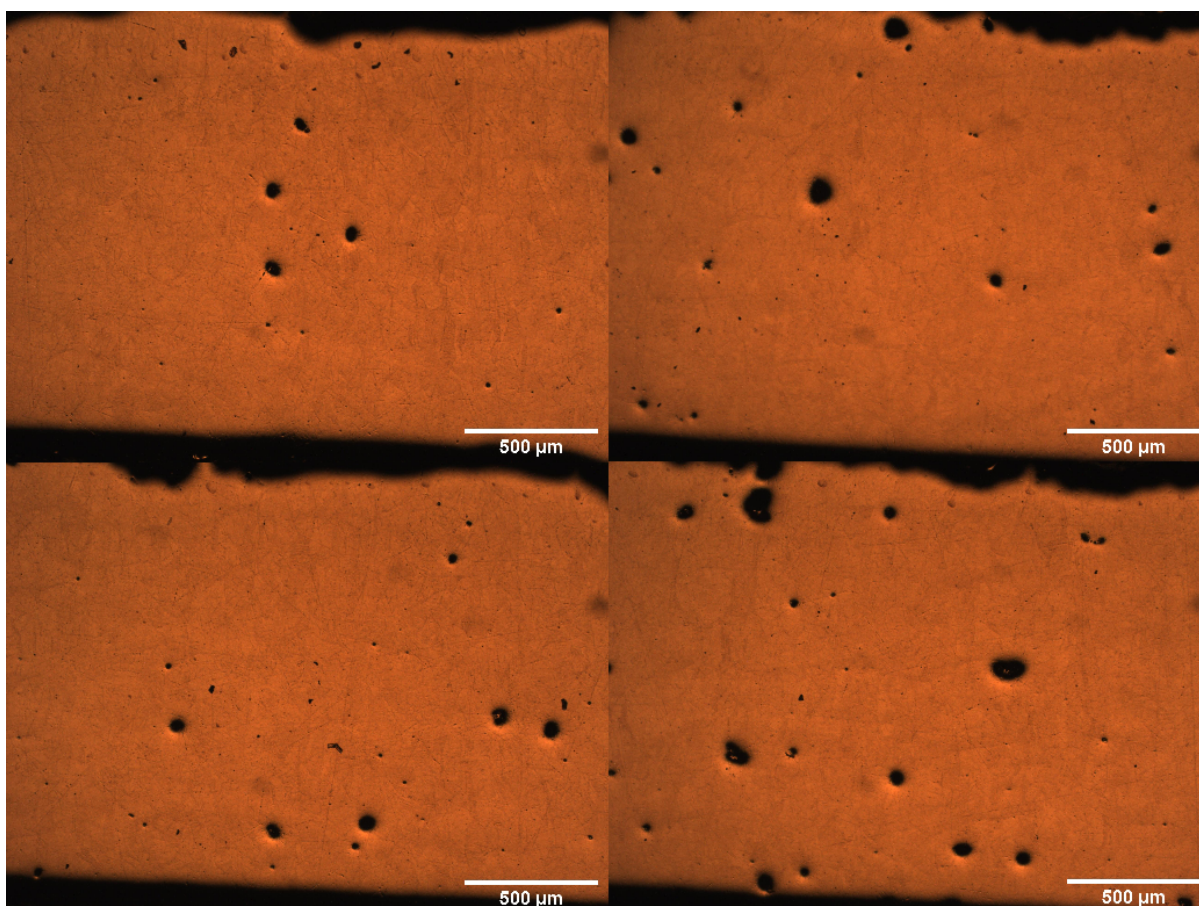


Figura 19 - fotografias utilizadas para medir a fração de porosidade superficial da amostra 21, aumento de 50x. Fonte: Autoria própria.

Tabela 4 - Resultados de fração de porosidade superficial da amostra 21

TN5CH - 21	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Medida 4	Média
%Porosidade	0,39	0,73	0,54	1,54	0,8

5.1.3. Amostra TN5CH - 10

A amostra 10 apresentou resultados diferentes das duas anteriores, a amostra foi fabricada com uma velocidade de varredura uma potência de laser mais baixa que as anteriores, além disso, ela é a amostra com menor densidade de energia do laser entre as três. A amostra apresentou visualmente poças de fusão menos profundas que as anteriores (o que era esperado por conta da menor densidade de energia do laser) sendo mais difícil identificar as poças profundas decorrentes da estratégia de varredura. Além disso, a amostra apresentou uma quantidade muito menor de porosidade, sendo a maioria dos poros pequenos e

irregulares provavelmente associados com a falta de fusão. Em algumas poças de fusão foi possível observar o crescimento epitaxial de células nas bordas de poças de fusão. As Figuras 20 (a) a (d) apresentam algumas fotografias de microscopia ótica da microestrutura da amostra 10, nelas é possível observar as poças de fusão mais rasas em relação às anteriores ((a) e (b)), porosidade de falta de fusão com partícula que não foi totalmente fundida no interior (c) e epitaxialidade nas poças de fusão (d).

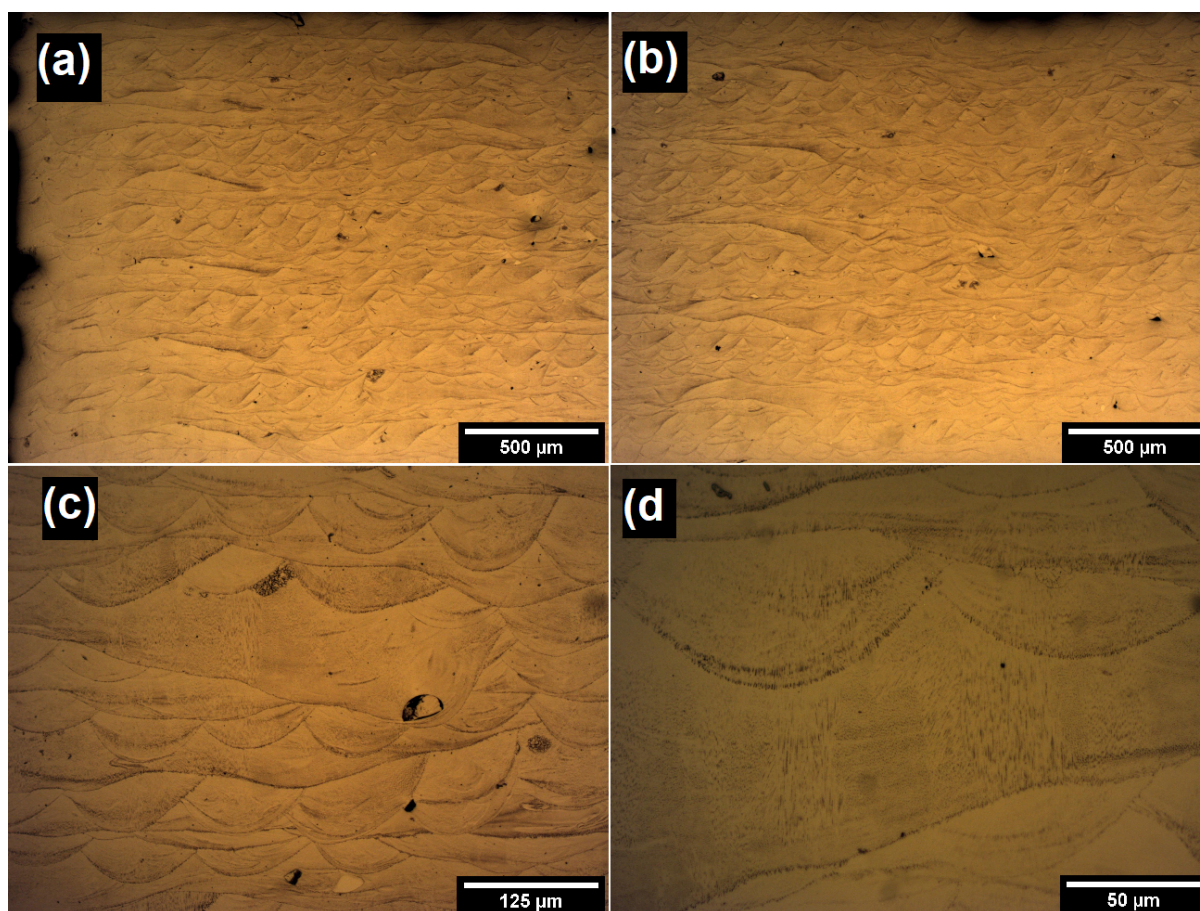


Figura 20 - Microestrutura da amostra 10: (a) e (b) apresentam a distribuição geral das poças de fusão com aumento de 50x; (c) apresenta com maior detalhe um poro irregular com partícula não fundida em seu interior com aumento de 200x e (d) apresenta a epitaxialidade entre poças de fusão com aumento de 500x.

A medição de fração de porosidade da amostra feita com o *software* imageJ foi feita utilizando as fotografias representadas na Figura 21 tiradas antes do ataque químico. Os resultados de porosidade são dados na tabela 5. Percebe-se um resultado de fração de porosidade inferior às amostras anteriores.

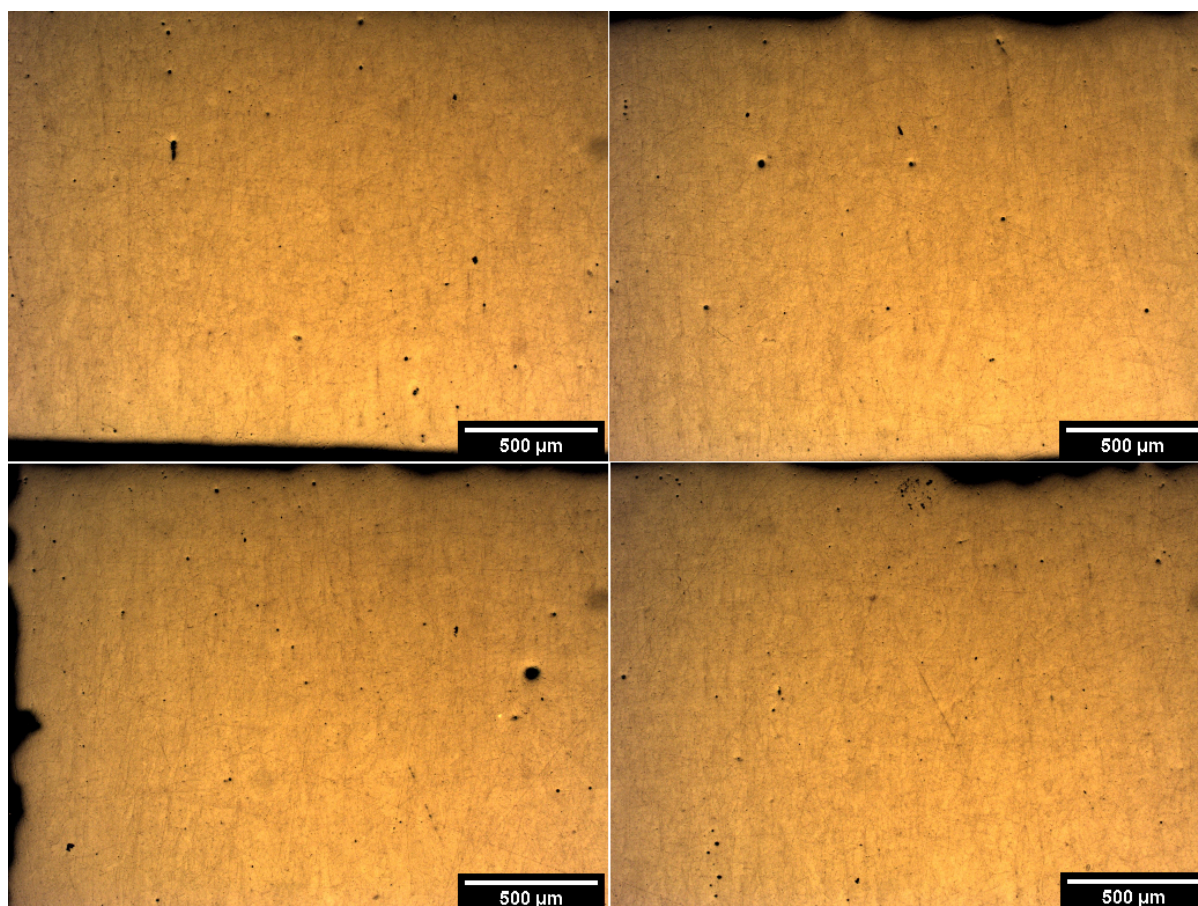


Figura 21 - fotografias utilizadas para medir a fração de porosidade superficial da amostra 10. Fonte: Autoria própria.

Tabela 5 - Resultados de fração de porosidade superficial da amostra 10

TN5CH10	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Medida 4	Média
%Porosidade	0,08	0,09	0,16	0,06	0,1

5.2. Textura Cristalográfica

Os resultados dos ensaios de EBSD não foram satisfatórios. Mesmo com os cuidados citados anteriormente, tomados durante a preparação metalográfica das amostras, os resultados de EBSD apresentaram muita interferência. Isso foi mostrado pelo chamado índice de confiança dos pontos dado pelo equipamento, um número que varia de 0 a 1 que representa qual a confiabilidade do resultado apresentado em cada ponto. O ideal é que os pontos apresentem índices de confiança maiores do que 0,1, o que não ocorreu nos resultados obtidos, provavelmente por conta da deformação da lixa presente abaixo da superfície

polida. A solução seria voltar ao polimento em sílica coloidal + H_2O_2 ou até ao polimento de $6\text{ }\mu\text{m}$, porém não houve tempo para realização de mais ensaios.

A Figura 22 apresenta uma fotografia no microscópio óptico da amostra TN5CH-24 após a finalização do polimento ao lado do mapa de orientação cristalográfica em relação a direção de varredura obtido por EBSD em outra região da amostra. Percebe-se que, mesmo com um bom polimento, com a amostra apresentando praticamente nenhum risco, o resultado do EBSD não é satisfatório, não sendo possível enxergar os grãos da microestrutura por conta de muitos pontos apresentarem baixo índice de confiança. Isso se dá provavelmente por conta de deformações provenientes do lixamento por baixo da superfície polida.

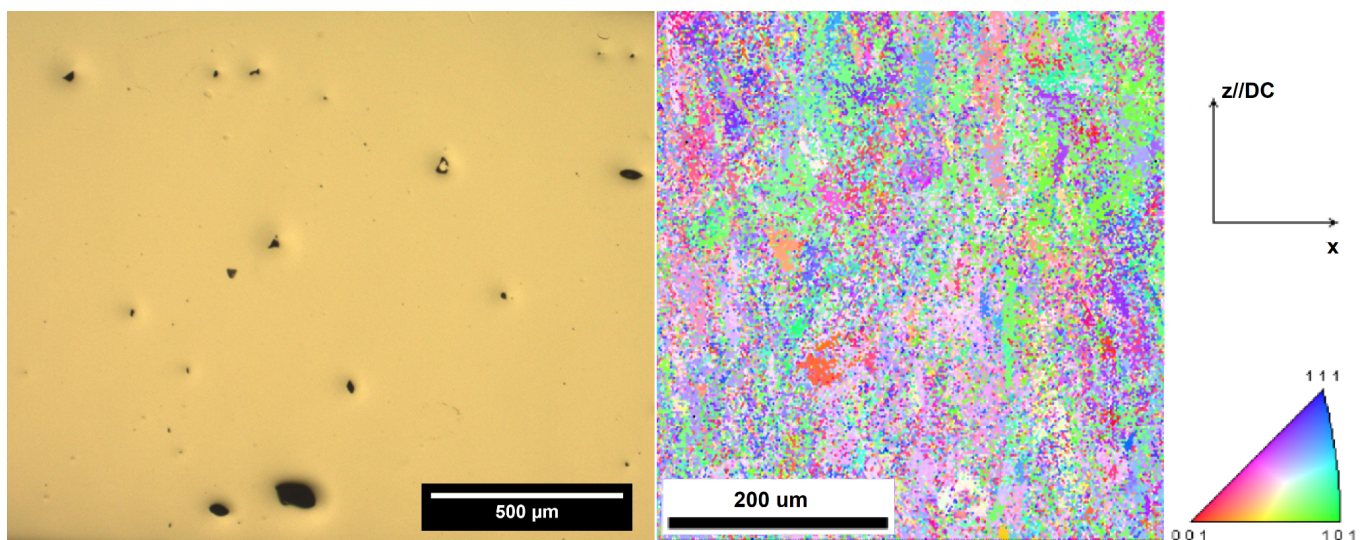


Figura 22 - Comparação da microscopia óptica com o resultado de EBSD da amostra 24. Fonte: Autoria própria.

6. Discussão

6.1. Microestrutura e Porosidade

Com a obtenção dos resultados de microscopia óptica nas amostras citadas, foi possível compará-las com os resultados obtidos por Guzmán (2020) [4]. Pôde-se comparar amostras fabricadas com pó AP com os mesmos parâmetros de construção das amostras TN5CH - 24, 21 e 10 citadas neste trabalho. Sendo assim foi analisado qual o efeito do tipo de pó utilizado na fabricação de peças na microestrutura e na porosidade das amostras.

É esperado que, para parâmetros de fabricação iguais, as amostras produzidas por pó AP apresentem poças mais profundas que aquelas produzidas com pó HDH. Isso porque o pó AP apresenta partículas mais esféricas, possuindo uma menor densidade aparente, o que facilita uma distribuição mais homogênea do pó no leito facilitando a transferência de calor pelo pó, sendo possível produzir poças mais profundas. Já o pó HDH apresenta as características inversas, por apresentar partículas irregulares a distribuição de pó no leito é menos homogênea e a transferência de calor é dificultada, apresentando então poças menos profundas.

Pelos motivos citados acima, também é esperado que as amostras de pó HDH apresentem uma maior facilidade na formação de porosidade por falta de fusão, já que a transferência de calor pelo leito de pó é dificultada. Já as amostras de pó do tipo AP são mais propícias à formação de porosidade do tipo *keyhole* já que as poças de fusão são mais profundas.

As amostras foram comparadas em relação a cada amostra de Guzmán (2020) [4] separadamente, de modo que as amostras TN5CH-24, TN5CH-21 e TN5CH-10 foram comparadas com as amostras 3T24, 3T21 e 3T10, respectivamente. Deve-se levar em conta que as amostras de Guzmán (2020) comparadas também se tratam de “tampas” retiradas dos últimos 2 mm fabricados de amostras cúbicas de 10x10x10 com a mesma estratégia de varredura que as analisadas neste trabalho. As discussões das comparações são dadas a seguir. A tabela 6 apresenta cada par de amostras e as respectivas potências, velocidades de varredura e densidades de energia empregadas em sua construção.

Tabela 6 - Potências, velocidades de varredura e densidades de energia empregadas na construção das respectivas amostras.

Identificação das amostras	P [W]	V [mm/s]	DE [J/mm ³]
TN5CH - 24 e 3T24	300	1400	68
TN5CH - 21 e 3T21	300	1300	73
TN5CH - 10 e 3T10	200	1000	63

6.1.1. Amostras TN5CH-24 e 3T24

Analisando a microestrutura das amostras reveladas na Figura 23, é possível notar que as poças de fusão da amostra produzida com pó AP são mais regulares e as poças profundas decorrentes da estratégia de varredura são mais profundas e mais aparentes, provavelmente pelo fato do pó AP produzir camadas mais homogêneas que fundem com mais facilidade, como dito anteriormente.

Além disso, pode-se notar que a amostra produzida com pó HDH apresenta uma maior presença de porosidade além de poros de maior tamanho em relação à produzida por pó AP. Esse fator pode ser confirmado observando os dados de densificação calculados por Guzmán (2020)[4] a partir de fração de área de poro. Para a amostra 24AP que corresponde a amostra 3T24, foi obtida uma densificação de 99,79% apresentando então uma fração de porosidade de 0,21%, enquanto a amostra TN5CH-24 apresentou uma fração de 0,61% de porosidade, como mostrado na tabela 3. Isso provavelmente se dá pela alta presença de poros de falta de fusão na amostra de pó HDH pelos motivos citados anteriormente. Essa presença ocorre de maneira muito menos significativa na amostra de pó AP, na qual percebe-se uma quantidade muito menor de porosidade de falta de fusão.

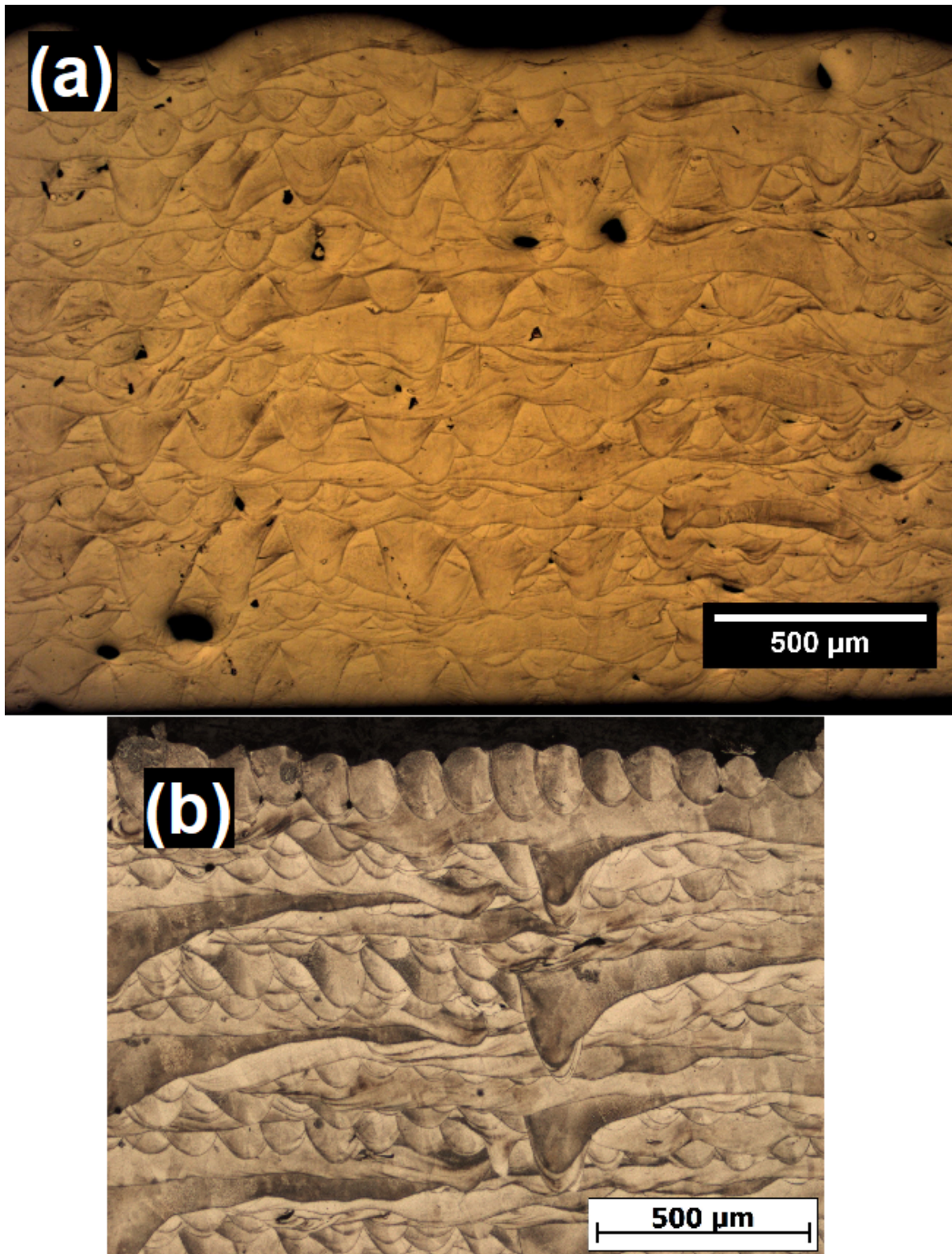


Figura 23 - (a) Microestrutura da amostra TN5CH-24 apresentando porosidade de falta de fusão. Fonte: Autoria própria. (b) Microestrutura da amostra 3T24 apresentando poças profundas por conta da estratégia de varredura. Fonte: Guzmán (2020) (Informação pessoal).

6.1.2. Amostras TN5CH-21 e 3T21

Em relação às amostras de número 21 a comparação dada é bem parecida com a anterior por conta da pouca diferença entre elas. As poças profundas produzidas pela estratégia de varredura ainda são muito mais aparentes e maiores na amostra de pó AP que aquelas presentes na amostra de pó HDH.

A porosidade ainda é muito maior e mais aparente na amostra de pó HDH, porém a amostra de pó AP apresenta mais porosidade que anteriormente, nota-se um grande poro provavelmente do tipo *keyhole* causado pela presença de poças profundas na região da direita da Figura 24(b). Esse aumento é atestado pelo dado de densificação calculado por Guzmán (2020)[4] para a amostra 21. Em seu trabalho é apresentada uma densificação de 99,74% para a amostra 21AP, apresentando então 0,26% de porosidade. Essa quantidade é inferior aos 0,8% de porosidade calculados para a amostra de pó HDH. A Figura 24 apresenta microscopias das amostras produzidas por pó HDH e AP

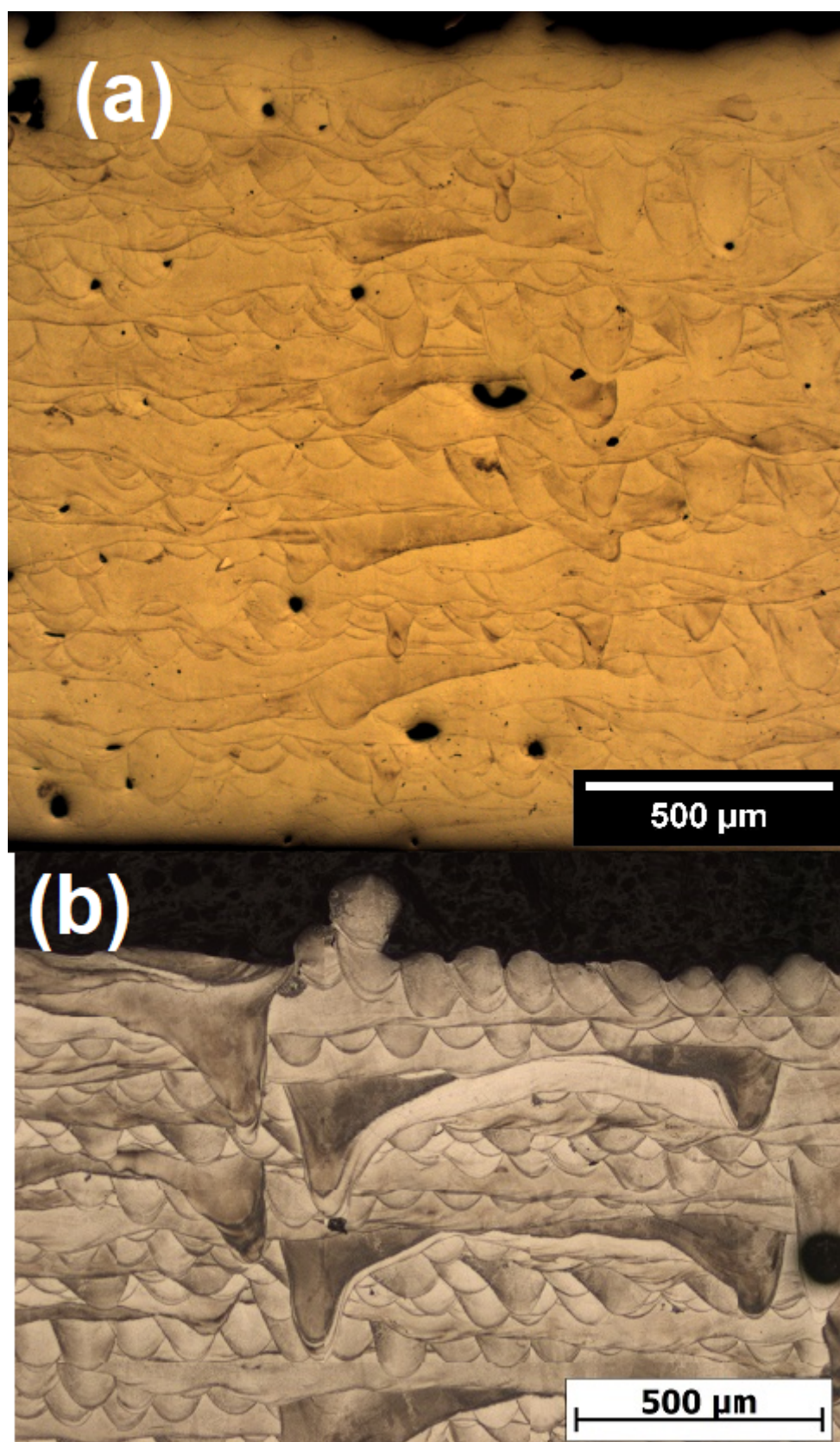


Figura 24 - (a) Microestrutura da amostra TN5CH-21 apresentando porosidade de falta de fusão. Fonte: Autoria própria. (b) Microestrutura da amostra 3T21 apresentando poças profundas por conta da estratégia de varredura. Fonte: Guzmán (2020) (Informação pessoal).

6.1.3. Amostras TN5CH-10 e 3T10

As amostras de número 10 são, como dito anteriormente, as amostras com menor densidade de energia do laser. Por esse motivo percebe-se que as poças de fusão de ambas as amostras, incluindo as poças profundas causadas pela estratégia de varredura, são menores. Assim como anteriormente, as poças profundas são maiores e mais aparentes na amostra produzida com pó AP. É possível notar também uma maior regularidade nas poças de fusão, em relação às amostras anteriores que apresentavam uma microestrutura menos organizada.

A porosidade de ambas as amostras é menor em relação às anteriores, provavelmente por causa da redução da velocidade de varredura no caso das amostras de pó HDH e da redução de potência no caso das amostras de pó AP. A densificação medida por Guzmán (2020) [4] para a amostra 10AP foi de 99,82% apresentando então uma porosidade de 0,18%, valor menor que o calculado para a amostra TN5CH-10 de 0,1% de porosidade, como mostrado na tabela 5. A redução da porosidade das amostras se dá provavelmente por conta da redução de velocidade do laser que permite a formação de trilhas de varredura mais contínuas e uma fusão mais homogênea do pó. Isso acarreta na menor formação de poros de falta de fusão na amostra de HDH. Além disso, a diminuição da potência do laser acarreta na menor presença de porosidade do tipo *keyhole* nas poças profundas das amostras de pó AP. Apesar disso, esses tipos de porosidade ainda são notados nas amostras, como mostrado na Figura 25.

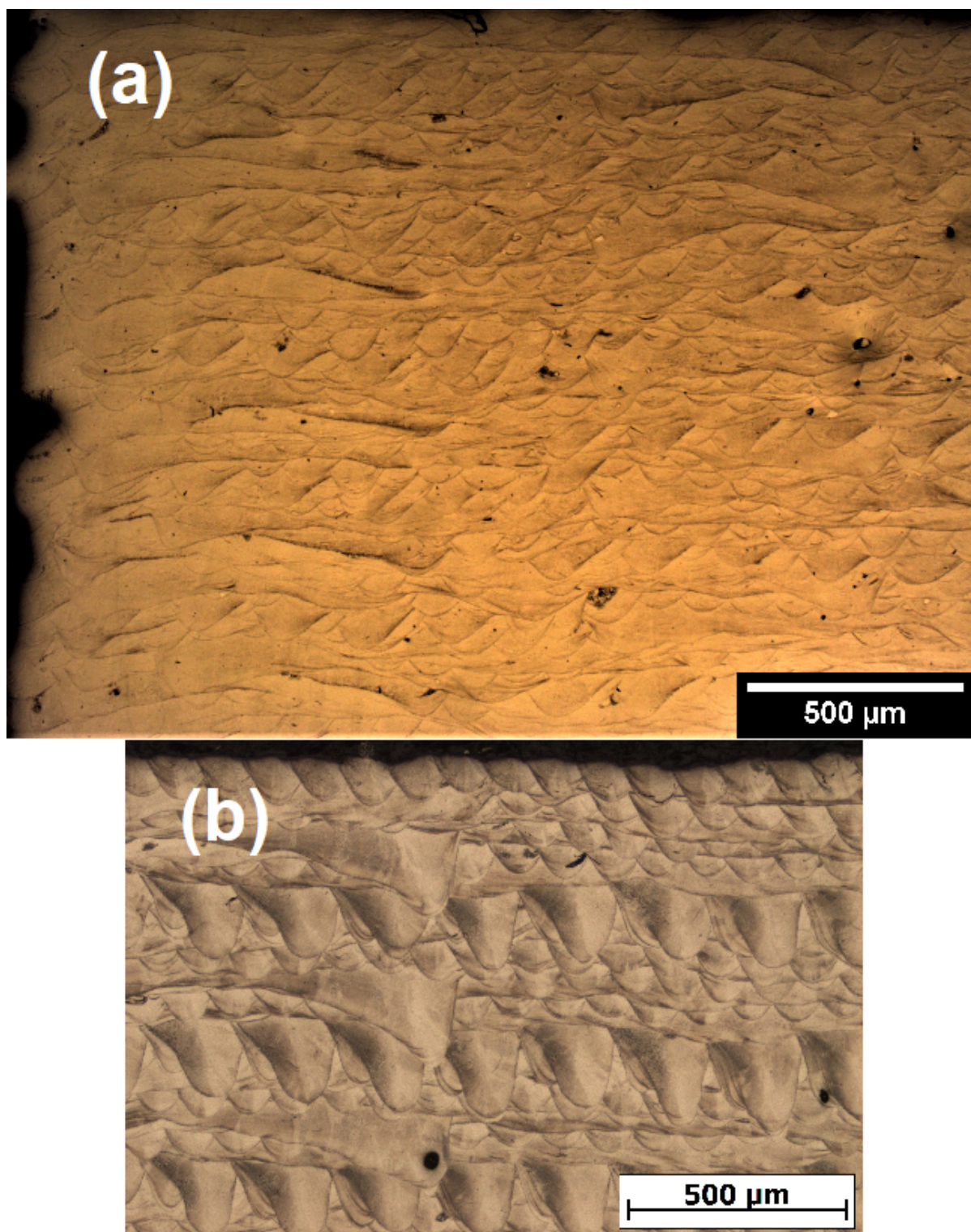


Figura 25 - (a) Microestrutura da amostra TN5CH-10 apresentando menor quantidade de porosidade de falta de fusão. Fonte: Autoria própria. (b) Microestrutura da amostra 3T10 apresentando poças profundas por conta da estratégia de varredura com presença de porosidade arredondada. Fonte: Guzmán (2020) (Informação pessoal).

7. Conclusões

A partir dos resultados obtidos é possível obter algumas conclusões sobre a influência do tipo de pó utilizado na fabricação de materiais da liga de Ti-53Nb no processo de fusão em leito de pó. Algumas conclusões obtidas são dadas a seguir:

- O uso de pó produzido por atomização a plasma (AP) influencia a microestrutura da peça produzida em relação ao uso de pó produzido por hidrogenação e desidrogenação (HDH) de modo que aquele produzido com pó AP apresenta de maneira geral poças de fusão mais profundas por conta da maior densidade aparente do pó e facilidade de transferência de calor do laser no leito. O pó AP se espalha no leito de pó de maneira mais homogênea fazendo com que o pó seja fundido com maior facilidade e o calor do laser produza poças mais profundas.
- Outra conclusão relacionada com a anterior é a de que o pó HDH se mostrou mais propício à formação de porosidade do tipo falta de fusão, isso por conta das dificuldades de transferência de calor e alta densidade aparente do pó HDH citados anteriormente.
- Também foi confirmada a maior facilidade de formação de porosidade do tipo *keyhole* em amostras produzidas com o pó do tipo AP. Notou-se que, mesmo na amostra com menor densidade de energia do laser (3T10), as poças profundas causadas pela estratégia de varredura ainda apresentaram uma certa quantidade de porosidade arredondada que pode ser associada com porosidade do tipo *keyhole*.
- O aumento da velocidade de varredura para as amostras produzidas por pó HDH pode ser causadora no aumento da porosidade, de modo que o laser, mesmo que com alta potência, não consegue fundir o pó de maneira adequada (por conta da distribuição não homogênea no leito) formando trilhas de fusão descontínuas e causando o aumento da porosidade por falta de fusão
- A irregularidade do pó HDH pode causar certa irregularidade na microestrutura de poças de fusão das amostras. Nas comparações feitas entre fotografias de amostras de pó AP e pó HDH foi percebido que de

maneira geral as poças de fusão do pó AP aparentavam ser mais organizadas de modo que apresentavam tamanhos mais parecidos entre si e eram mais alinhadas. Já as poças de fusão das amostras de pó HDH aparentavam ser mais irregulares com tamanhos diferentes e não alinhadas. Isso pode ser explicado pela irregularidade do pó HDH que por se organizar de maneira pouco homogênea no leito pode gerar regiões com maior dificuldade de serem fundidas e outras com menor, formando poças de tamanhos e formatos diferentes.

8. Referências Bibliográficas

1. DEBROY, T. et al. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. *Progress in Materials Science*, v. 92, p. 112– 224, 2018..
2. NOBRE, R. M. *et al.* Microestrutura e textura cristalográfica da liga Nb-47Ti produzida por fusão seletiva a laser. In: 74º CONGRESSO ANUAL DA ABM, 2019, São Paulo. São Paulo: , 2019. p. 2508-2519.
3. NOBRE, Rafael de Moura. Influência dos parâmetros do processo de manufatura aditiva de fusão em leito de pó na microestrutura e textura cristalográfica da liga Nb-47Ti. Orientador: Prof. Dr. Fernando José Gomes Landgraf. 2021. 145 p. Dissertação (Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo - SP, 2021.
4. GUZMÁN HERNÁNDEZ, J. S. Análises microestruturais e mecânica da liga Ti-53%Nb produzida por fusão seletiva a laser usando pós esféricos e irregulares. Orientador: Prof. Dr. Fernando José Gomes Landgraf. 2021. 146 p. Dissertação (Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo - SP, 2020.
5. Guzmán J, Nobre R de M, Nunes ER, Bayerlein DL, Falcão RB, Sallica-Leva E, et al. Laser powder bed fusion parameters to produce high-density Ti-53%Nb alloy using irregularly shaped powder from hydride-dehydride (HDH) process. *J Mater Res Technol* 2021;10:1372e81. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.12.084>.
6. PLESSIS, Anton du. Effects of process parameters on porosity in laser powder bed fusion revealed by X-ray tomography. *Additive Manufacturing*, [S. l.], ano 2019, v. 30, p. 100871, 19 set. 2019. DOI <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100871>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214860419306979>. Acesso em: 1 set. 2021.
7. GUZMÁN, Jhoan et al. Comparing Spherical and Irregularly Shaped Powders in Laser Powder Bed Fusion of Nb47Ti Alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, [s. l.], 4 jun. 2021. DOI <https://doi.org/10.1007/s11665-021-05916-9>. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11665-021-05916-9>. Acesso em: 13 jul. 2021.
8. LANDGRAF, F. J. G.. Relatório Científico FAPESP nº 001/21 - 2/52. 2021.
9. ENGLER, O.; RANDLE, V. Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping. 2. ed. Boca Raton, FL: CRC Press, 2010. v. 1
10. ISHIMOTO, Takuya *et al.* Stability of crystallographic texture in laser powder bed fusion: Understanding the competition of crystal growth using a single crystalline seed. *Additive Manufacturing*, [s. l.], v. 43, 8 maio 2021. DOI <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102004>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S221486042100169X?via%3DiHub>. Acesso em: 7 nov. 2021.

11. METALLOGRAPHIC preparation of titanium and titanium alloys. [S. l.], 2021. Disponível em: <https://www.struers.com/en/Knowledge/Materials/Titanium#>. Acesso em: 23 nov. 2021.