

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA  
TESE DEFENDIDA POR Edwin Sallica  
LEVA E APROVADA  
PELA COMISSÃO JULGADORA EM 4, 7, 12

  
.....  
ORIENTADOR

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

Autor: Edwin Sallica Leva

**Estudo da microestrutura e propriedades  
mecânicas de estruturas porosas de Ti-6Al-4V  
produzidas por sinterização seletiva a laser**

Campinas, 2012.

Autor: Edwin Sallica Leva

# **Estudo da microestrutura e propriedades mecânicas de estruturas porosas de Ti-6Al-4V produzidas por sinterização seletiva a laser**

Dissertação apresentada ao curso de mestrado da faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, como requisito para a obtenção do título de mestre em Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Orientador: João Batista Fogagnolo

Campinas  
2012

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

Sa34e Sallica Leva, Edwin  
Estudo da microestrutura e propriedades mecânicas de estruturas porosas de Ti-6Al-4V produzidas por sinterização seletiva a laser / Edwin Sallica Leva. -- Campinas, SP: [s.n.], 2012.

Orientador: João Batista Fogagnolo.  
Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Biomateriais. 2. Prototipagem rápida. 3. Materiais porosos. 4. Metalurgia do pó. I. Fogagnolo, João Batista, 1964-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

Título em Inglês: Study of microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V porous parts produced by selective laser sintering

Palavras-chave em Inglês: Biomaterials, Rapid prototyping, Porous materials, Powder metallurgy

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica

Banca examinadora: Rubens Caram Junior, Claudemiro Bolfarini

Data da defesa: 04-07-2012

Programa de Pós Graduação: Engenharia Mecânica

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO

# Estudo da microestrutura e propriedades mecânicas de estruturas porosas de Ti-6Al-4V produzidas por sinterização seletiva a laser

Autor: Edwin Sallica Leva

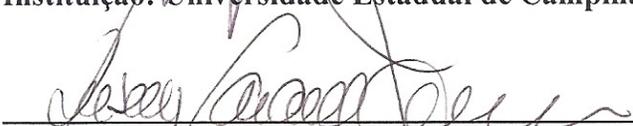
Orientador: João Batista Fogagnolo

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:



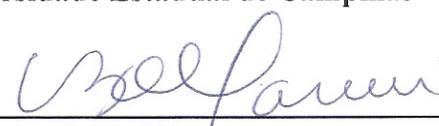
---

**Prof. Dr. João Batista Fogagnolo, Presidente**  
Instituição: Universidade Estadual de Campinas



---

**Prof. Dr. Rubens Caram Júnior**  
Instituição: Universidade Estadual de Campinas



---

**Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini**  
Instituição: Universidade Federal de São Carlos

Campinas, 4 de Julho de 2012

## **Dedicatória**

Dedico este trabalho aos meus pais Simón e Timotea, que pese a suas limitações econômicas fizeram tudo para brindar-me uma boa educação.

## **Agradecimentos**

Em primeiro lugar agradeço a João Batista Fogagnolo, meu orientador e amigo, pela paciência e por ensinar-me muitas coisas no âmbito profissional e pessoal.

Ao doutor A. L. Jardini, professor da Faculdade de Engenharia Química, por permitir o uso do equipamento de prototipagem rápida e ao técnico F. Bernardes por dispôr de tempo para a manufatura dos corpos-de-prova.

Ao professor Rubens Caram Junior por permitir-me utilizar seu laboratório para caracterizar as peças porosas sinterizadas a laser. Assim como também, agradeço aos integrantes do grupo dirigido pelo Dr. Caram pelo auxílio durante a utilização dos equipamentos.

Aos professores e funcionários da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP, em especial ao pessoal do Departamento de Engenharia de Fabricação, pelo convívio e apoio ao longo do mestrado.

Por último, eu agradeço à CAPES pelo apoio financeiro durante o desenvolvimento deste trabalho (bolsa de mestrado).

*Quanto maiores somos em humildade,  
tanto mais próximos estamos  
da grandeza.*  
(Rabindranath Tagore)

## Resumo

Peças fabricadas em titânio com estrutura porosa apresentam vantagens como material para implantes basicamente pela redução do módulo de elasticidade, o que aproxima sua rigidez à de tecidos ósseos, tornando-as mais adequadas à sua função. Neste trabalho apresenta-se um estudo da microestrutura e propriedades mecânicas de peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por sinterização seletiva a laser, que é uma das técnicas de prototipagem rápida, que consolida, camada a camada, peças com geometria complexa a partir de pó. As estruturas porosas foram modeladas em programa CAD e fabricadas em um equipamento EOSINT M 270. Os modelos computacionais têm forma cúbica com 15 mm de aresta e possuem arquitetura interna de poros interconectados também de forma cúbica. A porcentagem de porosidade foi variada na faixa de 61 a 76%, mudando-se o número e o tamanho dos poros e a espessura das paredes internas. Pó atomizado da liga Ti-6Al-4V foi utilizado como matéria-prima. Utilizaram-se dois níveis de energia fornecida, variando-se alguns parâmetros do processo, como a velocidade de varredura do feixe de laser, a potência do laser e distância entre linhas de sinterização. As amostras sinterizadas foram caracterizadas por microscopia óptica e eletrônica de varredura, ensaios de dureza e compressão. Em uma segunda etapa, foram realizados tratamentos térmicos em amostras com 69% de porosidade projetada. As peças sinterizadas apresentaram microestrutura martensítica, porosidade interconectada na faixa de 63 a 77%, com boa formação de parede, e superfície rugosa com aderência de partículas de pó não sinterizado. Testes de compressão das amostras sinterizadas mostraram que o módulo de Young variou de  $5,36 \pm 0,01$  a  $8,73 \pm 0,07$  GPa, o limite de escoamento variou de  $91,5 \pm 0,7$  a  $170 \pm 5$  MPa e a resistência mecânica à compressão variou de  $106 \pm 1$  a  $219 \pm 5$  MPa, dependendo da porcentagem de porosidade. O aumento da energia do processo resultou em paredes mais finas, para o mesmo modelo, e também uma porosidade não controlada, interna às paredes das peças, o que reduziu a rigidez e a resistência mecânica das peças. Os tratamentos térmicos feitos nas peças porosas com 69 % de porosidade projetada promoveram mudanças microestruturais, mas não resultaram em aumento das propriedades mecânicas.

*Palavras chave:* Biomateriais, Prototipagem Rápida, Materiais Porosos, Metalurgia do Pó.

## Abstract

Titanium porous parts have advantages as materials for implants due to their lower modulus of elasticity, which approximates their stiffness to the bone tissue stiffness, making them more appropriate to their biofunction. In this work we present a microstructural characterization and a mechanical property evaluation of porous parts of Ti-6Al-4V produced by selective laser sintering, which is a rapid prototyping technique that consolidates, layer by layer, parts with complex geometry from powder. The porous structures were designed in a CAD program and manufactured in the EOSINT 270 laser-sintering system. The computational models have cubic shape with 15 mm edge and an internal architecture of interconnected pores also with cubic shape. The percentage of porosity was varied in the range from 61 to 76 % by changing the number and size of the porous and the thickness the struts. Powder prealloyed of Ti-6Al-4V was using as raw material. Two energy levels were tested, by varying the process parameters, such as laser power, speed of laser and spacing between laser tracks. The as-sintered samples were characterized by optical and scanning electron microscopy, hardness and compressive tests. Further, thermal treatments were performed on samples with 69% of modeled porosity. The sintered parts presented martensitic microstructure, with interconnected porosities varying from 63-77%, with good formation of struts, and rough surface with adhesion of no-sintered powder particles. The compression tests of as- sintered samples showed the Young's modulus values ranging from  $5.36 \pm 0.01$ - $8.73 \pm 0.07$  GPa, the yield strength values ranging from  $91.5 \pm 0,7$ - $170 \pm 5$  MPa and the compressive strength values ranging from  $106 \pm 1$ - $219 \pm 5$  MPa, depending on the percentage of porosity. Increasing the energy of the process resulted in thinner struts for the same model and also a no-controlled porosity in the internal struts of parts, which reduced the stiffness and the mechanical strength of the parts. Heat treatments performed in the porous parts with 69% porosity promoted microstructurals changes, but did not result in an increase of the mechanical properties.

*Key words:* Biomaterials, Rapid Prototyping, Porous Materials, Powder Metallurgy.

## Lista de Figuras

Figura 1. Prótese total de quadril, prótese total de joelho, placa e parafusos para osso .....	3
Figura 2. Procedimento seguido para obtenção de esponjas de titânio .....	9
Figura 3. Transformação alotrópica do titânio com aumento da temperatura .....	10
Figura 4. Efeito dos elementos de liga na estabilidade das fases em ligas de titânio .....	12
Figura 5. Representação esquemática de um diagrama de fase pseudo-binário de uma liga de titânio tipo $\beta$ .....	15
Figura 6. Diagrama de fase isomorfo mostrando as possíveis fases, estáveis e metaestáveis, que podem ser obtidas em uma liga de titânio tipo $\beta$ .....	16
Figura 7. Diagrama de fase pseudo-binário da liga Ti-6Al-4V e microestrutura da mesma, após resfriamento na água e no forno de 1050, 800 e 650 °C .....	17
Figura 8. Aplicação das técnicas de PR nos EUA .....	20
Figura 9. Estágios no processo de fabricação de peças por PR .....	21
Figura 10. Estágios no processo de sinterização seletiva a laser .....	24
Figura 11. Correlação entre os parâmetros de processo e as propriedades das peças fabricadas por SLS .....	26
Figura 12. Estágios para a obtenção de um biomodelo .....	28
Figura 13. Esquema da aplicação de suportes porosos na engenharia de tecido .....	29
Figura 14. Exemplos de estruturas porosas .....	32
Figura 15. Modelos computacionais CAD das peças porosas a serem fabricadas por DMLS ....	35
Figura 16. Partículas de pó de Ti-6Al-4V observadas por MEV .....	37
Figura 17. Curva de distribuição granulométrica das partículas de pó de Ti-6Al-4V obtida mediante granulometria por difração de laser .....	38
Figura 18. Microestrutura do pó de Ti-6Al-4V .....	39
Figura 19. Difratoograma de raios-X do pó de Ti-6Al-4V .....	40
Figura 20. Esquema do diagrama de fase pseudo-binário da liga Ti-6Al-4V .....	41
Figura 21. Microscópio óptico Olympus BX60M .....	44
Figura 22. Produtos gerados na interação feixe de elétrons – amostra .....	46

Figura 23. Diagrama esquemático de um microscópio eletrônico de varredura mostrando seus principais componentes .....	47
Figura 24. Reflexão dos raios-X nos planos cristalinos .....	48
Figura 25. Disposição do deflectômetro e corpo-de-prova no ensaio de compressão .....	50
Figura 26. Estruturas porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada antes de serem retiradas da plataforma de construção .....	52
Figura 27. Peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa .....	53
Figura 28. Vista frontal das peças porosas fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa .....	54
Figura 29. Morfologia superficial da parede na peça porosa com 61% de porosidade projetada, sinterizadas com energia fornecida alta e baixa .....	55
Figura 30. Superfície polida das peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa .....	57
Figura 31. Tamanho de parede nas peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS .....	59
Figura 32. Tamanho do poro nas peças de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS .....	59
Figura 33. Microestrutura apresentada pelas amostras porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa .....	61
Figura 34. Dureza Vickers das peças porosas de Ti-6Al-4V sinterizadas a laser com energia alta e baixa .....	62
Figura 35. Módulo de Young das peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa .....	63
Figura 36. Limite de escoamento das peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa .....	64
Figura 37. Limite de resistência mecânica à compressão das peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa .....	65
Figura 38. (a) Aspecto da coluna após fratura, observada lateralmente, com medida do ângulo de fratura. (b) Imagem da superfície de fratura com aumento maior .....	66
Figura 39. Zonas de fratura correspondentes as peças porosas de Ti-6Al-4V, fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa, observadas por MEV .....	67

Figura 40. Microestrutura das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricadas com energia baixa, após tratamentos térmicos .....	70
Figura 41. Difratoograma das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada como sinterizadas e após tratamentos térmicos a 650, 800 e 1050 °C, seguido de resfriamento no forno .....	71
Figura 42. Difratoograma das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada como sinterizadas e após tratamentos térmicos a 650, 800 e 1050 °C, seguido de resfriamento em água .....	72
Figura 43. Medidas de dureza nas peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa, como sinterizadas e após tratamentos térmicos .....	74
Figura 44. Módulo de Young das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa, como sinterizadas e após tratamentos térmicos .....	75
Figura 45. Limite de escoamento das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa, como sinterizadas e após tratamentos térmicos .....	77
Figura 46. Limite de resistência mecânica à compressão das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa, como sinterizadas e após tratamentos térmicos .....	77
Figura 47. Comportamento térmico das peças de Ti-6Al-4V, fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa, com microestrutura inicial lamelar $\alpha+\beta$ e martensítica acicular $\alpha'$ .....	78
Figura 48. Aspecto das colunas após fratura das amostras tratadas termicamente a 1050 °C por uma hora após resfriamento no forno e em água, observadas lateralmente .....	79
Figura 49. Zonas de fratura correspondente às peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricada por DMLS com energia fornecida baixa, após tratamentos térmicos .....	81
Figura 50. Microestrutura da peça porosa de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricada por DMLS com energia fornecida baixa, após tratamentos térmicos .....	93

## Lista de tabelas

Tabela 1. Aplicação dos biomateriais na área médica .....	7
Tabela 2. Planos e direções compactas nas estruturas cúbica de face centrada, cúbica de corpo centrado e hexagonal compacta .....	11
Tabela 3. Ligas de titânio classificadas segundo as fases presentes na sua microestrutura à temperatura ambiente .....	12
Tabela 4. Classificação dos principais processos de PR baseado no estado inicial da matéria-prima .....	22
Tabela 5. Materiais freqüentemente usados em engenharia de tecido mole .....	30
Tabela 6. Materiais freqüentemente usados em engenharia de tecido duro .....	31
Tabela 7. Parâmetros de processo empregados na construção dos corpos-de-prova .....	36
Tabela 8. Parâmetros obtidos do ajuste dos picos de difração do pó de Ti-6Al-4V .....	40
Tabela 9. Medida experimental da porcentagem de porosidade das peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS .....	60

## Lista de Abreviaturas e Siglas

### Letras latinas

### Unidades

<b>P</b>	Potência do laser	[W]
<b>V</b>	Velocidade de varredura	[mm/s]
<b>M<sub>s</sub></b>	Linha de transformação inicial da martensita	
<b>M<sub>f</sub></b>	Linha de transformação final da martensita	
<b>d</b>	Distância interplanar	[Å]
<b>c</b>	Parâmetro de rede	[nm]
<b>a</b>	Parâmetro de rede	[nm]
<b>F</b>	Carga	[g]
<b>D</b>	Média do comprimento das diagonais	[µm]
<b>T<sub>f</sub></b>	Temperatura de fusão	[°C]

### Letras gregas

<b>α</b>	Fase do tipo hexagonal compacta	
<b>β</b>	Fase do tipo cúbica de corpo centrado	
<b>β<sub>e</sub></b>	Teor de estabilizador β crítico para formação de ligas β estáveis	
<b>β<sub>m</sub></b>	Teor de estabilizador β crítico para formação de ligas β metaestáveis	
<b>β'</b>	Fase metaestável com estrutura cúbica pobre em soluto	
<b>α'</b>	Fase martensítica do tipo hexagonal compacta	
<b>α''</b>	Fase martensítica do tipo trigonal	
<b>ω</b>	Fase metaestável do tipo hexagonal compacta ou trigonal	
<b>θ</b>	Ângulo de incidência dos raios-X	[graus]
<b>λ</b>	Comprimento de onda da radiação	[Å]

## Abreviações

<b>DRX</b>	Difração de raios-X	
<b>MO</b>	Microscopia óptica	
<b>MEV</b>	Microscopia eletrônica de varredura	
<b>DSC</b>	Calorimetria diferencial de varredura ( <i>Differential Scanning Calorimetry</i> )	
<b>JCPDS</b>	<i>Joint Comitee for Powder Diffraction Standards</i>	
<b>ASTM</b>	<i>American Society for Testing and Materials</i>	
<b>STL</b>	<i>Standard Tessellation Language</i>	
<b>EUA</b>	Estados Unidos da America	
<b>EBM</b>	Fusão por feixe de elétrons ( <i>Electron Beam Melting</i> )	
<b>HC</b>	Estrutura cristalina hexagonal compacta	
<b>CCC</b>	Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado	
<b>TC</b>	Tomografia computadorizada	
<b>RM</b>	Ressonância magnética	
<b>ET</b>	Engenharia de tecido	
<b>PR</b>	Prototipagem rápida	
<b>DMLS</b>	<i>Direct Metal Laser Sintering</i>	
<b>SLS</b>	Sinterização seletiva a laser	
<b>SLA</b>	Estereolitografia	
<b>3DP</b>	Impressora 3D	
<b>FDM</b>	Modelagem por fusão e deposição	
<b>RF</b>	Resfriamento no forno	
<b>RA</b>	Resfriamento em água	
<b>DH</b>	Distância entre linhas de sinterização	[mm]
<b>DE</b>	Densidade de energia	[J/mm <sup>2</sup> ]
<b>HV</b>	Dureza Vickers	
<b>LRC</b>	Limite de resistência à compressão	[MPa]
<b>LE</b>	Limite de escoamento	[MPa]

# Sumário

<b>Capítulo 1 – Introdução e objetivos</b> .....	1
1.1 Introdução .....	1
1.2 Objetivos do presente trabalho .....	5
<b>Capítulo 2 - Revisão Bibliográfica</b> .....	6
2.1 Introdução aos biomateriais .....	6
2.1.1 Biomateriais .....	6
2.2 Titânio e ligas de titânio .....	8
2.2.1 Titânio .....	8
2.2.2 Ligas de titânio .....	11
2.3 Introdução à prototipagem rápida .....	18
2.3.1 Protótipo .....	18
2.3.2 Prototipagem rápida .....	19
2.3.3 Os principais processos de PR .....	21
2.3.4 Sinterização seletiva a laser .....	22
2.3.5 Aplicações da PR na área médica .....	27
2.3.6 Estruturas porosas .....	29
<b>Capítulo 3 - Detalhes experimentais</b> .....	34
3.1 Fabricação das peças porosas .....	34
3.1.1 Modelagem das peças .....	34
3.1.2 Parâmetros do processo .....	35
3.1.3 Análise do pó de Ti-6Al-4V .....	37
3.1.4 Tratamentos térmicos .....	41
3.2 Técnicas de caracterização .....	42
3.2.1 Espectroscopia de raios-X por energia dispersa .....	42
3.2.2 Granulometria por laser .....	43
3.2.3 Microscopia óptica .....	43
3.2.4 Microscopia eletrônica de varredura .....	45
3.2.5 Difração de raios-X .....	47

3.2.6 Microdureza .....	49
3.2.7 Ensaio de compressão .....	49
<b>Capítulo 4 - Resultados e discussão .....</b>	<b>51</b>
4.1 Análise das peças porosas de Ti-6Al-4V .....	51
4.2 Tratamentos térmicos .....	68
<b>Capítulo 5 - Conclusões e sugestões para próximos trabalhos .....</b>	<b>82</b>
5.1 Conclusões .....	82
5.2 Sugestões para trabalhos futuros .....	84
<b>Referências bibliográficas .....</b>	<b>85</b>
<b>Apêndice .....</b>	<b>93</b>

# Capítulo 1

## Introdução e objetivos

### 1.1 Introdução

Nas últimas décadas a expectativa de vida das pessoas aumentou devido aos avanços na medicina, controles epidemiológicos e políticas públicas de saneamento. Assim mesmo, a demanda por implantes ortopédicos tem aumentado de forma contínua e significativa devido a vários fatores, tais como, os transtornos músculo-esqueléticos em pessoas idosas, os acidentes rodoviários, etc. O uso de implantes faz-se importante devido ao fato de que aproximadamente 90% da população com idade superior aos 40 anos apresenta alguma degeneração articular, na qual, muitas vezes, é preciso intervenção cirúrgica – como, por exemplo, nos casos de artroplastia de quadril e joelho. Segundo publicado pelo Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada (IPEA), 30% dos brasileiros terão mais de 60 anos na metade deste século [Lopes, 2009]. Neste contexto, o desenvolvimento de novos materiais e processos que visem à obtenção de implantes, para a restauração de funções dos tecidos naturais e de órgãos do corpo humano, constitui uma área interdisciplinar de grande interesse para a engenharia de materiais e as ciências médicas.

Os materiais empregados na fabricação de implantes podem ser classificados em quatro grupos: metálicos, poliméricos, cerâmicos e compósitos. Tendo em vista que estarão em contato com tecido vivo, estes materiais terão que ser biocompatíveis, ou seja, que sua presença não deve causar efeitos nocivos ao sistema biológico e os produtos da degradação do material não podem ser prejudiciais para o organismo [Liu, 2004]. Além da biocompatibilidade, os materiais empregados na fabricação de implante ortopédicos devem atender aos seguintes requisitos

mecânicos: alta resistência mecânica, resistência ao desgaste e à fadiga, baixa densidade e baixo módulo de elasticidade [Long, 1998] [Liu, 2004].

Os materiais metálicos são amplamente utilizados na fabricação de implantes ortopédicos [Bertol, 2009]. Isso se deve ao fato de que os metais apresentam elevados valores de resistência mecânica (capacidade para sustentação de cargas) e permitem a confecção de peças em diferentes formatos. Entre os materiais metálicos mais usados na construção de implantes ortopédicos encontram-se os aços inoxidáveis de grau cirúrgico, ligas de cobalto-cromo, titânio e ligas de titânio [Long, 1998]. Na Figura 1 mostram-se alguns exemplos de implantes metálicos ortopédicos. No início, o titânio e suas ligas foram desenvolvidos para uso na indústria aeroespacial devido sua baixa densidade, alta resistência mecânica, resistência à fadiga e à corrosão. Além dessas propriedades, o titânio apresenta alta biocompatibilidade, por isso é amplamente utilizado na fabricação de implantes ortopédicos, tais como implantes de quadril, implantes cranianos e mandibulares, implantes de joelho e parafusos [Geetha, 2009]. A liga Ti-6Al-4V é a liga de titânio mais utilizada na fabricação de implantes e cuja microestrutura pode ser descrita pelo tamanho e arranjo de suas duas fases presentes e de fato, suas propriedades mecânicas são fortemente dependentes desta microestrutura [Leyens, 12p, 2003]. Existem dois casos extremos, a microestrutura lamelar e a equiaxial. A microestrutura lamelar é obtida após resfriamento lento a partir de temperaturas acima da temperatura de transição  $\beta$ , embora a microestrutura martensítica possa ser obtida se a amostra for resfriada rapidamente. A microestrutura lamelar apresenta boa resistência à propagação de trincas de fadiga, à fluência e à oxidação. A microestrutura equiaxial é resultado de um processo de recristalização e que a diferencia da anterior, apresenta boa resistência mecânica e ductilidade.

Os implantes metálicos são significativamente mais rígidos que o osso humano. Como exemplo, enquanto o titânio possui módulo de elasticidade em torno de 110 GPa, valor baixo quando comparado com o módulo de elasticidade dos aços inoxidáveis, acima de 200 MPa, porém muito elevado quando comparado com o tecido ósseo, como o osso cortical, mais denso, com aproximadamente 20 GPa, e o tecido ósseo esponjoso, com aproximadamente 1 GPa. A grande diferença entre os valores de rigidez do implante e do tecido ósseo pode acarretar na reabsorção óssea, que é um processo de descalcificação na interface entre o implante e o osso e que pode levar à soltura ou até mesmo à fratura do implante ou do osso [Lopes, 2009] [Aleixo, 2009].

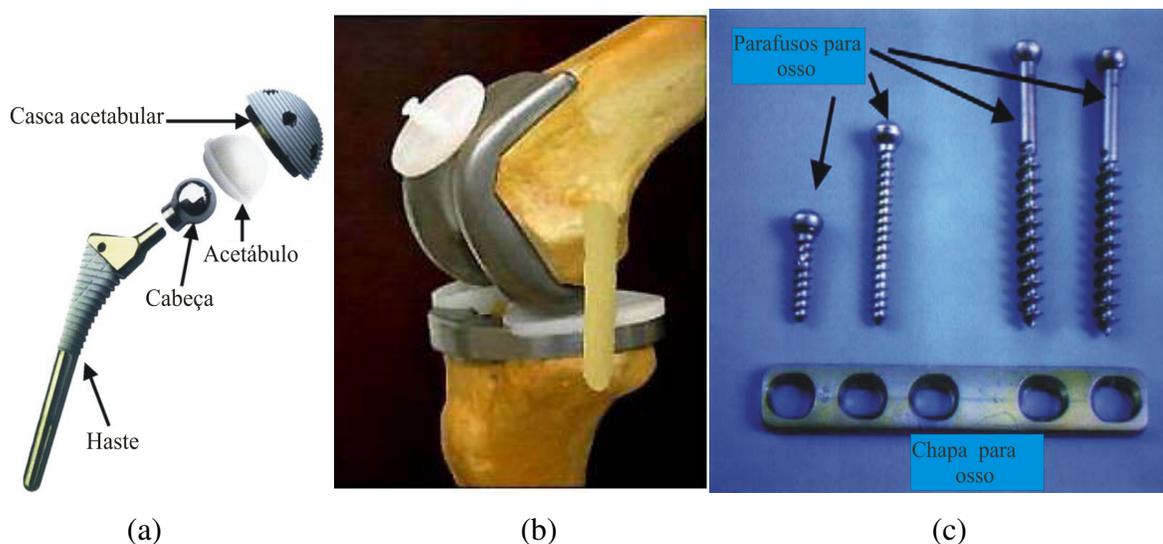


Figura 1 – (a) Prótese total de quadril [Liu, 2004], (b) prótese total de joelho [Silva, 2006], (c) placa e parafusos para osso [Liu, 2004].

Por um lado, o módulo de elasticidade do titânio pode ser reduzido significativamente mediante adição de elementos de liga  $\beta$ -estabilizadores [Martinelli, 2004] [Niinomi, 2008]. Entre os elementos que estabilizam a fase  $\beta$  em titânio e que são considerados como não tóxicos e não alérgicos, temos: Nb, Ta e Mo [Niinomi, 2003]. Algumas das ligas de titânio com baixo módulo de elasticidade que foram desenvolvidas para aplicações biomédicas são Ti-30Ta [Schuh, 2007], Ti-35Nb-7Zr-5Ta (TNZT) [Taddei, 2004] e Ti-35Nb-4Sn [Jung, 2010] com módulo de Young de 58, 55 e 40 GPa, respectivamente. Por outro lado, a construção de implantes porosos também permite diminuir o módulo de elasticidade e, no caso de porosidade interconectada, permitiria o crescimento de tecido através dos poros e também, facilitaria o transporte de nutrientes e desperdícios metabólicos (osseointegração) [Hutmacher, 2001].

Uma grande possibilidade para a obtenção de implantes ortopédicos com uma determinada estrutura interna surgiu da junção da técnica de prototipagem rápida (PR) com os biomateriais. A PR é um processo de fabricação baseado na sucessão aditiva de camadas planas de material. A PR torna possível a construção de peças com geometria complexa e com estrutura interna controlada, ou seja, estruturas porosas com controle do tamanho, geometria e interconectividade dos poros; isso permitiria obter implantes personalizados com peso e rigidez controláveis sem comprometer significativamente a resistência mecânica das mesmas.

Na Engenharia de tecido (ET) geralmente se requer o uso de suportes ou estruturas porosas, o qual serve como um modelo tridimensional para adesão celular inicial e subsequente formação de tecido in vitro e em vivo [Hutmacher, 2001]. Nesse sentido, muitas das pesquisas na área de ET estão focalizadas na fabricação de estruturas porosas mediante as técnicas de PR, utilizando como matéria-prima polímeros, cerâmicos ou compósitos; no entanto, algumas pesquisas envolvem metais [Abdelaal, 2011]. Parthasarathy e co-autores (2010) reportam uma diminuição significativa nas propriedades mecânicas com o aumento do porcentagem de porosidade em corpos-de-prova cúbicos, com poros interconectados da mesma geometria, fabricados por fusão por feixe de elétrons (EBM) utilizando como matéria prima pó de Ti-6Al-4V. Contudo, as peças porosas satisfazem os requerimentos mecânicos necessarios para aplicações craniofaciais.

A sinterização seletiva a laser é uma técnica de PR que a diferença da EBM utiliza um feixe de laser para fornecer energia e consolidar peças a partir de pó. Os parametros de processo, tais como potência do laser, velocidade de varredura do laser, distancia entre linhas de varredura e espessura da camada do pó, devem ser escolhidos cuidadosamente para garantir a união entre as camadas, boa consolidação do pó no plano de sinterização e adequado acabamento superficial. Dependendo da energia fornecida pelo laser, pode se processar varios tipos de materiais como polímeros, cerâmicos e metais [Volpato, 84p, 2007]. Ho e co-autores (1999) analisam peças de policarbonato sinterizadas a laser e reportan um aumento progressivo da desificação e resistência mecânica com o aumento da densidade de energia fornecida. Ambas as quantidades diminuem quando o material começa a degradar-se. Esperto e co-autores (2008) reportam que a densidade das peças sinterizadas a laser, a partir de misturas baseadas em aço, diminui com o aumento da velocidade de varredura e aumenta com a potência, enquanto se mantem praticamente constante com a variação da distancia entre linhas de varredura.

## 1.2 Objetivos

O objetivo principal deste trabalho é a caracterização microestrutural de peças porosas obtidas por sinterização seletiva a laser e a determinação do efeito da porcentagem de porosidade sobre as propriedades mecânicas.

Como objetivos parciais, podemos destacar:

- 1) Comparar os resultados das propriedades mecânicas de peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por sinterização seletiva a laser com as propriedades mecânicas da mesma liga com a mesma geometria, mas fabricada por fusão por feixe de elétrons, reportado por Parthasarathy e co-autores (2010).
- 2) Avaliar a influência dos parâmetros de processo na microestrutura e propriedades mecânicas de peças porosas de Ti-6Al-4V consolidadas por sinterização seletiva a laser.
- 3) Avaliar a influência dos tratamentos térmicos na microestrutura e propriedades mecânicas das peças porosas consolidadas por sinterização seletiva a laser.

## **Capítulo 2**

### **Revisão Bibliográfica**

#### **2.1 Introdução aos biomateriais**

A perda de um membro ou parte do organismo é, sem dúvida alguma, um dos problemas que têm preocupado a humanidade desde seu início. Antigamente, empregava-se marfim para reposição de dentes, vidro para reposição de globo ocular, aço ou madeira para confecção de próteses de membros. Nas últimas décadas, devido aos avanços tecnológicos para tratamento de diferentes tipos de doenças, há um crescente interesse na comunidade científica pela procura de materiais que possam substituir o membro perdido ou melhorar o funcionamento de algum tecido ou órgão danificado. Estes tipos de materiais são conhecidos como biomateriais.

##### **2.1.1 Biomaterial**

Um biomaterial é um material não biológico usado em dispositivos médicos, destinado a interagir com sistemas biológicos [Abraham, 1998]. Os biomateriais são substâncias, naturais ou sintéticas, que são toleradas de forma transitória ou permanente, pelos diversos tecidos que constituem o organismo humano. Como estes materiais estarão em contato com tecido vivo, eles têm que apresentar um desempenho satisfatório com resposta adequada do tecido hospedeiro, ou seja, não devem produzir uma resposta imunológica. Do ponto de vista biomecânico, a presença

do implante não deve perturbar a distribuição das tensões nos tecidos adjacentes na medida em que a remodelação do tecido normal não seja impedida [Shakelford, 2005].

Para que um material seja aceito clinicamente como um biomaterial deve atender alguns requisitos fundamentais:

- deve ser biocompatível, ou seja, sua presença não deve causar efeitos nocivos no sistema biológico;
- a degradação do material deve ser mínima;
- os produtos de degradação não devem ser tóxicos;
- deve ser biofuncional, ou seja, ter as características mecânicas adequadas para a aplicação;
- deve ser esterilizável.

Tabela 1 - Aplicação dos biomateriais na área médica [Pillaca, 5p, 2011].

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

Os biomateriais poliméricos são amplamente utilizados para reparo ou substituição de tecido mole, tais como cartilagens, artérias, entre outros. Os cerâmicos apresentam-se como uma opção importante no reparo e substituição de tecido ósseo (Ex. hidroxiapatita), mas sua baixa

ductilidade e alta rigidez, maior do que o osso, têm limitado seu uso. Os metais são muito usados na fabricação de implantes para substituição de tecido duro, devido a sua alta resistência mecânica, mas eles apresentam alta rigidez. Por exemplo, o titânio possui módulo de elasticidade em torno de 110 GPa, valor baixo quando comparado com o módulo de elasticidade dos aços inoxidáveis, acima de 200 MPa, porém muito elevado quando comparado com o tecido ósseo, como o osso cortical, mais denso, com aproximadamente 20 GPa, e o tecido ósseo esponjoso, com aproximadamente 1 GPa. A grande diferença entre os valores de rigidez do implante e do tecido ósseo pode acarretar na reabsorção óssea, que é um processo de descalcificação na interface entre o implante e o osso e que pode levar à soltura ou até mesmo à fratura do implante ou do osso [Lopes, 2009] [Aleixo, 2009].

Entre os materiais metálicos mais utilizados para a fabricação de implantes ortopédicos temos o titânio e suas ligas, as ligas de cobalto-cromo e os aços de grau cirúrgico. Algumas aplicações dos biomateriais são apresentadas na Tabela 1.

## **2.2 Titânio e ligas de titânio**

### **2.2.1 Titânio**

O elemento titânio é o nono elemento mais abundante na crosta terrestre e o quarto elemento metálico mais abundante, em menor quantidade que o alumínio, ferro e magnésio. Na natureza, o titânio é encontrado nas formas de rutilo (dióxido de titânio,  $\text{TiO}_2$ ) e ilmenita (óxido de titânio-ferro,  $\text{FeTiO}_3$ ) e ambos podem ser reduzidos para obter titânio metálico puro utilizando o método Kroll (Figura 2) [Leyens, 2003]. A obtenção do titânio puro ocorreu apenas em 1910, a partir da redução do  $\text{TiO}_2$  pela ação de cloro e carvão em alta temperatura, obtendo o  $\text{TiCl}_4$ , que podia ser reduzido com a adição de sódio ou magnésio.

O titânio apresenta baixa densidade ( $4,5 \text{ g/cm}^3$ ), alta resistência mecânica, que pode ser ainda aumentada pela adição de elementos de liga e pela execução de tratamentos térmicos ou termomecânicos, alta resistência à fadiga e à corrosão, conferida pela formação de uma camada de óxido do tipo  $\text{TiO}_2$ , aderente e protetora. De fato, a resistência mecânica do titânio é

semelhante ao aço, com aproximadamente metade do peso. Por isso, quando é necessária a redução de peso, sem sacrificar a resistência mecânica, pode ser aplicado com eficiência. O Titânio é usado na área aeroespacial, na construção de plataformas de petróleo, na indústria automotiva, esportiva, de vestuário e na medicina [Leyens, 2003] [Schauerte, 2003] [Lütjering, 2010].

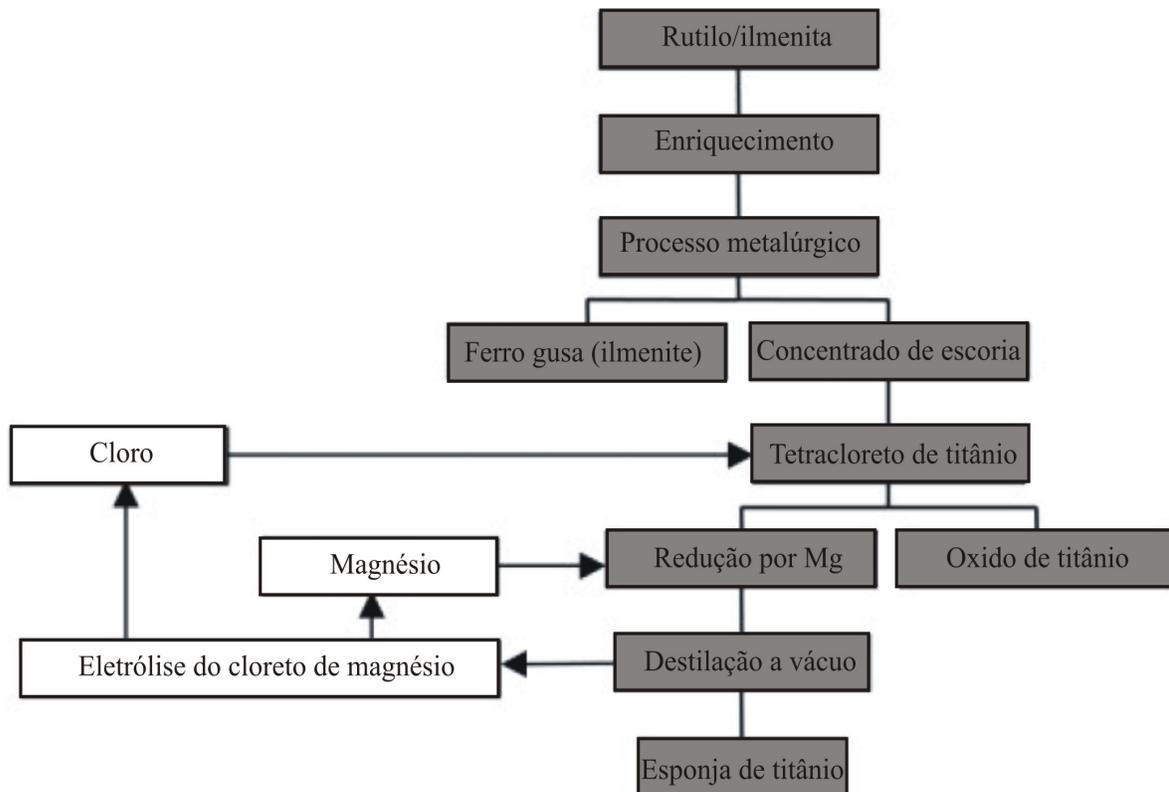


Figura 2 - Procedimento seguido para obtenção de esponjas de titânio (método Kroll) [Leyens, 2003, p. 233].

A temperatura ambiente, o titânio puro apresenta uma estrutura cristalina hexagonal compacta (HC) denominada fase  $\alpha$ , a qual se mantém estável até aproximadamente 882 °C; nessa temperatura ocorre uma transformação alotrópica (Figura 3), mudando para uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) denominada fase  $\beta$ , que é estável até a temperatura de fusão. Quando acontece a transformação estrutural HC  $\rightarrow$  CCC há um aumento no volume da célula unitária de aproximadamente 8,87 %, dado que a estrutura cristalina CCC apresenta um fator de empacotamento menor do que a estrutura HC.

As fases  $\alpha$  e  $\beta$  apresentam comportamento mecânico diferente, que está relacionada intimamente a sua estrutura cristalina. Sabe-se que a deformação plástica por deslizamento de planos atômicos pode ser interpretada como a propagação de discordâncias. No entanto, estas discordâncias não se propagam com a mesma facilidade sobre todos os planos cristalinos e em todas as direções, sendo que elas se deslocam por planos e direções com maior densidade atômica. Os planos e direções preferenciais, por onde se movimentam as discordâncias, são denominados de planos e direções de escorregamento, respectivamente. A combinação destes planos e direções de escorregamento é denominado sistema de escorregamento, o qual é dependente do tipo de estrutura cristalina do material (Tabela 2).

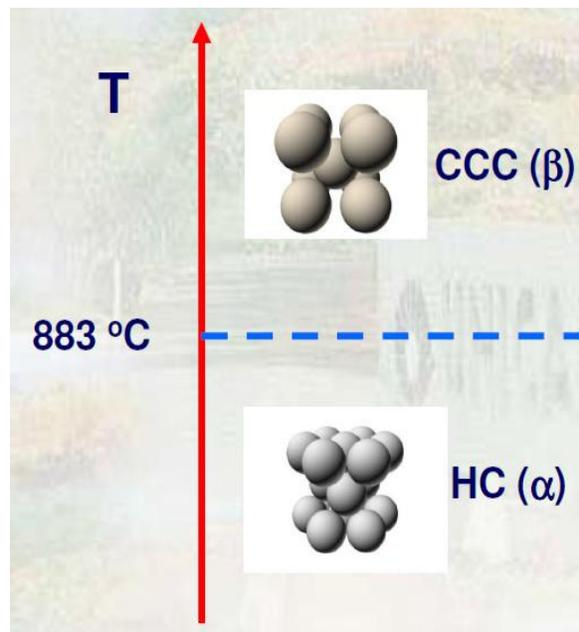


Figura 3 - Transformação alotrópica do titânio com aumento da temperatura.

Tabela 2 - Planos e direções compactas nas estruturas cúbicas de face centrada, cúbica de corpo centrado e hexagonal compacta [Callister, 112p, 2000].

Metais	Plano de escorregamento	Direção de escorregamento	Número de sistemas de escorregamento
	Cúbica de face centrada		
Cu, Al, Ni, Ag, Au	{111}	$\langle \bar{1}10 \rangle$	12
	Cúbica de corpo centrado		
$\alpha$ -Fe, W, Mo	{110}	$\langle \bar{1}11 \rangle$	12
$\alpha$ -Fe, W	{211}	$\langle \bar{1}11 \rangle$	12
$\alpha$ -Fe, K	{321}	$\langle \bar{1}11 \rangle$	24
	Hexagonal compacta		
Cd, Zn, Mg, Ti, Be	{0001}	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3
Ti, Mg, Zr	$\{10\bar{1}0\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3
Ti, Mg	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	6

A estrutura HC possui poucos sistemas de escorregamento ativos, por isso os materiais que apresentam esta estrutura cristalina normalmente são frágeis. Enquanto, as estruturas CCC e CFC possuem um número relativamente grande de sistemas de escorregamento (pelo menos 12), o que permite um alto grau de deformação plástica (comportamento dúctil) [Callister, 112p, 2000]. Além disso, as propriedades físicas dependem da direção cristalográfica na qual são medidas, por exemplo, o módulo de elasticidade é maior ao longo de uma direção compacta.

### 2.2.2 Ligas de titânio

A estabilidade das fases do titânio puro pode ser modificada mediante a adição de elementos de liga que mudam a temperatura em que ocorre a transformação alotrópica (Figura 4). Os elementos de liga que permitem a estabilização da fase  $\alpha$  a temperaturas maiores são denominados  $\alpha$ -estabilizadores, entre os quais podemos mencionar o Al, O, N e C. De forma

análoga, a adição de determinados elementos de liga fazem que a fase  $\beta$  seja ainda estável à temperatura ambiente, podendo coexistir com a fase alfa ou até mesmo predominar ou ser a única fase estável. Estes elementos são denominados  $\beta$ -estabilizadores, entre os quais podemos mencionar o V, Nb, Fe, Mo, entre outros. Os  $\beta$ -estabilizadores podem ser classificados em dois grandes grupos:  $\beta$ -isomorfo e  $\beta$ -eutetóide. Existem elementos de liga, tais como Zr e Sn, que não afetam a temperatura de transformação alotrópica do Ti e por isso são denominados “neutros”.

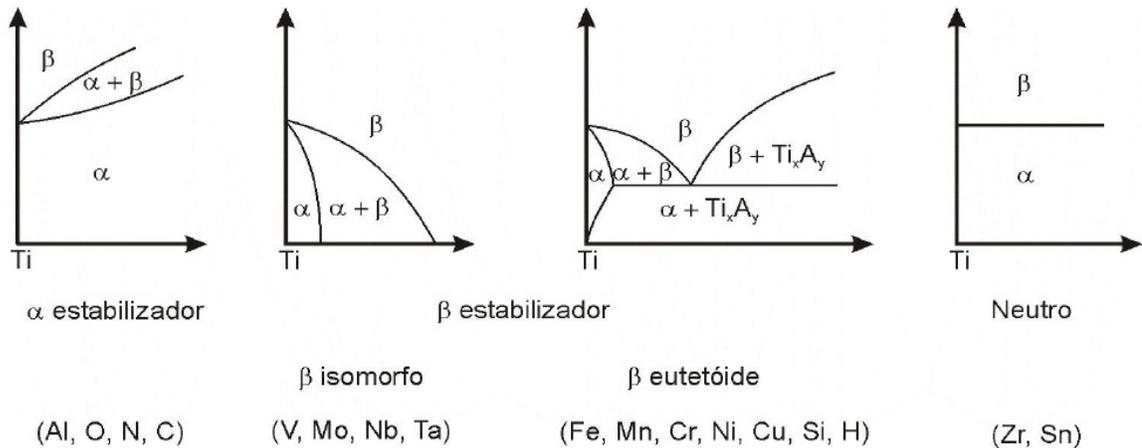


Figura 4 - Efeito dos elementos de liga na estabilidade das fases em ligas de titânio [Lütering, 24p, 2010].

As ligas de titânio podem ser classificadas de acordo com as fases presentes na sua microestrutura à temperatura ambiente. Na Tabela 3 são apresentados alguns exemplos de ligas de titânio classificadas segundo o critério mencionado anteriormente. Destingue-se três grupos de ligas de titânio, as de tipo  $\alpha$ ,  $\alpha+\beta$  e  $\beta$ .

Tabela 3 – Ligas de titânio classificadas segundo as fases presentes na sua microestrutura à temperatura ambiente. Dados adaptados das referências [Knoll, 2006] e [Niinomi, 2003].

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

O titânio e suas ligas apresentam baixo módulo de elasticidade, boa resistência à fadiga, conformabilidade, usinabilidade, resistência à corrosão e biocompatibilidade [Liu, 2004]. Por isso, o titânio e suas ligas, assim como as mais modernas ligas com estrutura  $\beta$  metaestável, são empregados na substituição de tecido duro, como por exemplo, ossos, juntas e implantes dentais. O titânio e ligas de titânio também são empregados na fabricação de implantes cardiovasculares e chapas para fixação de fraturas.

#### **a) Ligas $\alpha$**

Estas ligas apresentam a estrutura hexagonal compacta (HC) do titânio puro em baixas temperaturas e podem conter elementos de liga substitucionais ou intersticiais. Dependendo do teor de ferro (Fe) e os elementos intersticiais, oxigênio (O) e nitrogênio (N), as ligas  $\alpha$  podem-se classificar como ligas de grau 1, 2, 3 ou 4, como está especificada na norma ASTM F67 (2006). Os graus diferem principalmente na quantidade de oxigênio. A diluição de pequenas quantidades de elementos de liga, tais como N, Fe e O, gera um aumento na resistência mecânica. No entanto, a ductilidade diminui significativamente, tornando o material difícil de processar a temperatura ambiente. As ligas  $\alpha$  apresentam boa resistência mecânica e tenacidade, boa soldabilidade e alta resistência à fluência, mas possuem pouca conformabilidade devido à estrutura cristalina HC.

#### **b) Ligas near- $\alpha$**

As ligas com estrutura  $\alpha+\beta$ , com fração volumétrica da fase  $\beta$  em até 10%, são classificadas como tipo *near- $\alpha$* . Estas ligas são indicadas para aplicações em altas temperaturas devido à combinação de resistência à fluência das ligas  $\alpha$  com resistência mecânica das ligas tipo  $\alpha+\beta$  [Leyens, 22p, 2003]. Entre estas ligas temos a Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si (Ti-6-2-4-2-S) e Ti-6Al-2,7Sn-4Zr-0,4Mo-0,4Si (TIMETAL 1100). O uso do Al nas ligas de titânio foi limitado a como máximo 6% em peso por gerar problemas de corrosão por tensões.

### c) Ligas $\alpha+\beta$

Estas ligas caracterizam-se por apresentar em coexistência das fases  $\alpha$  e  $\beta$  a temperatura ambiente. Ao contrário das ligas  $\alpha$ , as ligas  $\alpha+\beta$  podem ser tratadas termicamente com o objetivo de se melhorar suas propriedades mecânicas.

A liga  $\alpha+\beta$  mais utilizada comercialmente é Ti-6Al-4V devido a suas excelentes propriedades, tais como: boa conformabilidade mecânica, elevada resistência à fadiga e excelente resistência à corrosão. Isso se deve ao fato de que o Al é um elemento estabilizador da fase  $\alpha$  e o V é um elemento estabilizador da fase  $\beta$ . A presença do alumínio nesta liga aumenta a resistência mecânica a altas temperaturas, enquanto a adição de 4% de vanádio aumenta a resistência mecânica por dois mecanismos: por solução sólida e por estabilizar a fase  $\beta$  a temperatura ambiente. As fases  $\alpha$  e  $\beta$  podem coexistir em três configurações diferentes: lamelar, equiaxial ou bimodal [Ramoso, 2010]. Esta liga, inicialmente desenvolvida para uso aeronáutico e espacial, ainda hoje é amplamente utilizada como biomaterial.

### d) Ligas $\beta$ -estáveis e metaestáveis

As ligas de titânio tipo  $\beta$  são obtidas pela adição de uma quantidade suficiente de elementos  $\beta$  estabilizadores, como para estabilizar a fase  $\beta$  a temperatura ambiente. Estas ligas apresentam baixo módulo de elasticidade, alta resistência mecânica, moderada resistência à fadiga e boa conformabilidade a frio. No entanto, o uso das ligas tipo  $\beta$  é limitado pelo relativo alto peso específico, modesta soldabilidade, pobre resistência à corrosão e microestrutura complexa [Leyens, 23p, 2003].

Quando uma liga tipo  $\beta$  (Figura 5) é resfriada rapidamente desde o campo da fase  $\beta$ , para teores de estabilizador  $\beta$  entre  $\beta_m$  e  $\beta_e$ , obtém-se a fase  $\beta$  metaestável sem formação de martensita. No caso de teores de estabilizador  $\beta$  maior que  $\beta_e$ , a liga apresenta a fase  $\beta$  estável.

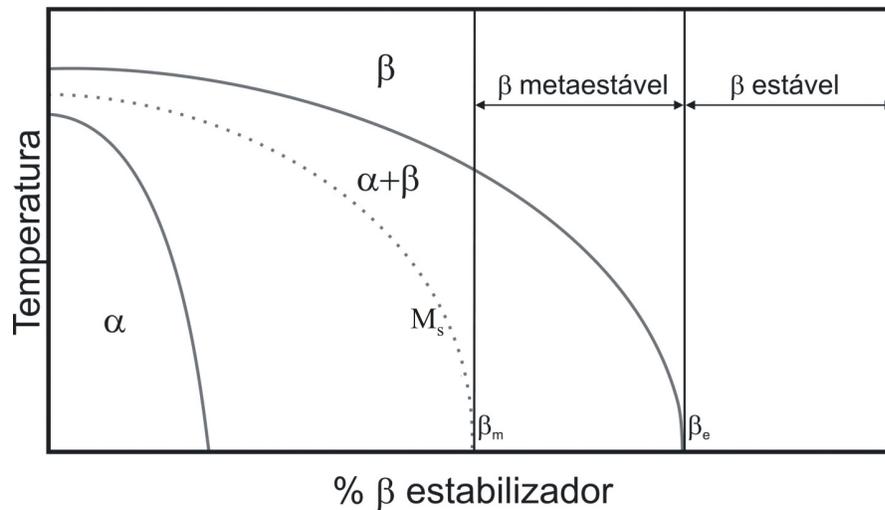


Figura 5 – Representação esquemática de um diagrama de fase pseudo-binário de uma liga de titânio tipo  $\beta$  [Long, 1998]. A linha pontuada sinaliza o início da formação da fase martensítica e as linhas contínuas as fronteiras entre os campos  $\alpha$ - $(\alpha + \beta)$  e  $(\alpha + \beta)$ - $\beta$ . São mostradas as regiões de estabilidade e metaestabilidade da fase  $\beta$ .

#### e) Outras fases metaestáveis das ligas de titânio

Entre as fases formadas em condições de equilíbrio termodinâmico temos as fases  $\alpha$  e  $\beta$ . Como já foi dito anteriormente, a fase  $\alpha$  apresenta estrutura HC e a fase  $\beta$  apresenta estrutura CCC. Além das fases  $\alpha$  e  $\beta$ , as ligas tipo  $\beta$  tratadas termicamente podem apresentar fases metaestáveis, por exemplo, martensita  $\alpha'$  ou  $\alpha''$ . A Figura 6 mostra as possíveis transformações de fase que podem acontecer em uma liga de titânio tipo  $\beta$ . A martensita  $\alpha'$  é produto de um processo de transformação sem difusão, por cisalhamento de planos atômicos, produto de um resfriamento rápido a partir de temperaturas acima da temperatura de início de formação da martensita ( $M_s$ ). Esta fase apresenta estrutura HC. A morfologia martensítica resultante é de tipo agulha ou acicular. Para teores maiores de elemento  $\beta$ -estabilizador, as ligas resfriadas rapidamente a partir do campo  $\beta$  apresentam a fase  $\alpha'$  com distorção. Este tipo de martensita denomina-se  $\alpha''$  e é uma fase de transição que é formada durante a transformação  $\beta \rightarrow \alpha'$  e que, diferentemente da fase  $\alpha'$ , apresenta estrutura ortorrômbica. Em ligas com alto teor de estabilizadores  $\beta$  há a possibilidade de formação da fase denominada  $\omega$ , mas isso depende das condições de resfriamento da fase  $\beta$ . No caso de resfriamento rápido até temperatura ambiente, há a possibilidade de formação da fase  $\omega$  atômica ( $\omega_{ate}$ ). Enquanto, se resfriamos rapidamente até

uma temperatura maior que a  $M_s$ , para logo manter o sistema a uma temperatura no intervalo de 350 °C a 450 °C, promove-se assim a precipitação da denominada fase  $\omega$  isotérmica ( $\omega_{ate}$ ). A fase metaestável  $\omega$  é nanométrica e apresenta-se nos sistemas Ti-Mo e Ti-Nb.

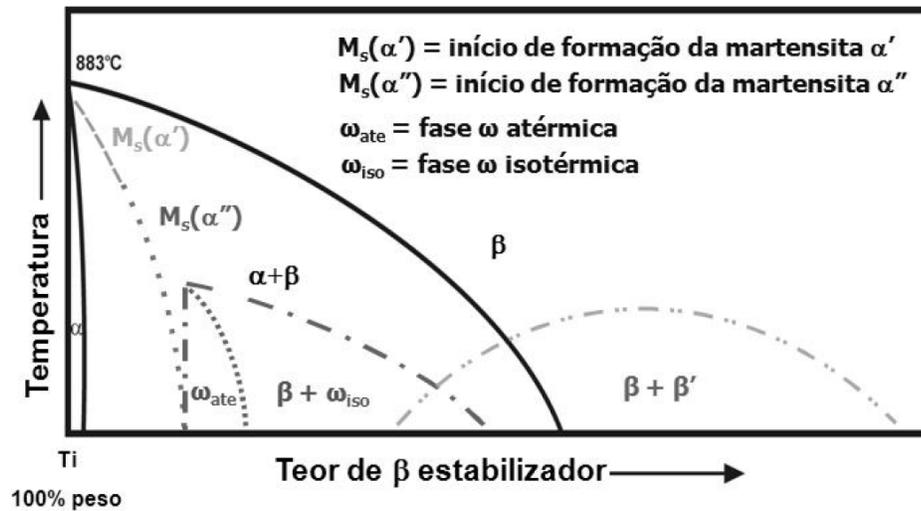


Figura 6 - Diagrama de fase isomorfo mostrando as possíveis fases, estáveis e metaestáveis, que podem ser obtidas em uma liga de titânio tipo  $\beta$  [Nag, 2008]. As linhas tracejadas indicam o início da formação de fase metaestável.

A microestrutura da liga Ti-6Al-4V é fortemente dependente do processo de manufatura e/ou processos de pos-manufatura como os tratamentos térmicos. Como exemplo, na Figura 7 mostra-se a influência da temperatura e taxa de resfriamento na microestrutura de uma liga de Ti-6Al-4V [Leyens, 15p, 2003]. Amostras de Ti-6Al-4V foram tratadas termicamente a 650, 800 e 1050 °C por uma hora e resfriadas baixo duas condições diferentes, no forno e em água. As amostras que resfriam no forno (resfriamento lento) exibem uma microestrutura constituída por lamelas de fase  $\alpha$  com uma quantidade pequena de fase  $\beta$  intergranular (Figura 7a, c, e). As amostras tratadas a 800 e 650 °C apresentam lamelas da fase  $\alpha$  mais grossas do que a amostra tratada a 1050 °C. A amostra resfriada em água (resfriamento rápido) desde o campo  $\beta$  (Figura 7b) apresenta uma microestrutura martensítica acicular  $\alpha'$ . No entanto, a amostra resfriada desde 800 °C apresenta uma microestrutura muito similar às amostras resfriadas no forno. A diferença principal é a presença de martensita  $\alpha'$  na região intergranular em vez de  $\beta$  (Fig. 7d). Isso se deve a que a fase  $\beta$  transforma-se em martensita. A amostra resfriada desde temperaturas abaixo da temperatura de início da transformação martensítica apresenta lamelas de fase  $\alpha$  com fase  $\beta$

intergranular (Figura 7f), similar à microestrutura da amostra resfriada no forno de 1050 °C. Isso se deve a que a transformação martensítica é suprimida abaixo de  $M_s$ .

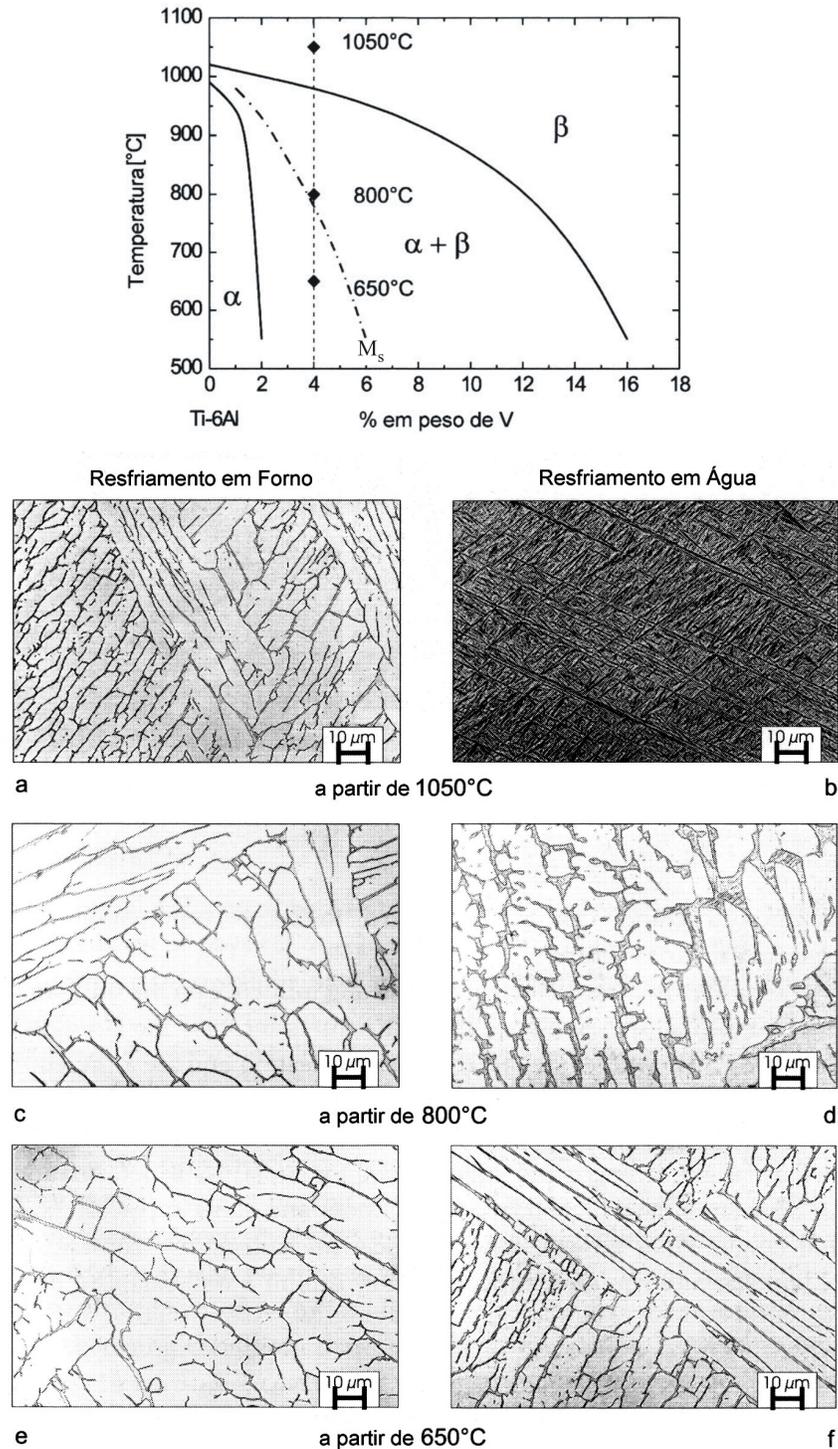


Figura 7 - Diagrama de fase pseudo-binário da liga Ti-6Al-4V e microestrutura da mesma, após resfriamento na água e no forno a partir de 1050, 800 e 650 °C [Leyens, 15p, 2003].

## 2.3 Introdução à prototipagem rápida

### 2.3.1 Protótipo

O termo protótipo vem do grego *prototypus* que significa primeiro tipo. Existem na literatura diversas definições ao termo protótipo, por exemplo, define-se protótipo como o primeiro de seu tipo, incluindo tanto representações eletrônicas quanto físicas de uma peça ou produto [Wall, 1992]. Santos (1999) define protótipo como qualquer modelo físico tridimensional de uma peça, componente ou produto que se realiza antes da industrialização, com a finalidade de analisar as características do projeto e identificar erros.

Os protótipos podem ser reais ou virtuais. No caso de um protótipo real, estes são cópias de um componente ou produto, que já foram ou que serão desenvolvidos, os quais podem ser de tamanho real, maior ou menor e feito de material diferente do que o produto final. Enquanto, o protótipo virtual é uma maneira não tangível de representar um componente ou produto, na qual os aspectos importantes do produto são analisados computacionalmente [Volpato, p. 22-24, 2007]. Os protótipos são geralmente empregados quando o produto final é muito grande ou muito caro para ser fabricado. Os protótipos, mais baratos que o produto final, são desenvolvidos para a partir deles detectar possíveis erros de concepção na fase inicial de processo de desenvolvimento do produto, prevenindo os gastos exagerados para criação do produto final, reduzindo deste modo os riscos associados ao lançamento de um novo produto.

Entre as técnicas para a representação tridimensional de produtos temos: manual, prototipagem virtual, prototipagem por usinagem, prototipagem rápida e prototipagem usando ferramental rápido (molde-protótipo) [Volpato, p. 26-30, 2007].

A usinagem é uma técnica de manufatura subtrativa que consiste na criação de modelos tridimensionais por remoção de material usando ferramentas de corte, sendo empregada na fabricação de protótipos. No entanto, devido a seu princípio de trabalho, esta técnica apresenta limitações na manufatura de geometrias complexas e não se presta à confecção de matrizes ósseas, no que se refere à estrutura interna com porosidade e interconectividade [Layarin, 2008]. Além disso, quando o tamanho da amostra é pequeno, o tempo para planejamento e programação

pode constituir uma porção significativa do tempo necessário para manufaturar a peça [Yu, 2005].

Diferentemente dos processos de manufatura subtrativa, a prototipagem rápida é uma técnica de manufatura aditiva que consiste na construção de objetos tridimensionais mediante a adição de camadas planas sucessivas. Esta forma de construção permite fabricar peças com geometrias difíceis ou impossíveis de obter por qualquer outro método [Yang, 2002] [Volpato, 2007]. Este tema será tratado com maior amplitude na seguinte secção.

### **2.3.2 Prototipagem rápida (PR)**

O termo prototipagem rápida designa um conjunto de tecnologias usadas para fabricar objetos físicos, camada a camada, diretamente de fontes de dados gerados por sistemas de projeto auxiliado por computador (CAD) [Pham, 1998] [Yu, 2005] [Oliveira, 2007]. No entanto, a palavra “rápida” em prototipagem não necessariamente indica a rapidez com a qual um objeto é manufaturado, mas salienta a facilidade e a eficiência com a qual se podem construir objetos geométricos diferentes e relativamente complexos por uma alteração nos dados CAD [İlkgün, 2005]. A PR é o melhor processo de manufatura quando se precisam produzir pequenas quantidades de peças e/ou no caso de componentes com geometria complexa.

Como já se mencionou na secção anterior, a PR pode ser usada na manufatura de protótipos. Nesse sentido, a PR permite:

- a) minimizar problemas de engenharia como encaixes, montagens e interferências;
- b) aumentar a vida do produto, gerando alterações na fase de criação do modelo;
- c) fazer testes funcionais antes da industrialização do produto e do lançamento no mercado.

A PR foi inicialmente utilizada para a geração de protótipos ou para a criação de moldes. Contudo, hoje com o avanço da tecnologia e dos equipamentos, várias empresas já utilizam os aparelhos de prototipagem para fabricar produtos finais [İlkgün, 2005].

As técnicas de PR, voltadas à fabricação de produtos, podem ser aplicadas em diversas áreas, tais como: automotiva, médica, aeronáutica, marketing, restaurações, educação,

paleontologia e arquitetura [Hellmuth, 2010]. Na Figura 8 ilustra-se como está nova tecnologia esta sendo utilizada nos EUA [Wohlers, 1998].

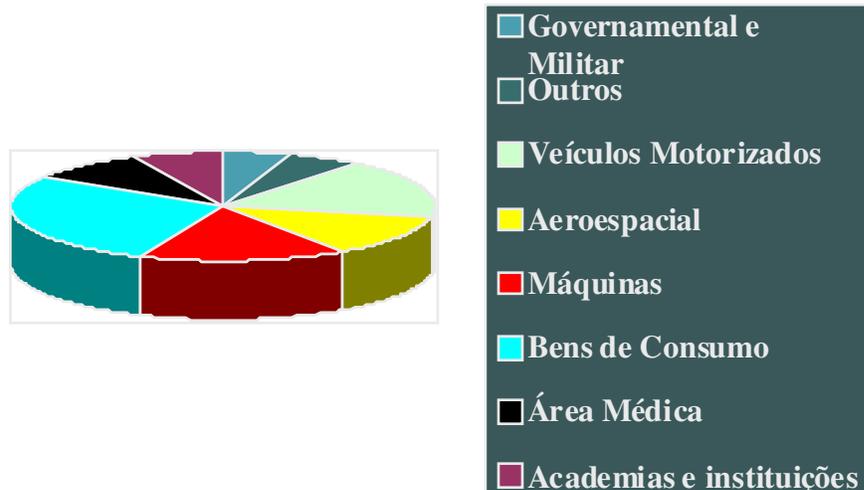


Figura 8 – Aplicação das técnicas de PR nos EUA.

Todas as técnicas de prototipagem rápida são constituídas por cinco estágios básicos:

- criação do modelo CAD da peça (modelo computacional);
- conversão do arquivo CAD em formato STL (malha de triângulos);
- fatiamento do arquivo STL (obtenção das curvas de nível);
- construção física do modelo usando um aparelho de PR;
- limpeza e acabamento do protótipo.

De forma simplificada, o processo de prototipagem rápida envolve dois estágios, a preparação dos dados e o processo de fabricação (Figura 9).

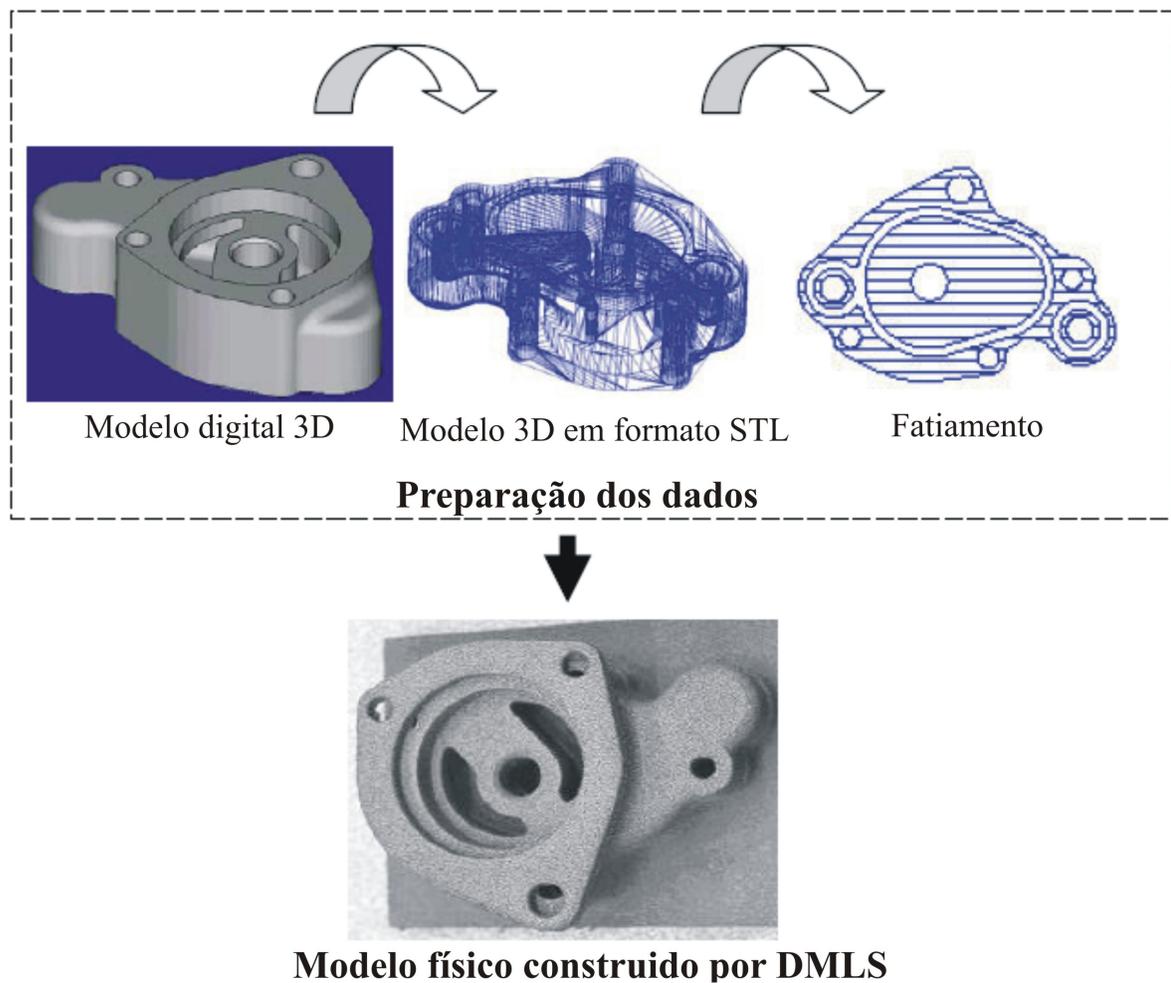


Figura 9 – Estágios no processo de fabricação de peças por PR [Yu, 2005].

### 2.3.3 Os principais processos de PR

Desde o lançamento do primeiro aparelho de PR, chamada Estereolitografia, no ano 1988, até nossos dias, novas tecnologias de PR foram introduzidas no mercado. Atualmente existem muitas tecnologias de PR que usam diferentes métodos de deposição, mas todas elas baseiam-se na adição de camadas [Gouveia, 2009] [Pham, 1998] [Volpato, p. 55-98, 2007]. Podemos classificar as tecnologias de PR, baseados no estado inicial da matéria prima, em três grupos: os baseados em líquido, os baseados em sólido e os baseados em pó (Tabela 4).

Tabela 4 - Classificação dos principais processos de PR baseados no estado inicial da matéria-prima [Volpato, 56p, 2007].

Baseado em líquido	Baseado em sólido	Baseado em pó
Estereolitografia-SL ( <i>Stereolithography</i> )	Modelagem por fusão e deposição-FDM ( <i>Fused Deposition Modeling</i> )	Sinterização Seletiva a Laser-SLS ( <i>Selective Laser Sintering</i> )
Impressão a jato de tinta-IJP ( <i>Ink Jet Printing</i> )-Polyjet	Manufatura Laminar de Objetos-LOM ( <i>Laminate Object Manufacturing</i> )	Sinterização a laser ( <i>Laser Sintering</i> )-EOSINT
IJP- <i>Invision</i>	Tecnologia com lâminas de papel-PLT ( <i>Paper Lamination Technology</i> )	Impressão Tridimensional-3DP ( <i>3 Dimensional Printing</i> )
	IJP – <i>Thermojet</i>	Fabricação de forma final a Laser-LENS ( <i>Laser Engineered Net Shaping</i> )
	IJP – <i>Benchtop</i>	3DP- <i>ProMetal</i>

Dos muitos sistemas de PR existentes na atualidade, neste trabalho utilizou-se a sinterização seletiva a laser para a fabricação de estruturas porosas a partir do pó de Ti-6Al-4V. Por isso, esta técnica de prototipagem será descrita com maior amplitude na seguinte seção.

### 2.3.4 Sinterização seletiva a laser (SLS)

A sinterização seletiva a laser utiliza a energia de um feixe de laser para promover a sinterização do pó, em um ambiente inerte no interior de uma câmara. Dependendo dos parâmetros de processo, tais como potência do laser, velocidade de varredura e diâmetro do feixe, pode-se promover a fusão parcial ou total das partículas do pó. No caso de fusão total, o termo fusão seletiva a laser seria o mais apropriado. O processo inicia-se com a deposição de uma

camada de partículas de pó sobre uma plataforma, com liberdade para deslocar para baixo (Figura 10a). A seguir, um laser atua sobre a camada de pó, fornecendo a energia necessária para sintetizar/fundir o material, de acordo com a geometria da camada em construção (Figura 10b). Depois, o espalhador é preenchido com pó (Figura 10c) e a plataforma desce uma altura igual à espessura da camada (Figura 10d), e deposita-se uma nova camada de pó (Figura 10e). Os passos antes mencionados repetem-se até que toda a peça esteja construída. Por último, o material não sinterizado é removido facilmente com uma escova e retirado para seu posterior uso. No processo de sinterização a laser o material não sinterizado funciona como suporte natural à peça. No entanto, a energia fornecida à peça termina processando material em uma profundidade maior do que a espessura da camada, afastando-se da dimensão contemplada no modelo CAD [Volpato, 82p, 2007]. Este problema é conhecido como efeito Bonus Z.

A sinterização seletiva a laser permite o processamento de diferentes tipos de materiais, como polímeros, cerâmicos e metal com polímero. Hoje em dia existem equipamentos capazes de trabalhar diretamente com metal; esta tecnologia denomina-se sinterização a laser direta de metal (DMLS). Com a sinterização a laser podem-se fabricar muitas peças ao mesmo tempo e com características funcionais muito boas, requerendo pouco pós-processamento para seu acabamento final. Ao longo do tempo diferentes tipos de laser, assim como o laser de CO<sub>2</sub>, o laser ND: YAG, o laser de disco e o laser de fibra, foram desenvolvidos para sinterização seletiva a laser. O laser de fibra, como o utilizado no sistema EOSINT M 270, apresenta muitas vantagens, tais como alta potência, boa qualidade do feixe, simplicidade, eficiência elétrica e óptica, fiabilidade, excelentes propriedades térmicas, robustez e baixo custo de funcionamento [Joo, 2010]. O laser de fibra tem baixo comprimento de onda e, portanto, apresenta uma maior absorção em metais, fornecendo uma potência efetiva maior do que o laser de CO<sub>2</sub> [Shellabear, 2004]. Isso faz possível grandes velocidades de construção. No entanto, quando a energia fornecida é suficiente como para fundir totalmente a matéria-prima, as peças sinterizadas podem apresentar distorções devido à tensão interna e alta rugosidade superficial por causa do fenômeno *balling* [Abd Aziz, 2010].

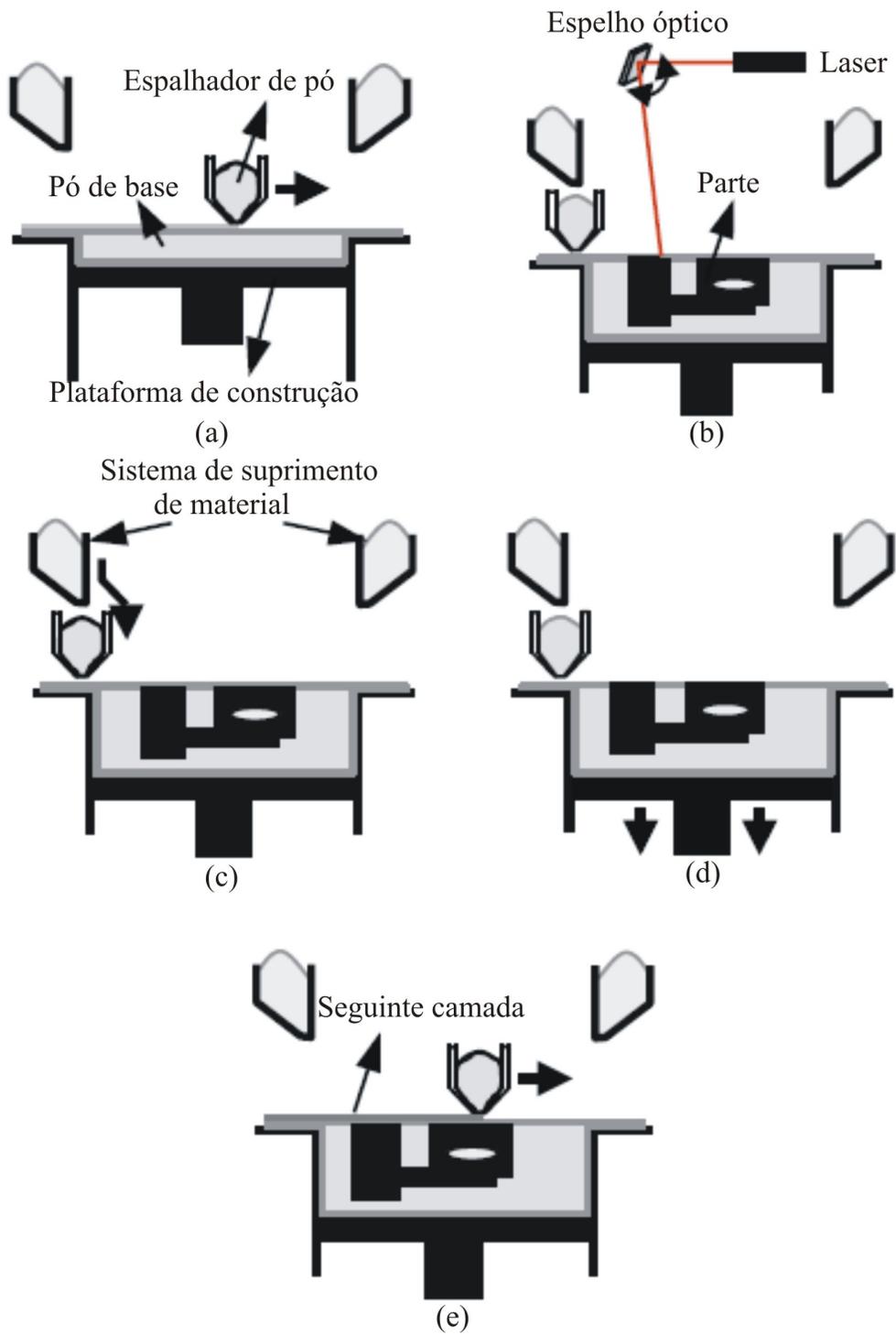


Figura 10 – Estágios no processo de sinterização seletiva a laser [İlkgün, 2005].

## a) Parâmetros de processo

Como em todo método de manufatura, os parâmetros de processo têm que ser adequadamente escolhidos, tendo presente o material a ser sinterizado, para obter ótimos resultados [Shellabear, 2004]. Entre os principais parâmetros de processo na sinterização a laser temos: potência do laser (P), velocidade de varredura (V), distância entre linhas de varredura (DH), espessura da camada e estratégia de varredura. A escolha destes parâmetros influi significativamente nas propriedades mecânicas, rugosidade da superfície, precisão dimensional, tempo de processo e custo [Yu, 2005] (Figura 11).

A anisotropia é uma característica inerente das peças feitas por PR. A agregação resultante entre camadas normalmente apresenta maior fragilidade que a agregação de material na mesma camada [Volpato, p. 124-125, 2007]. Nesse sentido, a posição e orientação de fabricação da peça influem nas propriedades mecânicas [Gibson, 1997]. Existem duas formas de varredura para a sinterização da região interior limitada pelos contornos da peça; pode-se seguir o caminho de varredura em espiral ou em paralelo. O caminho de varredura em paralelo consiste na sinterização da camada seguindo linhas retas paralelas, sempre com a mesma orientação, de fato, este é o padrão mais utilizado nos aparelhos de PR por sua simplicidade de implementação [Yu, 2005].

Song (1997) estudou os efeitos da P, V e DH na densificação de corpos-de-prova sinterizados a laser usando como matéria-prima pó pré-ligado de CuSn. Ele reporta que a densificação aumenta com o aumento de P e diminui na medida em que aumenta V. Esperto e co-autores (2008) reportam resultados similares utilizando como matéria-prima uma mistura de pó baseada em aço. Song (1997) também reporta que a densidade aumenta com a diminuição de DH. Isso mostra a relevância do parâmetro DH na densificação do material. No entanto, uma densificação adequada depende também das propriedades do pó, como forma e distribuição de tamanhos de partícula, propriedades ópticas e propriedades térmicas, além da estratégia de varredura [Esperto, 2008]. İlgün (2005) se baseou no método de ajuste de dados experimentais para desenvolver uma relação matemática que permite prever a densidade aparente das peças sinterizadas a laser. Esta equação correlaciona os principais parâmetros de processo com a densidade aparente, a qual se denominará  $\rho$ , e cuja forma matemática é:

$$\rho = 5,437 + 0,144 \times P - 8,522 \times 10^{-4} \times V - 12,479 \times DH - 3,012 \times 10^{-5} \times (P \times V) + 0,428 \times (P \times DH) + 2,248 \times 10^{-4} \times (V \times DH) - 8,8591 \times 10^{-5} \times (P \times V \times DH) \quad (1)$$

onde  $\rho$  está em unidades de  $\text{g/cm}^3$ , P em W, V em mm/s e DH em mm.

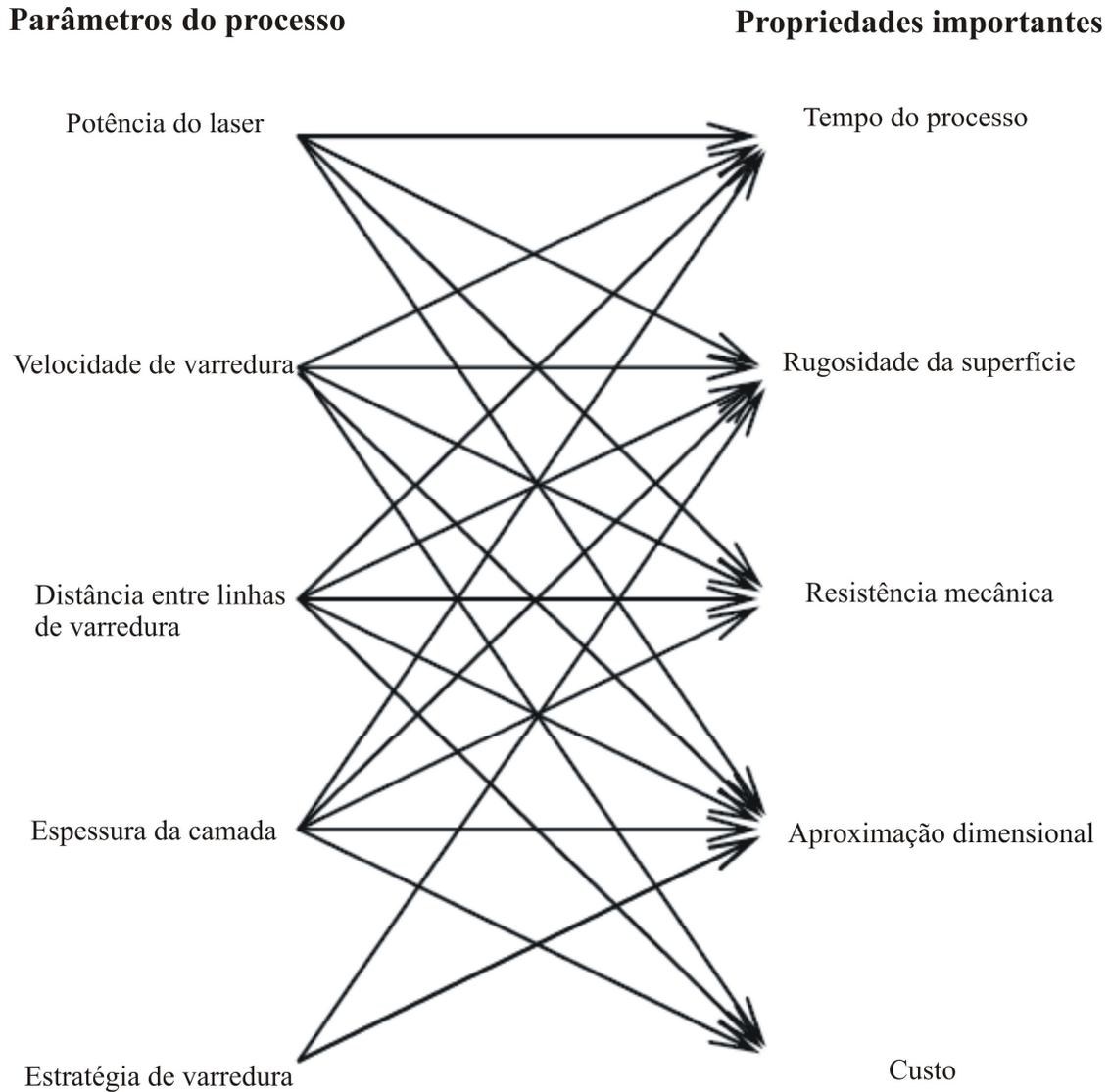


Figura 11. Correlação entre os parâmetros de processo e as propriedades das peças fabricadas por SLS [Yu, 2005]. As setas sinalizam a influência do parâmetro sobre determinada propriedade.

A energia fornecida pelo laser deve ser suficiente para garantir uma boa união entre as camadas e, portanto, uma boa densificação. A densidade de energia fornecida pelo laser aumenta

proporcionalmente com o incremento da potência do laser e diminui com o incremento da velocidade de varredura e distância entre linhas de sinterização. A correlação destes parâmetros com a energia fornecida é mostrada na seguinte equação:

$$DE(J / mm^2) = P(W) / (DH(mm) \times V(mm / s)) \quad (2)$$

onde DE representa a densidade de energia fornecida por milímetro quadrado [Ho, 1999] [İlkgün, 2005].

Song (1997) reporta que a profundidade de sinterização aumenta com a densidade de energia fornecida, obtida por diminuição de V ou por incremento de P. Simulações numéricas realizadas por Zhang e co-autores (2011) verificam a dependência da profundidade de sinterização com os parâmetros de processo P e V.

Na literatura é reportado que a resistência mecânica das peças sinterizadas aumenta com a densidade de energia fornecida [Ho, 1999] [Gibson, 1997]. Isso se deve ao fato que a porosidade gerada no processo de sinterização diminui com o aumento de energia fornecida [İlkgün, 2005] [Gu, 2008].

### **2.3.5 Aplicações da PR na área médica**

A recuperação de pacientes portadores de grandes e complexas deformidades, que normalmente acometem a região craniofacial, confere um grande custo aos sistemas de saúde. Além disso, estas deformidades de origem congênita ou adquirida (Ex. acidentes rodoviários, violência social, etc) produz uma baixa integração social destes portadores, já que muitas vezes eles não têm acesso ao mercado de trabalho. Nesse sentido, a integração das ciências médica, informática, engenharia, PR e diagnóstico por imagens, têm um papel importante na recuperação destes pacientes, oferecendo a possibilidade de uma vida mais digna [Gibson, 2006] [Volpato, p. 212-224, 2007]. As tecnologias antes mencionadas podem ser empregadas no desenvolvimento dos denominados biomodelos, os quais são protótipos utilizados no diagnóstico, no planejamento e no tratamento dos pacientes [Gibson, 2006] [Singare, 2009]. O uso de biomodelos permite

diminuir o risco, as complicações e o tempo cirúrgico, obtendo resultados finais satisfatórios [Williams, 2010].

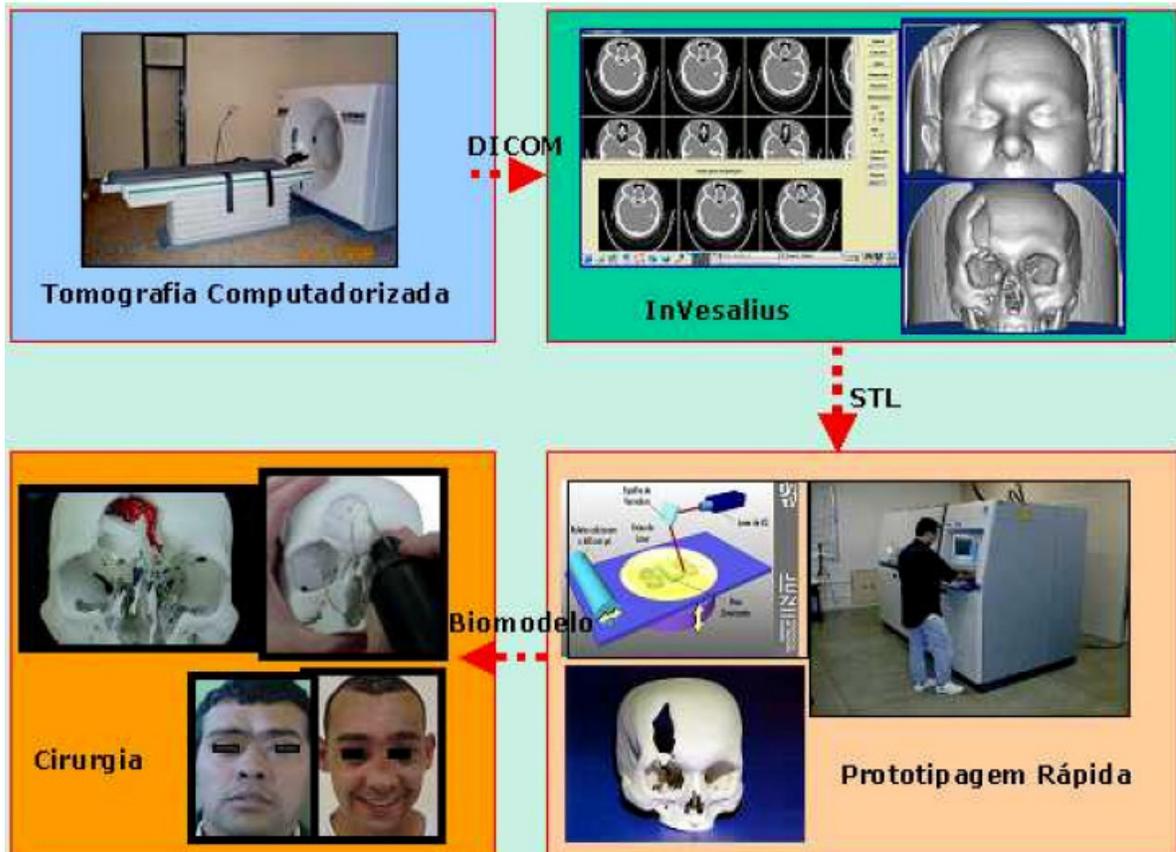


Figura 12 - Estágios para a obtenção de um biomodelo [Volpato, p. 212-224, 2007]. Aquisição de imagens por TC, processamento das imagens, produção do biomodelo por PR e planejamento cirúrgico.

A metodologia de fabricação de biomodelos e implantes personalizados iniciam-se com a obtenção de imagens médicas. As imagens são adquiridas através de exames de tomografia computadorizada (TC), de ressonância magnética (RM) ou por qualquer outra modalidade (ex. ultrassom) dos pacientes. Estas imagens são manipuladas em um sistema para tratamento de imagens médicas (Ex. Invesalius). A partir destas imagens procede-se à separação da estrutura de interesse (segmentação), gerando um modelo tridimensional no computador. Estes dados em formato STL são exportando para serem confeccionados por PR (Figura 12).

### 2.3.6 Estruturas porosas

A disciplina conhecida como engenharia de tecido (ET) enfoca-se na regeneração de órgãos e tecidos vivos através do recrutamento de tecidos do próprio paciente, que são dissociadas em células e cultivadas sobre suportes biológicos ou sintéticos, conhecidos como escafolds, para logo serem reinsertados no paciente (Figura 13) [Barbanti, 2005].

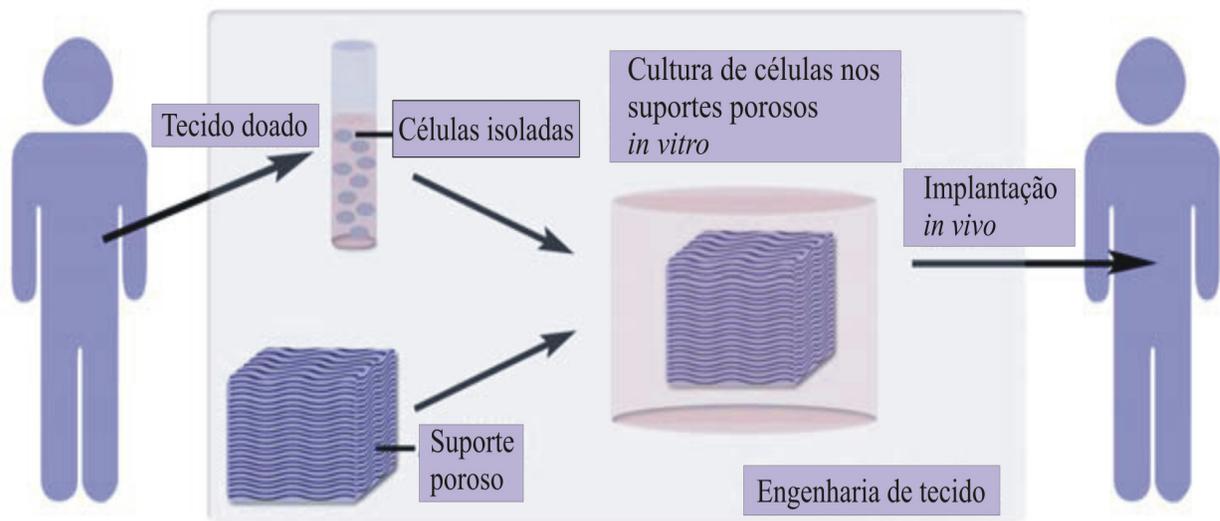


Figura 13 – Esquema da aplicação de suportes porosos na engenharia de tecido [Papenburg, 2009].

A engenharia de tecido segue os seguintes estágios:

- seleção e processamento do suporte;
- inoculação da população celular sobre o suporte;
- crescimento do tecido prematuro;
- crescimento do tecido maturado em sistema fisiológico (bioreator);
- reimplante cirúrgico;
- assimilação do produto.

Na ET geralmente requer o uso de suportes ou estruturas porosas, a qual serve como um modelo tridimensional para adesão celular inicial e subsequente formação de tecido *in vitro* e *in vivo* [Hutmacher, 2001]. As estruturas porosas fornecem suporte para a aderência, proliferação e

diferenciação das células e adicionalmente servem como substitutos mecânicos/estruturais do tecido original até a formação de tecido novo. Estas estruturas podem ser bioreabsorvíveis (absorção completa pelo organismo) ou permanentes. Entre os materiais usados na construção de suportes encontram-se os metais, polímeros e cerâmicos. Os polímeros e alguns biocerâmicos ganharam importância por serem reabsorvidos pelo organismo. No entanto, os polímeros apresentam baixa resistência mecânica e não podem ser aplicados para estruturas de suporte de carga [Yarlagadda, 2005]. Os polímeros têm módulo de elasticidade na faixa de 0,001-0,1 GPa e são usados na área médica para a construção de implantes artificiais, por exemplo, copa acetabular. Os polímeros mais freqüentemente usados na área médica para reparo ou substituição de tecido mole são mostrados na Tabela 5.

Tabela 5– Materiais freqüentemente usados em engenharia de tecido mole [Papenburg, 2009].

<i>Origin</i>	<i>Polymer (family)</i>
<i>Natural</i>	<p><i>Collagen</i></p> <p><i>Component of the extra cellular matrix-ECM</i></p> <p><i>Fibrin</i></p> <p><i>Gelatin</i></p> <p><i>Poly (hydroxybutyrate)</i></p> <p><i>Polysaccharides</i></p> <p><i>Most common are hyaluronic acid, chitosan, starch and alginates</i></p>
<i>Synthetic</i>	<p><i>Poly (esters)</i></p> <p><i>most common are poly (<math>\alpha</math>-hydroxy acids):</i></p> <p><i>poly (lactic acid) (PLA) and poly(glycolic acid) (PGA)</i></p> <p><i>Poly(<math>\epsilon</math>-caprolactones)</i></p> <p><i>Poly ( propylene fumarates)</i></p> <p><i>Poly (anhydrides)</i></p> <p><i>Poly (othroesters)</i></p>

Por outro lado, os implantes metálicos e cerâmicos são significativamente mais rígidos que o osso humano. Como exemplo, o titânio possui módulo de elasticidade em torno de 110 GPa, valor baixo quando comparado com o módulo de elasticidade do aço inoxidável, acima de 200 MPa, porém muito elevado quando comparado com o tecido ósseo, como o osso cortical. A menor carga imposta ao tecido ósseo pela presença de um implante mais rígido causa a reabsorção óssea (*stress shielding*). Na Tabela 6 mostra-se um conjunto de materiais usados no reparo ou substituição de tecido duro.

Tabela 6– Materiais freqüentemente usados em engenharia de tecido duro [Papenburg, 2009].

<i>Class of material</i>	<i>Type</i>
<i>Crystalline ceramics</i>	<i>Hidroxyapatite</i> <i>most common since it is the organic component of natural bone</i> <i>Tricalcium phosphate</i> <i>Calcium metaphosphate</i>
<i>Amorphous glasses</i>	<i>Silica</i> <i>Bio-glass</i>
<i>Composites</i>	<i>Hidroxyapatite/poly (<math>\epsilon</math>-caprolactone), chitosan and/or collagen</i> <i>Titanium/calcium phosphates, polyvinyl alcohol and/or boron</i> <i>Poly(lactic acid)/tricalcium phosphate, silica and/or ceramic</i>
<i>Metals</i>	<i>Stainless steel</i> <i>Titanium</i> <i>Chrome cobalt</i>

Na atualidade, há uma ampla variedade de técnicas para a construção de suportes porosos para engenharia de tecido. Entre os métodos tradicionais temos: feltros de fibra ou malha, união de fibras, separação de fase, evaporação de solvente e lixiviação de partículas, laminação de membrana, processamento a grande pressão, entre outras [Yang, 2001] [Sachlos, 2003]. No entanto, fatores como tamanho do poro, forma e tortuosidade podem afetar o crescimento de tecido, mas estas são difíceis de controlar com precisão usando estas técnicas de processamento. Os métodos de fabricação tradicionais não conseguem construir peças com estrutura interna

controlada. O emprego das técnicas de PR na produção de estruturas porosas apresenta vantagens e por isso esta tecnologia é amplamente utilizada na fabricação de suportes porosos para engenharia de tecido [Yang, 2002]. Entre elas temos: laminação de folhas, sinterização seletiva por laser (SLS), impressoras tridimensionais (3DP), estereolitografia (SLA), Modelagem por fusão e deposição (FDM), entre outras [Sachlos, 2003].

Para mostrar o potencial das técnicas de PR na fabricação de escafoldes, mostram-se alguns exemplos de peças porosas fabricadas por PR.

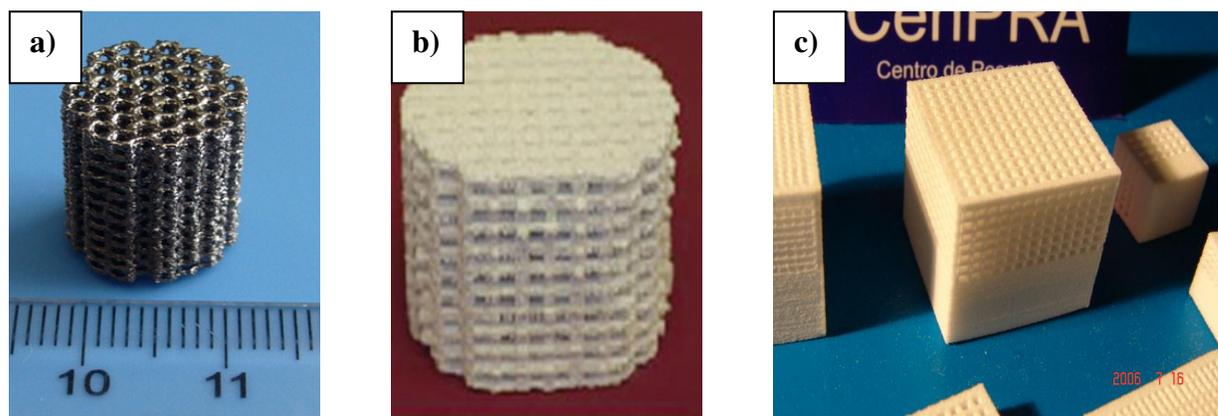


Figura 14 - Exemplos de estruturas porosas: (a) estrutura de titânio fabricado por fusão por feixe de elétrons [Li, 2009], (b) estrutura de cerâmica fabricada por 3DP<sup>TM</sup> [Starly, 2010] e (c) estrutura polimérica fabricada por SLS [Oliveira, 2007].

Parthasarathy e co-autores (2010) estudaram os efeitos da variação do tamanho do poro e espessura das paredes nas propriedades mecânicas em peças cúbicas porosas de Ti-6Al-4V, com poros também cúbicos e interconectados, fabricadas por EBM. As dimensões dos poros foram escolhidas visando facilitar o crescimento interno do tecido.

Este trabalho utiliza os mesmos modelos geométricos utilizados por Parthasarathy e co-autores, visando obter peças porosas de Ti-6Al-4V com dimensão e geometria semelhantes, porém com a técnica de sinterização seletiva a laser, que, a diferença da EBM, utiliza um feixe de laser para a sinterização/fusão da matéria-prima. Embora as duas técnicas (EBM e DMLS) sejam de prototipagem rápida, os produtos de sinterização não necessariamente apresentam a mesma microestrutura, a mesma precisão geométrica e a mesma condição superficial. Portanto, seus

produtos podem apresentar distintos comportamentos mecânicos. Além disso, abre-se a possibilidade de estudar o efeito dos parâmetros do processo de sinterização seletiva a laser.

Os tratamentos térmicos nas ligas de titânio tipo  $\alpha+\beta$  visam mudar as propriedades mecânicas mediante controle da microestrutura para cumprir os requerimentos do projeto. Nesse sentido, também foram avaliados os efeitos da temperatura e tipos de resfriamento nas propriedades mecânicas em peças porosas sinterizadas a laser, com dimensões dos poros que facilitam o crescimento interno do tecido.

## **Capítulo 3**

### **Detalhes experimentais**

#### **3.1 Fabricação das peças porosas**

##### **3.1.1 Modelagem das peças**

Estruturas porosas com porosidades de 61, 69 e 76 % foram modeladas no programa CAD. As peças têm forma de cubo com comprimento de aresta de 1,5 cm, enquanto a estrutura interna consiste de poros de forma cúbica interconectados entre si separados por paredes com espessura de 800  $\mu\text{m}$ . No entanto, sabe-se que as propriedades mecânicas não só dependem da porcentagem de porosidade, mas também do tamanho da parede. Nesse sentido, para fins comparativos, se modelou uma peça cúbica com 74% de porosidade e que, diferente das anteriores, possuía parede de espessura de 450  $\mu\text{m}$ . As dimensões dos poros e paredes para as percentagens de porosidade escolhidas, assim como também os modelos tridimensionais dos mesmos, são mostrados na Figura 15. O objetivo da escolha destes modelos era comparar os resultados das propriedades mecânicas de peças porosas de Ti-6Al-4V obtidas por DMLS com as obtidas pela técnica de fusão por feixe de elétrons, reportado por Parthasarathy e co-autores (2010).

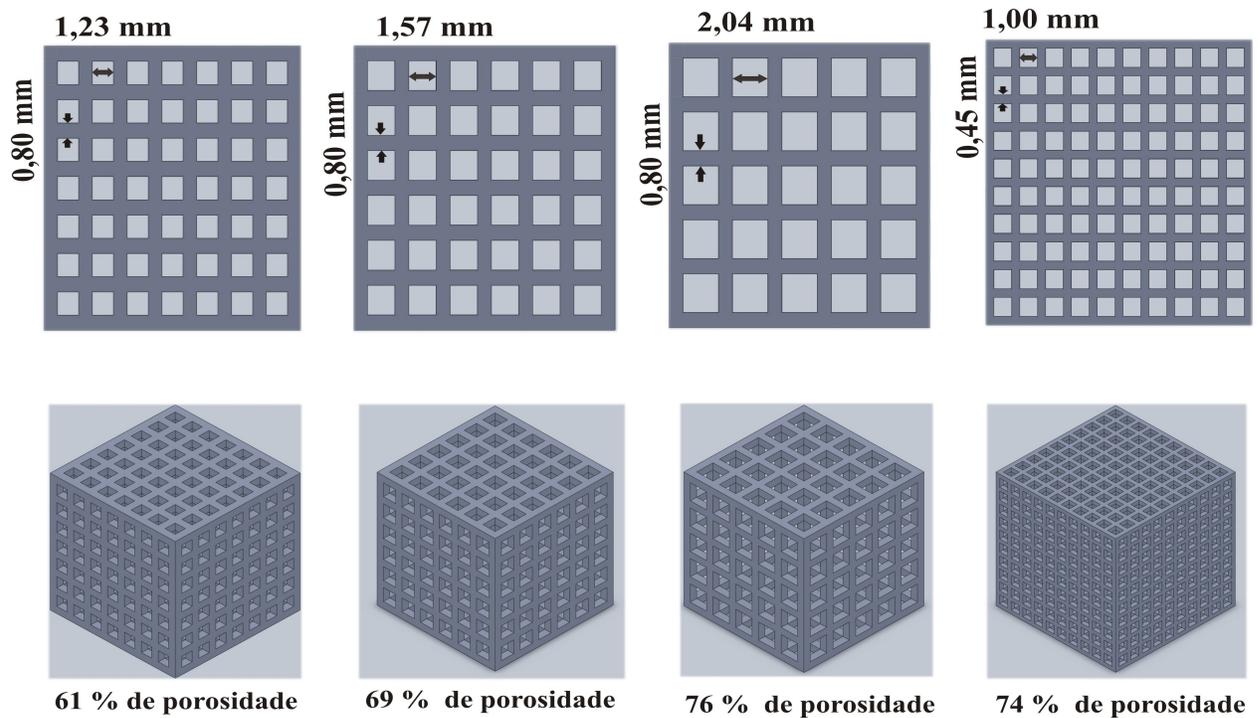


Figura 15 - Modelos computacionais CAD das peças porosas a serem fabricadas por DMLS. Mostram-se a dimensão da parede e poro dos modelos.

### 3.1.2 Parâmetros de processo empregados na DMLS

As peças porosas foram fabricadas mediante DMLS utilizando um equipamento EOSINT M 270, o qual é empregado para trabalhar exclusivamente com metal. Para estudar o efeito dos parâmetros de processo (potência do laser, velocidade do laser e distância entre linhas de varredura) nas propriedades mecânicas das peças sinterizadas por laser, escolheram-se duas condições de fabricação fornecidas pelo fabricante. Os parâmetros de processo para cada condição de fabricação são mostrados na Tabela 7.

As peças foram fabricadas em ambiente de argônio para evitar a reação do Ti-6Al-4V com oxigênio ou outra espécie química da atmosfera. As peças foram orientadas com ângulo de 45 graus em relação à camada do pó, já que isso permite que o material sinterizado sirva de suporte às camadas posteriores. Para aumentar a resistência mecânica das peças na direção de construção,

as linhas de varredura do laser foram viradas em 45 graus de uma camada a outra. Esta estratégia de varredura permite obter peças com propriedades mais isotrópicas no plano de construção. Após a sinterização, as estruturas porosas foram fotografadas utilizando uma câmera digital Canon Power Shot S31S.

Tabela 7–Parâmetros de processo que foram empregados na construção dos corpos-de-prova.

Conjunto	1	2
Potência do laser (W)	170	117
Velocidade do laser (mm/s)	1250	225
Distância entre linhas de varredura (um)	100	180
Espessura da camada (um)	30	30
Diâmetro do feixe do laser (um)	100	100
<i>Off-set</i> do laser (um)	80	200
Densidade de energia (J/mm <sup>2</sup> )	1,36	2,89

A densidade de energia foi calculada utilizando a equação 2. A análise energética mostra que o conjunto de parâmetros 2 fornece uma maior densidade de energia do que o conjunto 1, 2,89 J/mm<sup>2</sup> e 1,36 J/mm<sup>2</sup>, respectivamente. Daqui para frente o conjunto de parâmetros 1 será referido como energia fornecida baixa e o conjunto de parâmetros 2 como energia fornecida alta.

### 3.1.3 Caracterização da matéria-prima: pó pré-ligado de Ti-6Al-4V

A Figura 16 mostra que as partículas de pó de Ti-6Al-4V têm predominantemente forma esférica. Isso é devido ao processo de fabricação do pó pré-ligado, já que ele é obtido por processo de atomização por gás argônio a partir da fase líquida. Este processo se caracteriza por apresentar partículas solidificadas de forma esférica com estreita distribuição de tamanho de partícula.

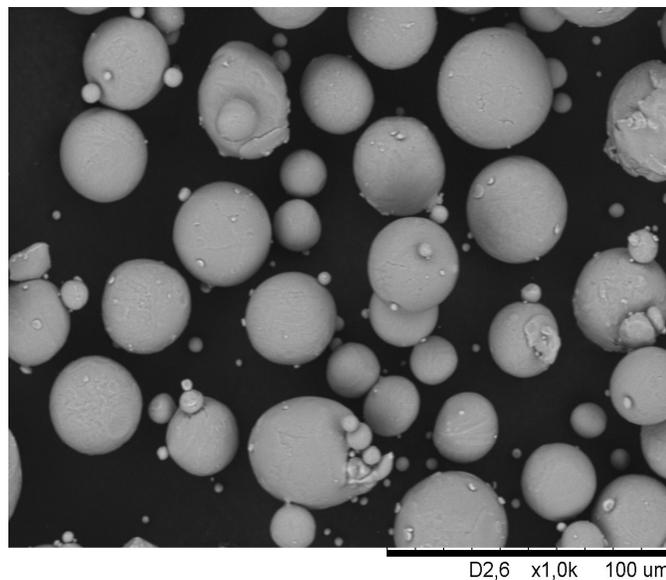


Figura 16 - Partículas de pó de Ti-6Al-4V observadas por MEV.

A análise de granulometria por difração de laser (Figura 17) mostra que o pó de Ti-6Al-4V apresenta uma estreita distribuição de tamanho de partícula. O tamanho de partícula é  $28,64 \pm 0,07 \mu\text{m}$  ( $D_{10}$ ),  $43,4 \pm 0,2 \mu\text{m}$  ( $D_{50}$ ) e  $67,7 \pm 0,4 \mu\text{m}$  ( $D_{90}$ ).

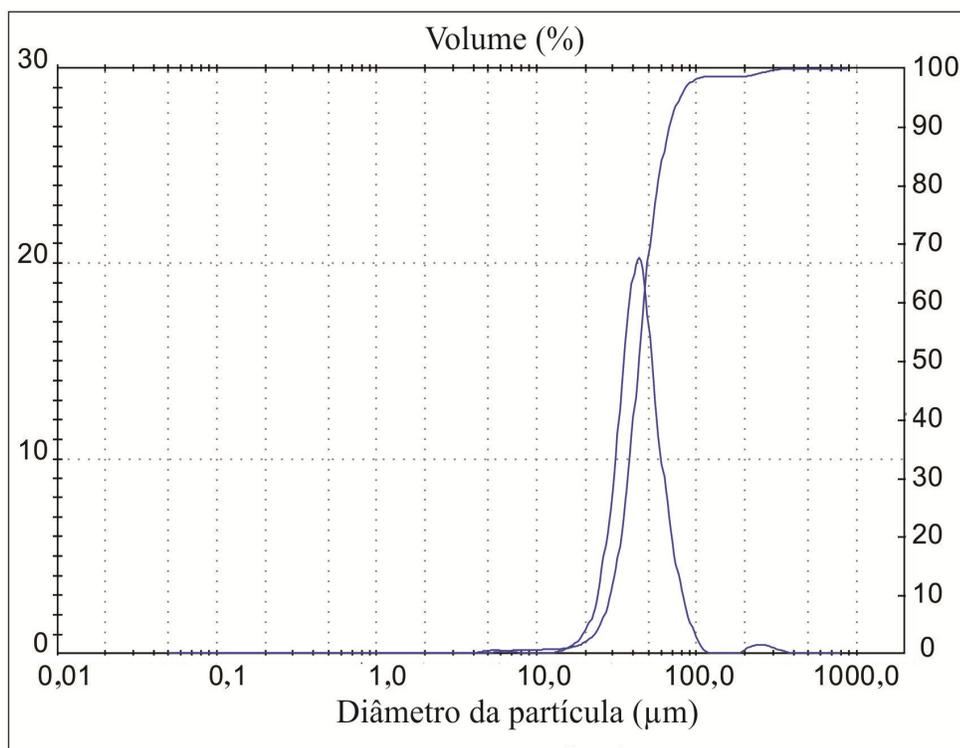


Figura 17 - Curva de distribuição granulométrica das partículas de pó de Ti-6Al-4V obtida mediante granulometria por difração de laser.

A análise do pó de Ti-6Al-4V pelo método de fusão de gás inerte mostra que o conteúdo de nitrogênio e oxigênio é de 0,021% e 0.171%, respectivamente. Tais teores estão em concordância com as prescrições da ASTM F1108 – 04 (2009).

A microestrutura do pó de Ti-6Al-4V foi revelada após de ataque químico. A microestrutura tem morfologia acicular fina (Figura 18).

O difratograma de raios-X (Figura 19) indica a presença de somente fase cristalina HC, a qual pode ser atribuída à fase  $\alpha$  ou fase martensita ( $\alpha'$ ), já que ambas apresentam estrutura cristalina HC e parâmetros de rede similares. É importante lembrar que o pó foi obtido mediante atomização por gás argônio e este processo envolve altas taxas de resfriamento. Por isso, a microestrutura do pó é interpretada como martensítica acicular. No entanto, esta microestrutura pode ser modificada pelo processo de sinterização. Os picos de difração foram ajustados utilizando duas lorentzianas correspondentes às radiações  $K_{\alpha 1}$  ( $\lambda=1,54056 \text{ \AA}$ ) e  $K_{\alpha 2}$  ( $\lambda=1,54439 \text{ \AA}$ ) do cobre, de onde se obteve a posição angular e largura a meia altura de cada pico. Na tabela 8 são mostrados os parâmetros extraídos do ajuste onde se retirou a contribuição da radiação  $K_{\alpha 2}$ .

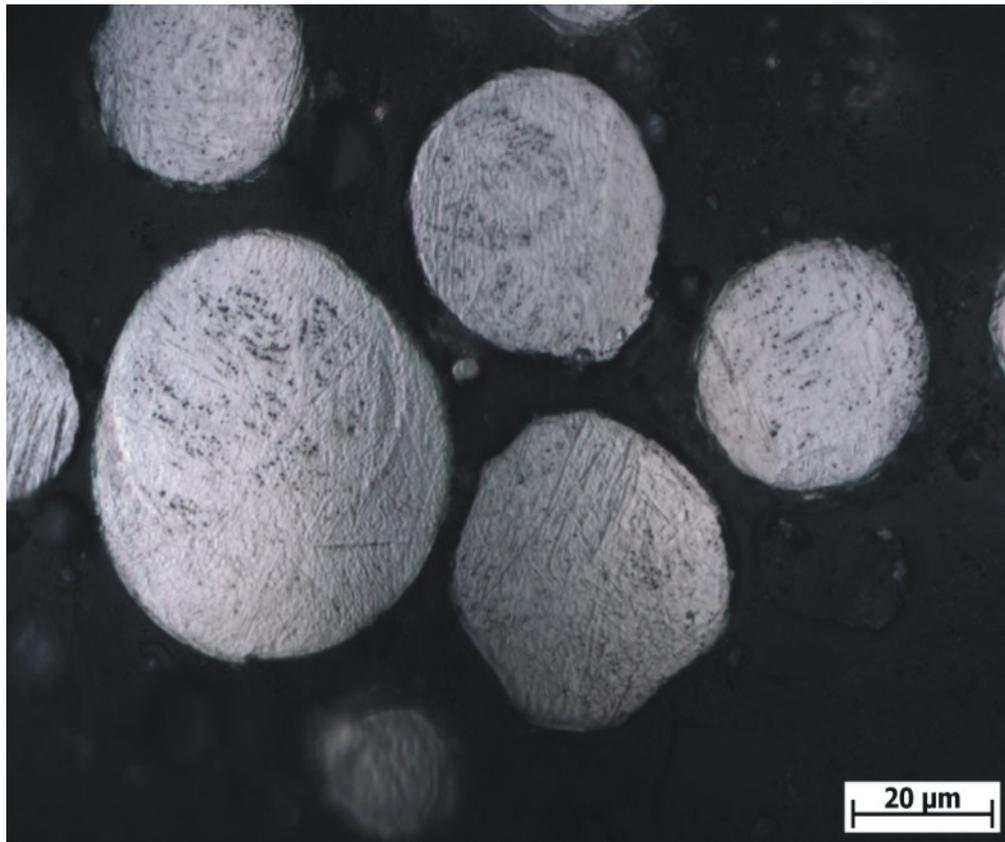


Figura 18 – Microestrutura do pó de Ti-6Al-4V.

A Lei de Bragg (equação 3) foi utilizada para o cálculo das distâncias interplanares. Os valores calculados estão em concordância com os dados reportados na tabela cristalográfica [JCPDS 44-1294, 1993].

Os parâmetros de rede da célula primitiva HC foram calculados utilizando as seguintes relações cristalográficas:  $c=2d_{(0002)}$  e  $a=2d_{(1120)}$ , de onde se obteve os valores de  $4,666\pm 0,004 \text{ \AA}$  e  $2,924\pm 0,002 \text{ \AA}$  para c e a, respectivamente.

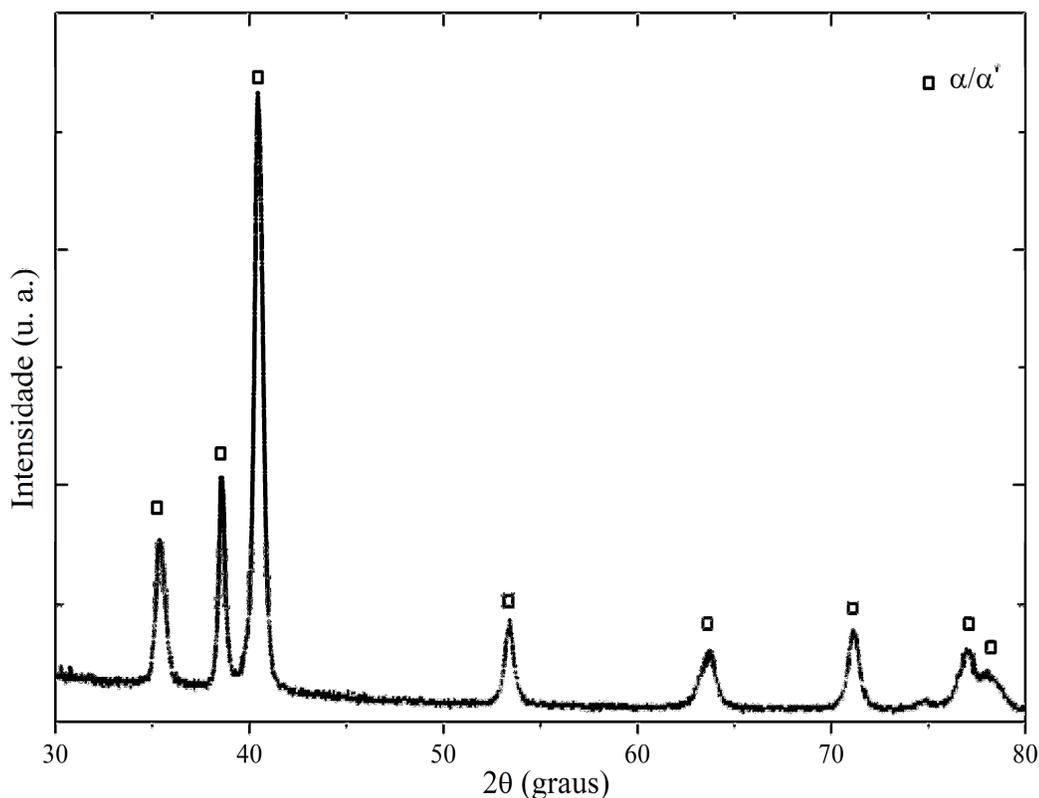


Figura 19 – Difratoograma de raios-X do pó de Ti-6Al-4V.

Tabela 8 – Parâmetros obtidos do ajuste dos picos do difratograma do pó de Ti-6Al-4V.

(hkil)	2 θ	β	d <sub>(hkil)</sub> (Å) medido	d <sub>(hkil)</sub> (Å) titânio puro [JCPDS 44-1294]
1010	35,389±0,005	0,49±0,02	2,534±0,002	2,5550
0002	38,558±0,003	0,309±0,008	2,333±0,002	2,3410
1011	40,445±0,002	0,438±0,006	2,228±0,002	2,2430
1012	53,356±0,003	0,481±0,009	1,716±0,001	1,7262
1120	63,595±0,007	0,81±0,02	1,462±0,001	1,4753
1013	71,093±0,004	0,54±0,01	1,3249±0,0005	1,3320
2020	75,04±0,06	2,2±0,4	1,265±0,001	1,2776
1122	76,9±0,2	1,2±0,1	1,237 ±0,003	1,2481
2021	77,9±0,2	1,8±0,1	1,224±0,003	1,2324

### 3.1.4 Tratamentos térmicos

As amostras com porosidade projetada de 69% foram tratadas termicamente. Tais tratamentos térmicos foram realizados visando a comparação com os resultados clássicos reportados por Leyens (2001). Por tal motivo, as amostras foram tratadas em um forno de aquecimento resistivo às temperaturas de 650, 800 e 1050 °C por uma hora, seguidos de resfriamento no forno (lento) ou em água (rápido).

A 1050 °C estamos acima da temperatura de transição  $\beta$ , que é de aproximadamente 1000 °C, portanto, nestas condições termodinâmicas a fase  $\beta$  é estável (Figura 20). A 800 °C estamos levemente acima da temperatura de início da formação da martensita, enquanto a 650 °C estamos abaixo dela (Figura 20).

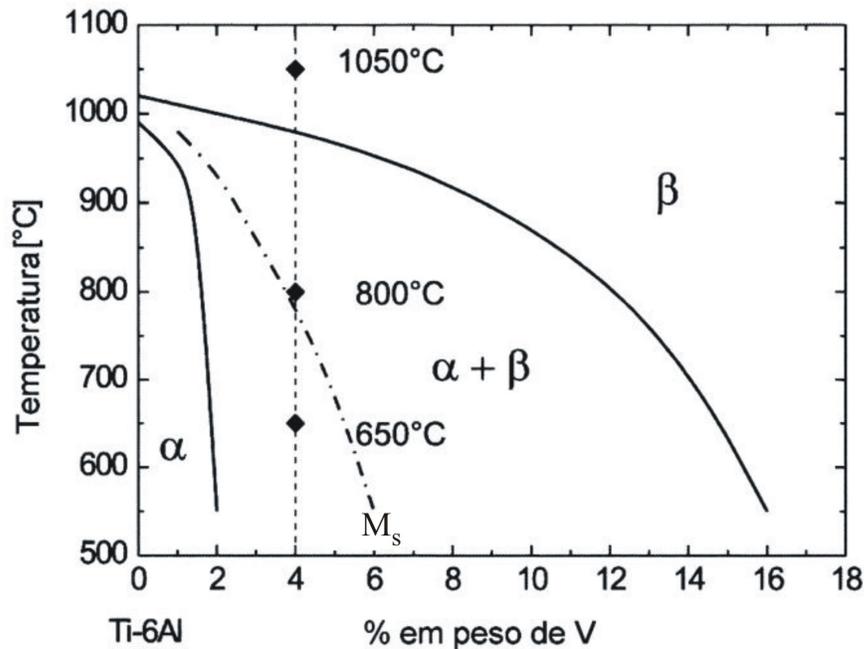


Figura 20 – Esquema do diagrama de fase pseudo-binário da liga Ti-6Al-4V [Leyens, 15p, 2003].

O forno que se empregou nos tratamentos térmicos com resfriamento lento é composto por um tubo de quartzo envolvido por uma resistência elétrica e isolado termicamente por manta cerâmica. O forno conta com sistema de vácuo e de injeção de gás inerte para controle da atmosfera. O controle de temperatura é feito eletronicamente por sistema realimentado com o

auxílio de um termopar tipo K. Este forno permite atingir temperatura de até 1100 °C. As amostras foram colocadas sobre uma baqueta de quartzo e introduzidas dentro do tubo de quartzo, o qual foi herméticamente fechado. Antes do aquecimento, foi feito vácuo com ajuda de uma bomba mecânica por 10 minutos; passado esse tempo foi injetado gás argônio de alta pureza até que o manômetro marcou 0. Este processo é repetido mais 2 vezes, mas na última injeção de gás argônio a pressão tem que ficar em -200 Kgf/cm<sup>2</sup>.

O forno que se empregou nos tratamentos térmicos com resfriamento rápido é do tipo mufla e funciona com aquecimento resistivo, sendo controlado eletronicamente através de um termopar tipo K. Os corpos-de-prova foram encapsulados em tubos de quartzo em atmosfera protetora de argônio para evitar a oxidação das mesmas.

Daqui para frente, os resfriamentos no forno e em água serão referidos como RF e RA, respectivamente.

## **3.2 Técnicas de caracterização**

### **3.2.1 Espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDX)**

A EDX é uma técnica muito utilizada para análise elementar com a qual pode-se quantificar as porcentagens dos constituintes presentes na amostra em estudo. Esta técnica é baseada na análise energética dos raios-X emitidos quando os elétrons decaem de um nível energético maior a um menor para preencher o vazio deixado por outro elétron que pulou para níveis mais energéticos por causa de uma excitação externa.

Na análise elementar do pó de Ti-6Al-4V utilizou-se um detector de raios-X de silício acoplado a um microscópio eletrônico de varredura TM-1000 Hitachi. Este detector de raios-X permite identificar e quantificar elementos com número atômico compreendido entre sódio e urânio.

### **3.2.2 Granulometria por laser**

Existem na atualidade diferentes técnicas para a determinação da distribuição granulométrica com base em diversos princípios físicos. Uma das mais utilizadas é a granulometria por laser, já que apresenta grande flexibilidade de uso (em ar, suspensões, emulsões e aerossóis), grande amplitude de análise (0,05 a 3500  $\mu\text{m}$ ), rapidez, reprodutibilidade (integração de várias médias individuais) e não tem necessidade de calibração (verificações são facilmente realizadas) [Florêncio, 2006].

A granulometria por laser é baseada no método de espalhamento de luz laser, também chamado de difração Fraunhofer, na qual um feixe de luz interage com partículas suspensas em um fluido. Quando um feixe de luz, monocromático e colimado, atinge uma quantidade de partículas, parte desta luz é submetida a um espalhamento, parte é absorvida e parte é transmitida. No espalhamento, a luz pode ser difratada, refratada e refletida. Neste método, um conjunto de lentes, detectores fotoelétricos e um microprocessador irão captar a intensidade da energia espalhada e transformá-la em distribuição volumétrica das partículas, assumindo-se que as partículas têm formato esférico.

Na análise do Pó de Ti-6Al-4V se empregou um analisador de tamanho de partícula por Difração a Laser Mastersizer, modelo S-MAM 5005 da marca Malvern.

### **3.2.3 Microscopia óptica (MO)**

A microscopia óptica baseada em reflexão de luz é muito utilizada na análise da microestrutura de um material, fases presentes e distribuição das mesmas. Isso é devido ao fato que as diferentes fases apresentam diferente refletividade e, portanto, apresentam contraste. Estas observações são de importância prática porque a microestrutura tem uma forte influência no comportamento mecânico do material. Antes de fazer os estudos por MO, a superfície do material tem que estar corretamente preparada, sendo examinada antes e depois de um ataque químico. O ataque químico permite revelar, no melhor dos casos, as fases presentes e os contornos de grão. O

sucesso na análise por esta técnica dependerá da preparação da superfície do material e do tipo de reagente utilizado.

### a) Microscópio óptico

Entre os componentes básicos de um microscópio óptico encontram-se o sistema de iluminação, sistema de lentes (lente objetivo, lente de campo e lente ocular) e o sistema mecânico que controla o enfoque e a movimentação no plano XY. Na análise dos corpos-de-prova foi utilizado um Microscópio óptico de luz refletida Olympus BX60M com a qual se consegue um aumento de até 2000 vezes (Figura 21).

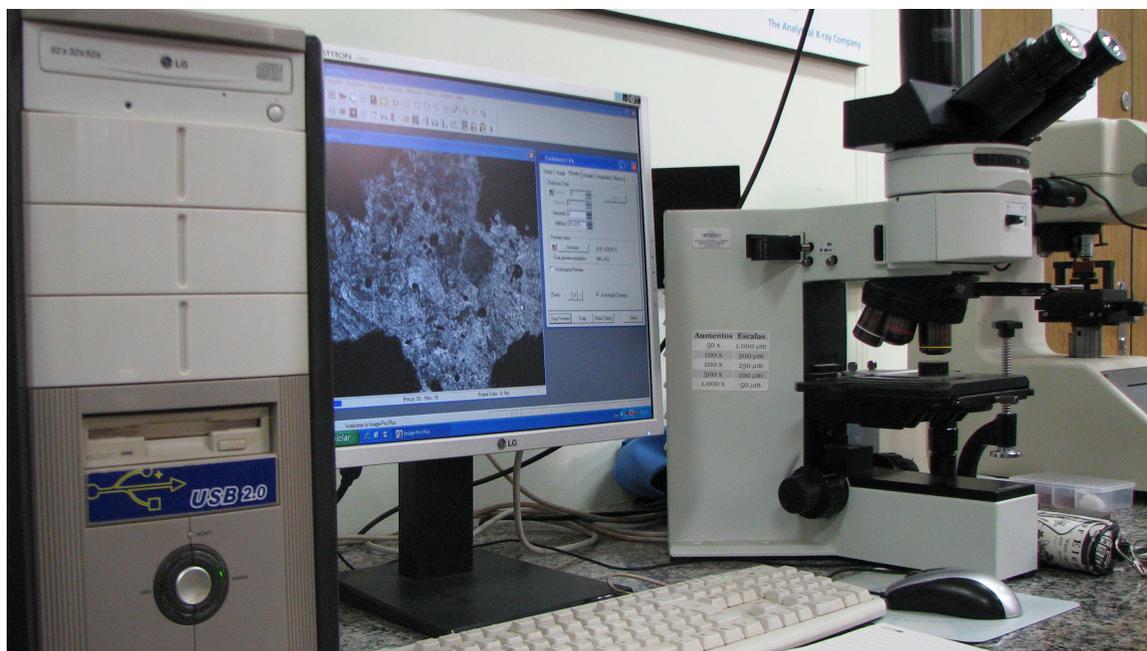


Figura 21 - Microscópio óptico Olympus BX60M.

A preparação das amostras para análise via microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura seguiu os padrões usuais de metalografia, ou seja, embutimento em resina de cura fria, seguido de lixamento manual com lixas à base de SiC, na seqüência de 100, 320, 400, 600, 800, 1000 e 1200. O polimento foi feito com pano de 6 µm, após isso se passou por pano de 3 µm e o acabamento final foi feito com pano de 1 µm. Para facilitar o processo de polimento foi utilizada

pasta de diamante apropriada para cada pano de polimento. Com o objetivo de revelar a microestrutura nas estruturas porosas utilizou-se uma solução de 2 mL HF, 5 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30% diluído em água) e 100 mL de H<sub>2</sub>O por 140 segundos.

### 3.2.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A MEV é uma técnica muito útil na observação e caracterização superficial dos materiais. Diferentemente da MO, a MEV utiliza um feixe de elétrons, os quais são focalizados mediante lentes eletromagnéticas sobre a região em estudo. As principais vantagens da MEV são a profundidade do foco, que dá a aparência tridimensional às imagens, e a alta resolução, muito maior do que a obtida por MO.

Na MEV, os elétrons gerados por termoemissão são acelerados por uma diferença de potencial e focalizados com ajuda de lentes eletromagnéticas, os quais incidem sobre a amostra. Entre os produtos gerados nesta interação encontram-se elétrons retroespalhados (*Back Scattered Electron* ou BSE), elétrons secundários e raios-X característicos (Figura 22). Os elétrons retroespalhados e secundários podem ser utilizados para análise morfológica, enquanto que os raios-X característicos podem ser empregados para identificação e quantificação dos elementos que compõem o material em estudo. A vantagem de usar elétrons retroespalhados é que a intensidade do sinal depende do número atômico do material. Este fato permite distinguir fases de um material com composição diferente. No entanto, as imagens obtidas com elétrons retroespalhados apresentam menor resolução do que as imagens obtidas com elétrons secundários.

Com o microscópio eletrônico de varredura pode-se estudar uma ampla variedade de materiais orgânicos e inorgânicos. No caso de amostras não condutoras é necessário recobrir a superfície do material com uma capa fina de material condutor, como por exemplo, ouro ou carbono.

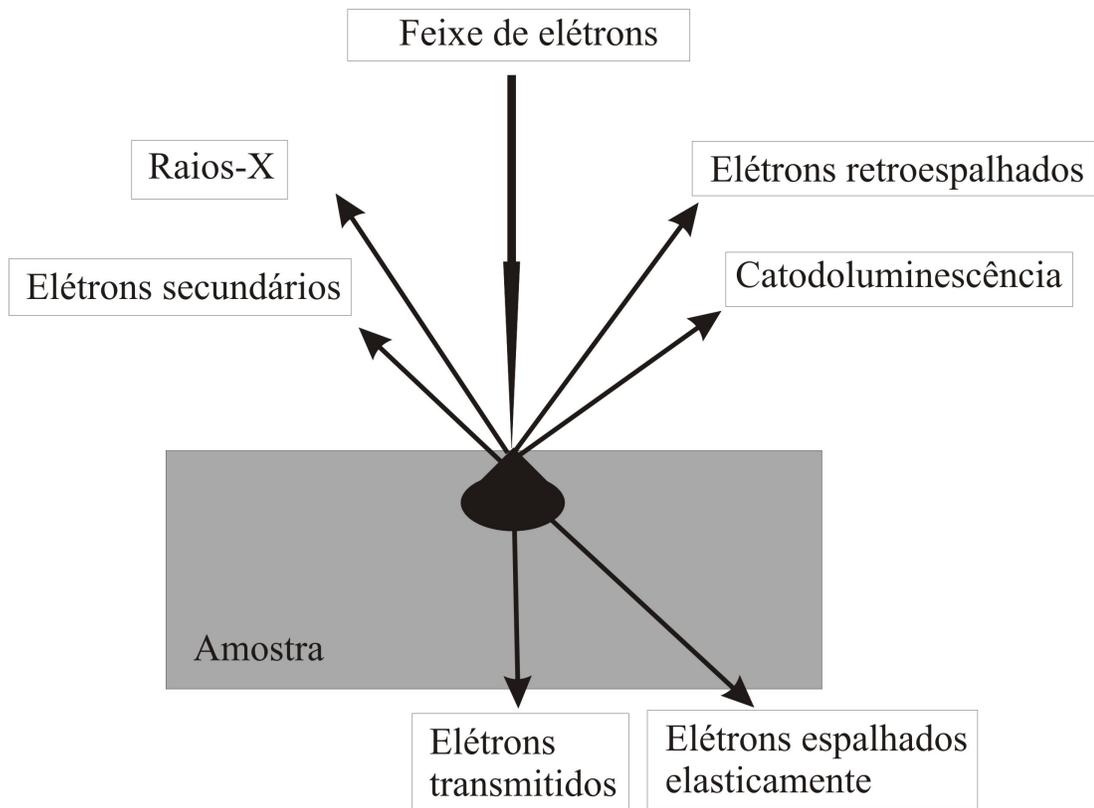


Figura 22 – Produtos gerados na interação feixe de elétrons - amostra.

### a) Microscópio eletrônico de varredura

Um microscópio eletrônico de varredura é composto de um gerador de elétrons (filamento de tungstênio), lentes eletromagnéticas, bobinas de varredura, sistema de detecção e sistema de vácuo ( Figura 23).

Na análise das peças de Ti-6Al-4V foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura TM-1000 Hitachi com filamento de tungstênio, detector de elétrons retroespalhados (semicondutor de grande sensibilidade) e detector de raios-X para análise elementar. Com este aparelho podem ser alcançados aumentos de 40 até 10000 vezes. Nas medidas utilizou-se uma voltagem de aceleração de 15kV. Em alguns casos utilizou-se um microscopio EVO10MA15 Zeiss com detector de elétrons retroespalhados e secundários; este equipamento pode alcançar aumentos de até 1000000 vezes, além de ter uma resolução de 3 nm/30kV e 4,5 nm/30kV no caso

de utilizar elétrons secundários e retroespalhados, respectivamente. Nas medidas utilizou-se uma voltagem de aceleração de 20kV.

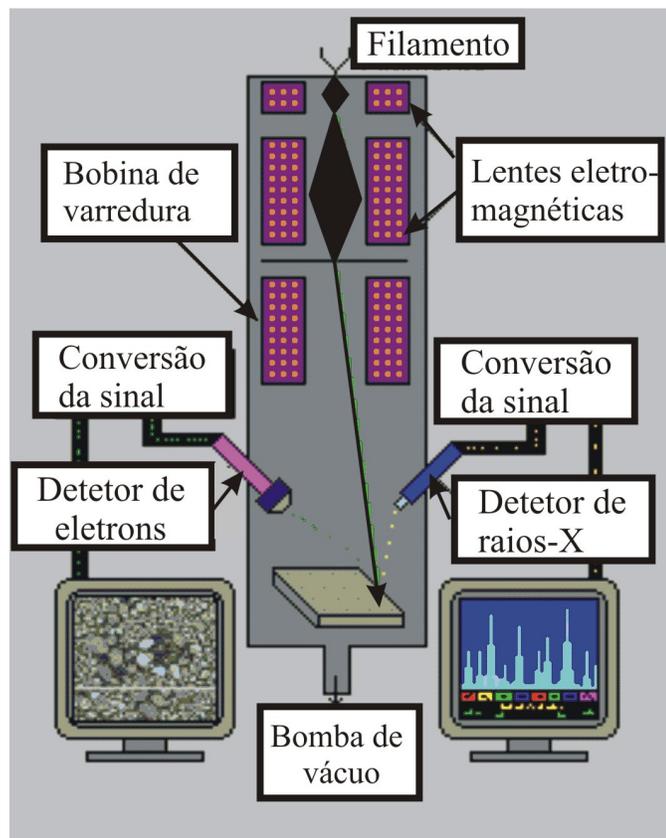


Figura 23 - Diagrama esquemático de um microscópio eletrônico de varredura mostrando seus principais componentes.

### 3.2.5 Difração de raios-X

Sabe-se que as propriedades macroscópicas dos materiais dependem em maior ou menor grau da sua estrutura (arranjo de átomos); por tal motivo é indispensável contar com técnicas capazes de fornecer este tipo de informação. Uma das técnicas mais utilizadas é a difração de raios-X, a qual é empregada em distintas áreas do conhecimento, tais como: física, química, mineralogia, metalurgia, entre outros, para a identificação das fases cristalinas, determinação estrutural das mesmas, orientação preferencial, macro e micro tensão, etc.

A difração de raios-X é uma técnica não destrutiva que consiste no seguinte: quando os raios-X incidem sobre os planos cristalinos da amostra ( $P_i$ ;  $i=1, 2, 3$ ), tal como é mostrado na Figura 24, estes são “refletidos” elasticamente. Os raios-X refletidos, cujos percursos ópticos diferem num múltiplo inteiro do comprimento de onda, interferem construtivamente; enquanto os raios desfasados 180 graus interferem destrutivamente. Este fenômeno está governado pela Lei de Bragg [Cullity, 1978]:

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin(\theta) \quad (3)$$

onde  $\lambda$  é o comprimento de onda da radiação incidente,  $\theta$  é o ângulo de incidência dos raios-X sobre os planos cristalinos e  $d_{hkl}$  é a distância interplanar.

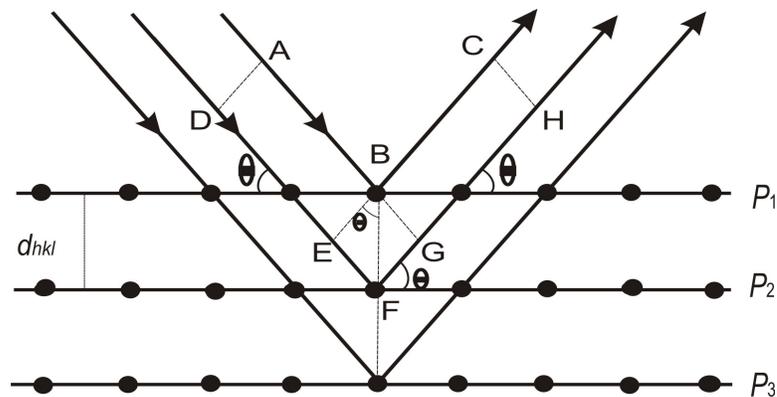


Figura 24– Reflexão dos raios-X nos planos cristalinos.

### a) Difratorômetro de raios-X

Na análise estrutural das peças porosas consolidadas por DMLS utilizou-se um difratômetro Panalytical X'pert PRO com ânodo de Cu e detector PIXcel ultra rápido, em geometria Bragg-Brentano. As medidas foram feitas utilizando um voltagem de 40 kV e uma corrente de 30 mA.

### 3.2.6 Microdureza

Na medida de dureza utilizou-se um indentador modelo 2100 da marca Buehler, que tem incorporado um penetrador e um microscópio. O penetrador é de diamante e tem geometria piramidal de base quadrada, com ângulo de 136° entre as faces opostas. As amostras foram polidas antes de fazer as indentações. Em cada uma delas se fizeram 15 indentações, feitas nas regiões de interseção das paredes, utilizando uma carga de 200 g e empregando 15 segundos por indentação. Os comprimentos das duas diagonais foram medidos para cada indentação e se fez a média aritmética, a qual foi utilizada para o cálculo da dureza utilizando a relação:

$$HV = 1,8544F / D^2 \quad (4)$$

onde F é a carga (em g) e D é o comprimento médio das diagonais (em  $\mu\text{m}$ ). Por último, se calculou a dureza média e o desvio padrão das 15 indentações.

### 3.2.7 Ensaio de compressão

Para avaliação do comportamento mecânico, os corpos-de-prova foram submetidos a ensaios de compressão. Com o objetivo de medir o módulo de elasticidade, os corpos porosos foram submetidos a ensaios de compressão em uma máquina de ensaio universal EMIC DL-2000 (carga max. 30 kN) que tem incorporado um deflectômetro, com taxa de deformação de 2 mm/min. A tensão foi aplicada perpendicular a uma das faces da peça cúbica (Figura 25). As cargas máximas utilizadas nos cubos com diferentes porcentagens de porosidade foram escolhidas tal que os corpos-de-prova não sofressem deformação permanente.

Para obter o limite de escoamento e resistência à compressão, os mesmos corpos-de-prova utilizados na medida do módulo de elasticidade foram submetidos a ensaios de compressão num equipamento servo-hidráulico para ensaios mecânicos modelo 810-Flextest 40 (carga Max. 100 kN). Os ensaios foram parados quando houve colapso de um dos andares da estrutura.

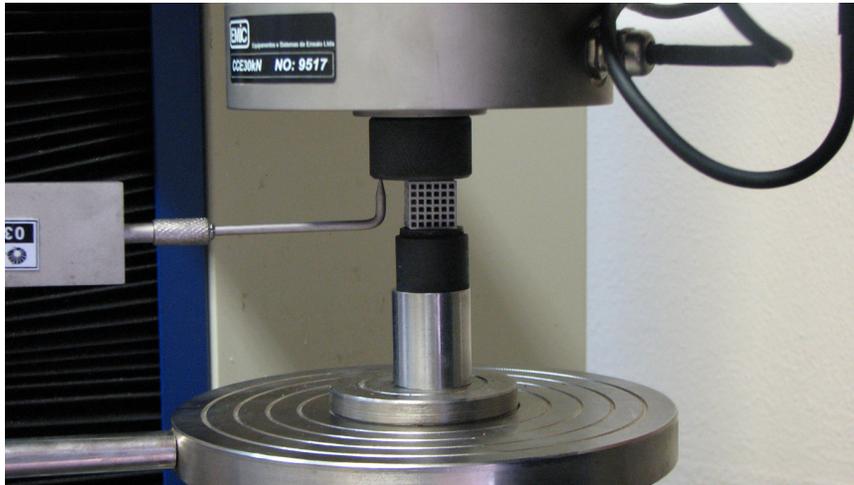


Figura 25 – Disposição do deflectômetro e corpo-de-prova no ensaio de compressão.

O limite de escoamento, a resistência à compressão, o alongamento e o módulo de elasticidade foram determinados conforme orienta a norma ASTM E8M (2004). Para cada porcentagem de porosidade foram ensaiados três corpos-de-prova. As peças foram cuidadosamente colocadas para garantir boa centralização com as placas da máquina e, de fato, para evitar danificar as placas, induziram-se cilindros de aço entre as placas e os corpos-de-prova. No ensaio de compressão, podem-se experimentar significativas forças de atrito entre a amostra e as placas de compressão; por tal motivo, para diminuir o atrito, utilizou-se teflon como lubrificante.

## **Capítulo 4**

### **Resultados e discussões**

Este capítulo está dividido em duas partes. Na primeira parte, mostram-se as análises de superfície, dimensões, microestrutura e propriedades mecânicas das estruturas porosas de Ti-6Al-4V como sinterizadas. Enquanto que na segunda parte mostram-se as análises da estrutura, microestrutura e propriedades mecânicas das estruturas porosas de Ti-6Al-4V tratadas termicamente.

#### **4.1 Análise das estruturas porosas de Ti-6Al-4V**

Na Figura 26 se mostram os cubos com 69% de porosidade projetada como foram sinterizados antes de serem retirados da plataforma de construção. Observa-se a orientação de construção das peças: 45 graus com relação à plataforma. Além disso, pode-se visualizar a presença de suportes em forma de coluna, que facilitam a dissipação de calor no processo de sinterização. Este modelo de suporte permitiu a fácil remoção das peças da plataforma de aço e também sua fácil remoção das peças porosas. Tais suportes foram retirados dos cubos mediante processo de remoção mecânica (corte e lixamento).

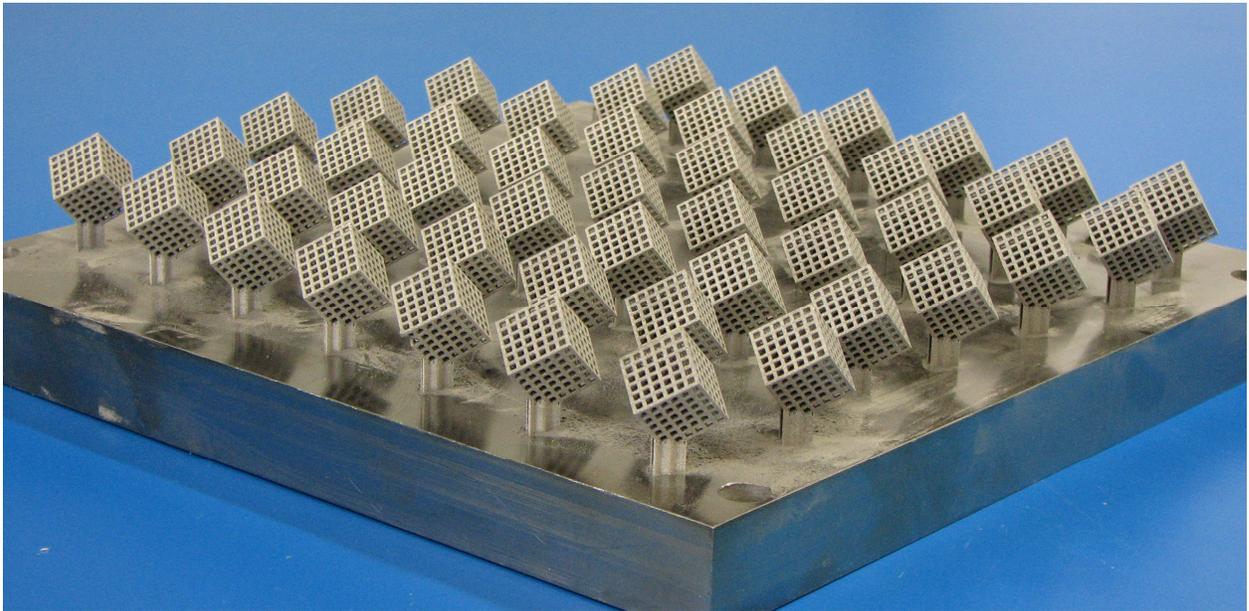
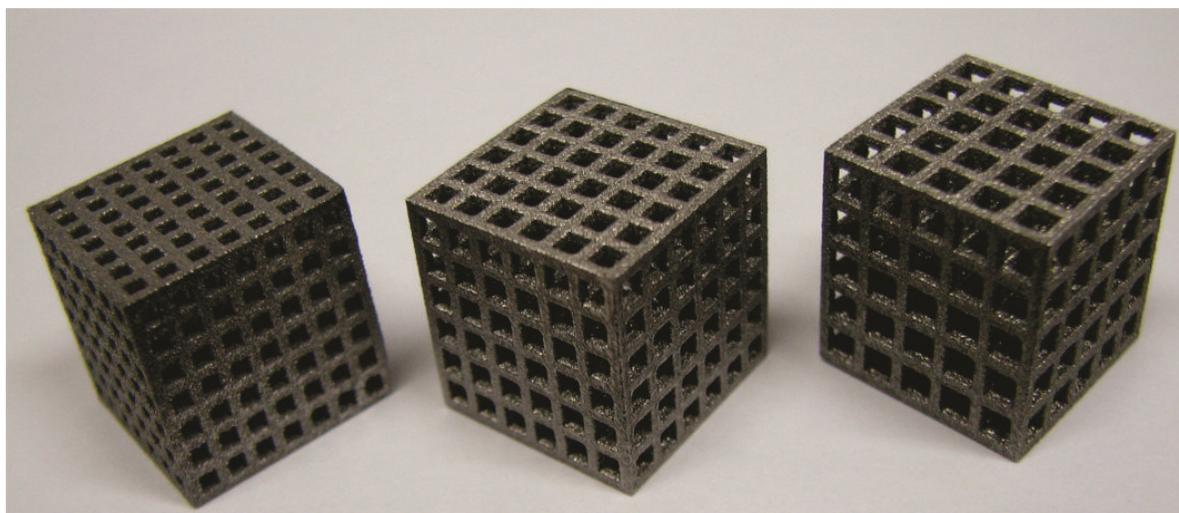


Figura 26 – Estruturas porosas com 69% de porosidade projetada antes de serem retiradas da plataforma de construção.

As estruturas porosas fabricadas por DMLS, com energia fornecida alta e baixa, são mostradas na Figura 27. As estruturas porosas com 74 e 76% de porosidade projetada apresentaram problemas nas duas condições de energia fornecida (alta e baixa). Em alguns casos não foi possível obter peças inteiras com sucesso; uma possível explicação deste fato será dada mais adiante. Uma primeira análise visual dos corpos-de-prova mostra que foi possível a obtenção da porosidade aberta e interconectada (Figura 27 e 28), tal como estava previsto no modelo CAD.

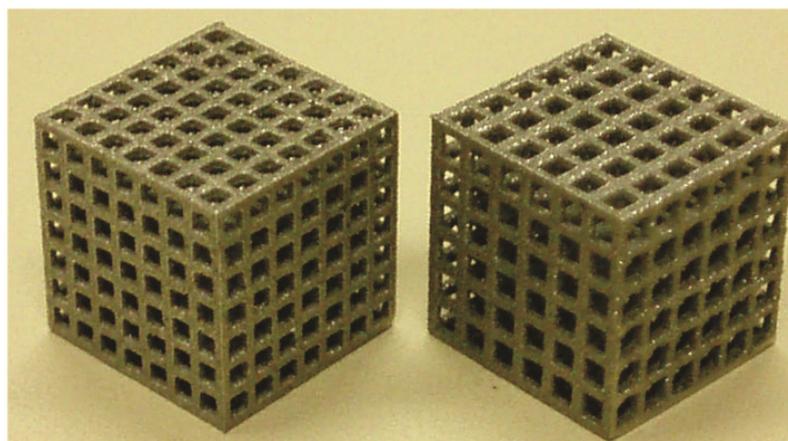


61

69

76

Porosidade projetada (%)



61

69

Porosidade projetada (%)

Figura 27 - Estruturas porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa (acima) e alta (abaixo).

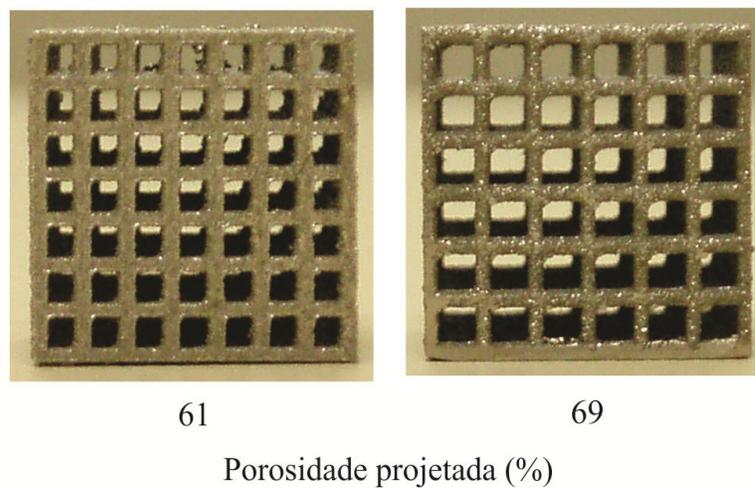
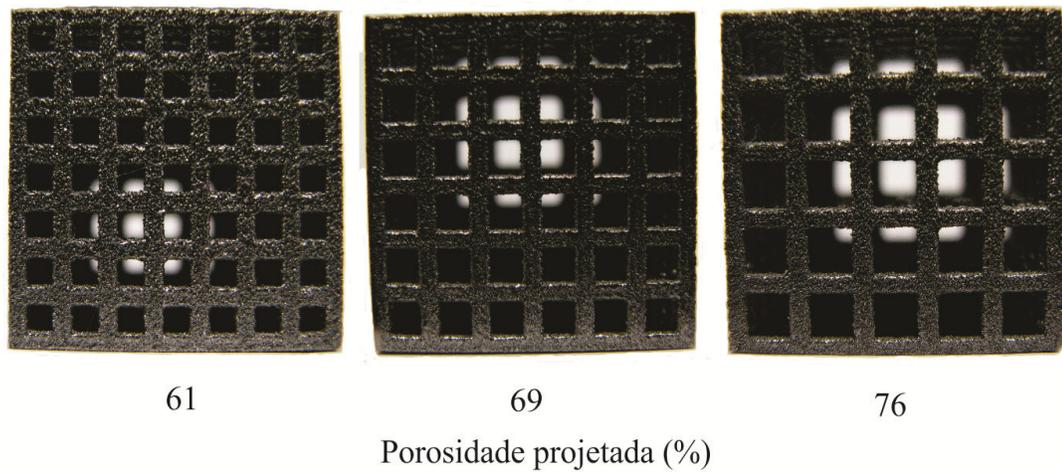
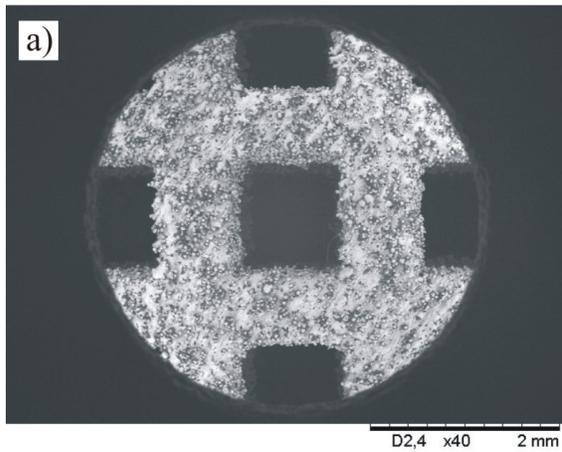


Figura 28 - Vista frontal das peças porosas fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa (acima) e alta (abaixo).

Na Figura 29 mostra-se a morfologia superficial das peças porosas com 61% de porosidade projetada, tais como foram sinterizadas, observadas por MEV. Observa-se que o tamanho das paredes nas peças sinterizadas com energia baixa são levemente maiores do que as das peças sinterizadas com energia alta. Além disso, observa-se a presença de partículas de pó de Ti-6Al-4V aderidas à superfície das peças porosas. Também, observa-se que a superfície é rugosa e isso facilitaria a adesão de células na superfície da estrutura. O aspecto da superfície indica que o pó de Ti-6Al-4V é fundido no processo de DMLS em ambas condições de energia fornecida (alta e baixa).

Energia fornecida baixa



Energia fornecida alta

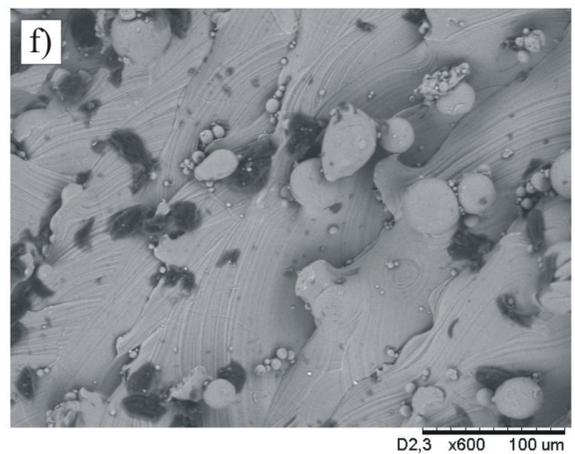
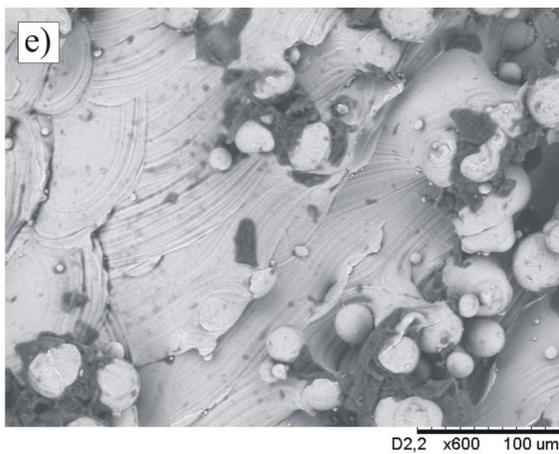
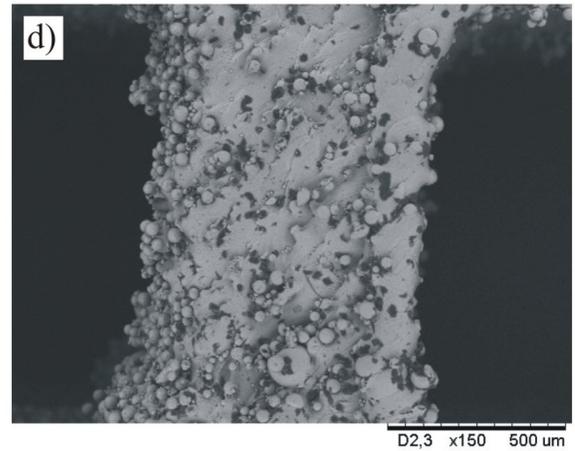
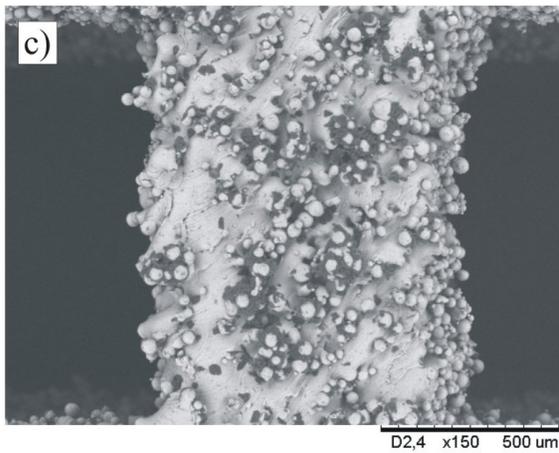
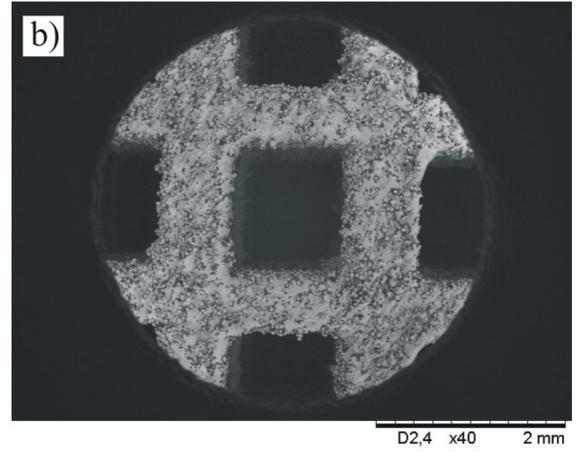
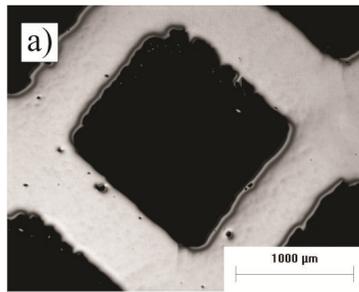


Figura 29 - Morfologia superficial da parede na peça com 61% de porosidade projetada para as duas condições de processo (energia fornecida alta e baixa).

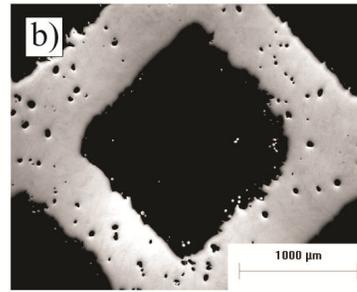
A Figura 30 mostra imagens obtidas por MO das peças porosas fabricadas com energia fornecida alta e baixa. As peças fabricadas com energia alta apresentam uma quantidade considerável de porosidade nas paredes, a qual é quase nula no grupo de peças fabricadas com energia baixa; tais poros têm seção transversal circular e estão distribuídos aleatoriamente. Esta porosidade será denominada porosidade não controlada. Por um lado, a porosidade não controlada influi no processo de fabricação, gerando falhas no processo de construção, o que provavelmente impediu a obtenção de corpos porosos com paredes muito finas, como o cubo com 74 % de porosidade projetada. Por outro lado, estes poros podem influir de maneira significativa no comportamento mecânico das peças metálicas, diminuindo o módulo de elasticidade e resistência mecânica, sendo preciso quantificar seu efeito mediante ensaios de compressão. A porcentagem de porosidade não controlada nas peças fabricadas por DMLS com energia alta foi estimada pelas imagens obtidas por MO com aumento de 50 vezes, empregou-se 12 delas para cada respectivo modelo, obtiveram-se os valores de  $4,1\pm 0,8$ ,  $5\pm 1$ ,  $1,5\pm 0,5$  e  $0,9\pm 0,3$  % para os modelos com 61, 69, 76 e 74% de porosidade projetada, respectivamente. A presença desta porosidade não controlada pode ser devido à absorção de gás hidrogênio pela poça de fusão, já que o pó esteve exposto a umidade atmosférica. No entanto, na construção de ambos grupos de peças, sinterizadas com energia fornecida baixa e alta, utilizou-se o mesmo pó, mas só as segundas (energia alta) apresentam uma quantidade significativa de porosidade não desejada. Isso pode ser devido ao fato que as temperaturas alcançadas no processo de sinterização com energia fornecida alta foram maiores do que as temperaturas atingidas na sinterização com energia fornecida baixa, favorecendo, desta forma, uma maior diluição do gás hidrogênio na poça de fusão. No entanto, para valores excessivos de energia fornecida pode-se promover a volatilização do material [Ho, 1999].

Com o objetivo de fazer uma comparação dimensional entre os modelos computacionais e as estruturas porosas sinterizadas por laser, com energia fornecida alta e baixa, embutiram-se em resina de cura fria peças de todos os modelos e condições de fabricação; logo estas foram submetidas a lixamento e polimento, até obter uma superfície com rugosidade de um micrômetro. Por último, foram tiradas fotos da superfície das peças com um microscópio óptico e se fez uma análise das imagens. Das imagens adquiridas com uma magnificação de 50 vezes, 10 poros e 30 paredes foram selecionados aleatoriamente e os valores médios foram calculados.

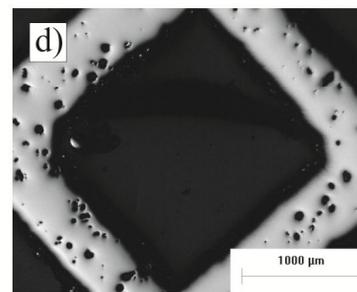
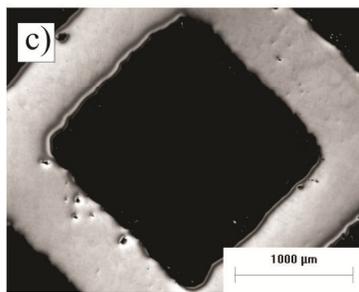
Energia fornecida baixa



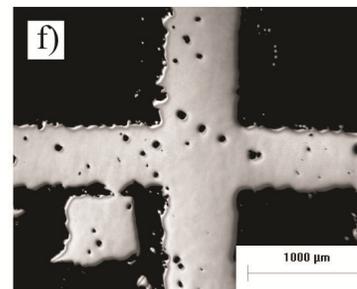
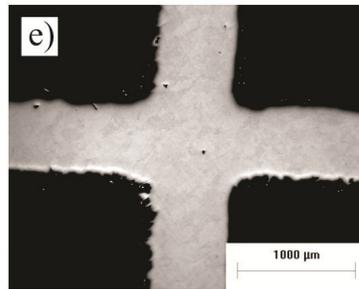
Energia fornecida alta



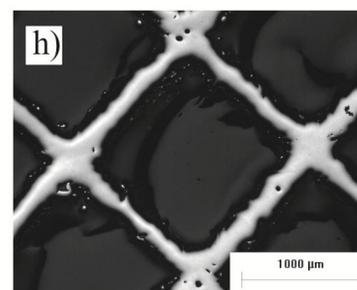
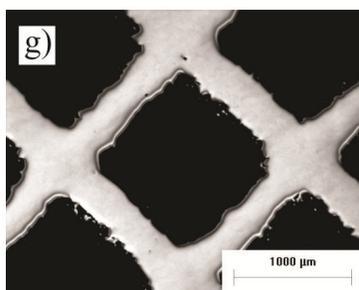
61 % de porosidade projetada



69 % de porosidade projetada



76 % de porosidade projetada



74 % de porosidade projetada

Figura 30 - Superfície polida das peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa.

Os valores médios dos tamanhos das paredes e dos poros são mostrados nas Figuras 31 e 32, respectivamente. A Figura 31 mostra que as paredes das peças construídas por DMLS são significativamente menores do que as dos modelos computacionais. Há uma diferença média de aproximadamente 190  $\mu\text{m}$  entre as peças porosas, com 61, 69 e 76% de porosidade projetada, sinterizadas com energia baixa e os respectivos modelos; esta diferença diminui para aproximadamente 130  $\mu\text{m}$  na peça com 74% de porosidade projetada. As paredes das peças porosas, com 61, 69 e 76% de porosidade projetada, que foram construídas com energia alta são levemente menores do que as construídas com energia fornecida baixa e, portanto, menores do que as dos modelos. Esta diferença é mais significativa na peça com 74 % de porosidade, alcançando um valor de aproximadamente 180  $\mu\text{m}$ .

Os resultados da análise do tamanho médio das paredes estão em concordância com a análise do tamanho médio dos poros, já que os poros são significativamente maiores do que os dos modelos (Figura 32) e, além disso, os poros das peças fabricadas com energia alta são levemente maiores do que os das peças fabricadas com energia baixa; esta diferença dimensional é mais visível na peça com 74 % de porosidade, apresentando um valor de aproximadamente 170  $\mu\text{m}$ .

Por um lado, as medidas de picnometria (Tabela 9) mostram que as peças porosas fabricadas com energia baixa apresentam valores de porosidade que estão em concordância com as dos modelos computacionais. Por outro lado, a estrutura porosa com 61% de porosidade projetada, fabricada com energia alta, apresenta uma porosidade maior do que a do respectivo modelo em aproximadamente 22%, o que está de acordo com as imagens de MO.

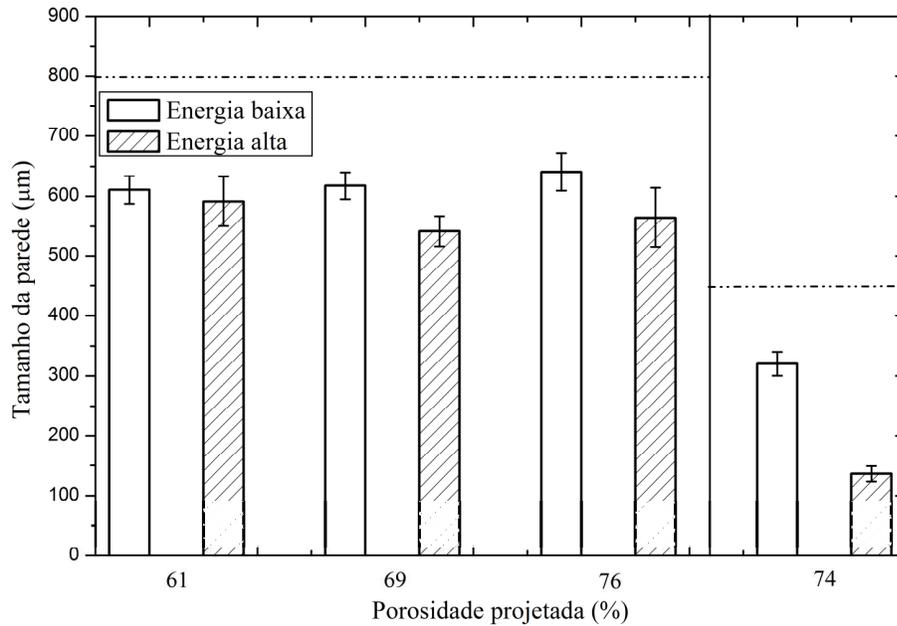


Figura 31 - Tamanho de parede nas peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa. As linhas horizontais com traços e pontos indicam o tamanho de parede dos modelos computacionais.

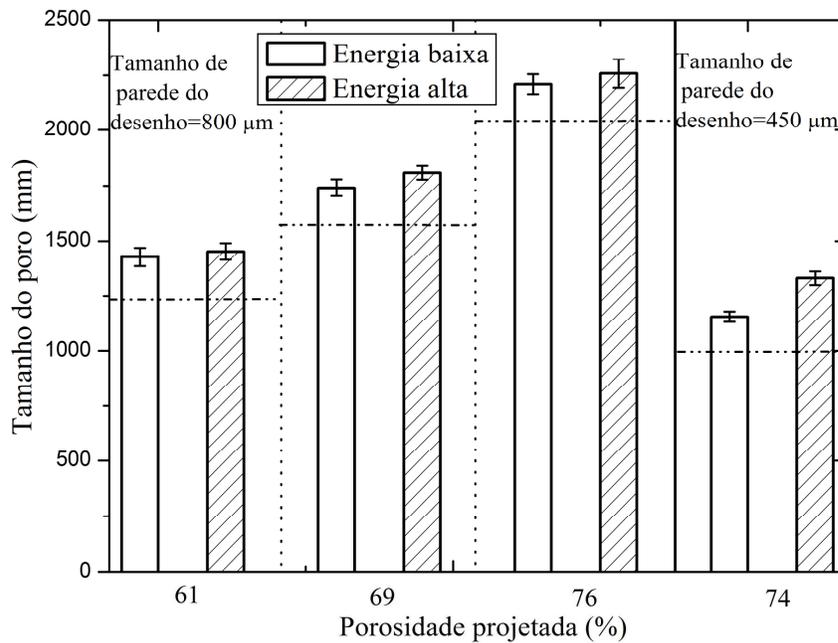


Figura 32 - Tamanho do poro nas peças de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa. As linhas horizontais com traços e pontos indicam o tamanho do poro dos modelos computacionais e a linha vertical sólida separa os modelos com diferentes tamanhos de parede.

Tabela 9– Medida experimental da porcentagem de porosidade das peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS.

Condição de fabricação	Porosidade nominal (%)	Porosidade experimental (%)
Energia baixa	61	63,8
Energia alta	61	74,4
Energia baixa	69	70,7
Energia baixa	76	76,6

A diferença dimensional entre as peças porosas de Ti-6Al-4V e os modelos computacionais pode ser devido a varios fatores, entre os quais temos a contração do material, *off-set* do laser e á ondulação da superfície do sólido. A contração do material depende dos parâmetros de processo e da geometria da peça, causando diferentes erros de precisão em todas as peças e que não seria compensado adequadamente pelo redimensionamento das peças no plano de sinterização. A ondulação da superfície está correlacionada com o fenômeno de contração do material e pode gerar um erro considerável no processo de medição. A diferença dimensional entre peças fabricadas com energia fornecida alta e baixa pode ser devida principalmente à contração, já que no caso de energia alta o aporte termico é maior do que com energia baixa; isso traz como consequência uma absorção de energia maior por parte do material e, portanto, uma maior contração [Yu, 2005].

A análise metalográfica das peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS, com energia fornecida alta e baixa, revelou uma microestrutura tipo martensita (Figura 33). Isso é devido às altas taxas de resfriamento alcançadas no processo de sinterização a laser. Na literatura referente ao Ti-6Al-4V reporta-se que a microestrutura martensítica é obtida quando a taxa de resfriamento é maior do que 410 K/S [Crespo, 2008]. Então, nos casos de energia fornecida alta e baixa, o processo de sinterização a laser envolve taxas de resfriamento maiores do que 410 °C/Seg. Murr e co-autores (2009) observaram microestrutura martensítica em peças de Ti-6Al-4V consolidadas por DMLS e microestrutura  $\alpha+\beta$  em peças do mesmo material e geometria, mas obtidas por EBM.

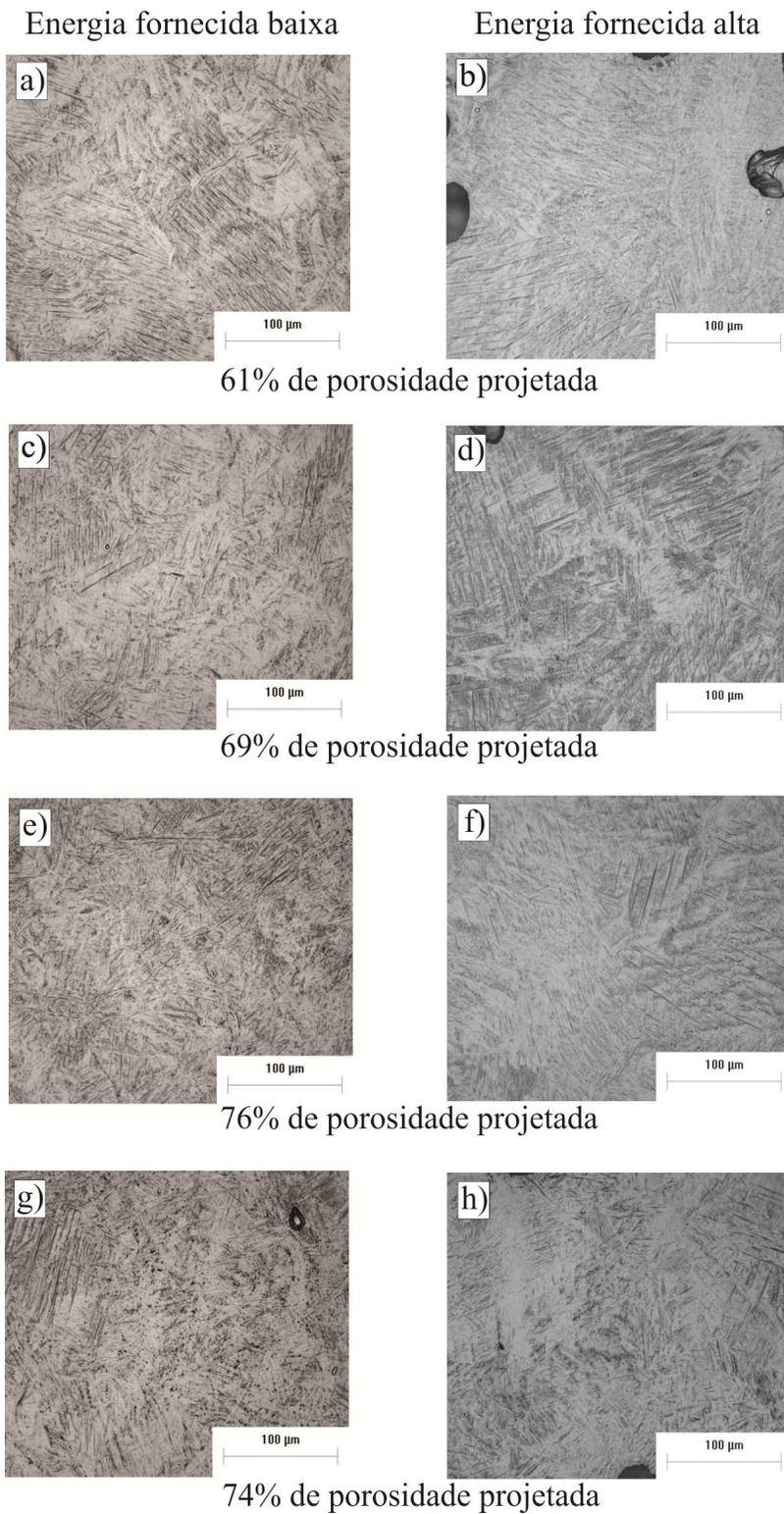


Figura 33 - Microestrutura apresentada pelas amostras porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa.

As medidas de dureza das peças porosas fabricadas por DMLS, com energia fornecida alta e baixa, são apresentadas na Figura 34. Como era de se esperar, todas as amostras apresentaram praticamente a mesma dureza. Isso é devido ao fato que a microestrutura é similar em todos os casos (Figura 33).

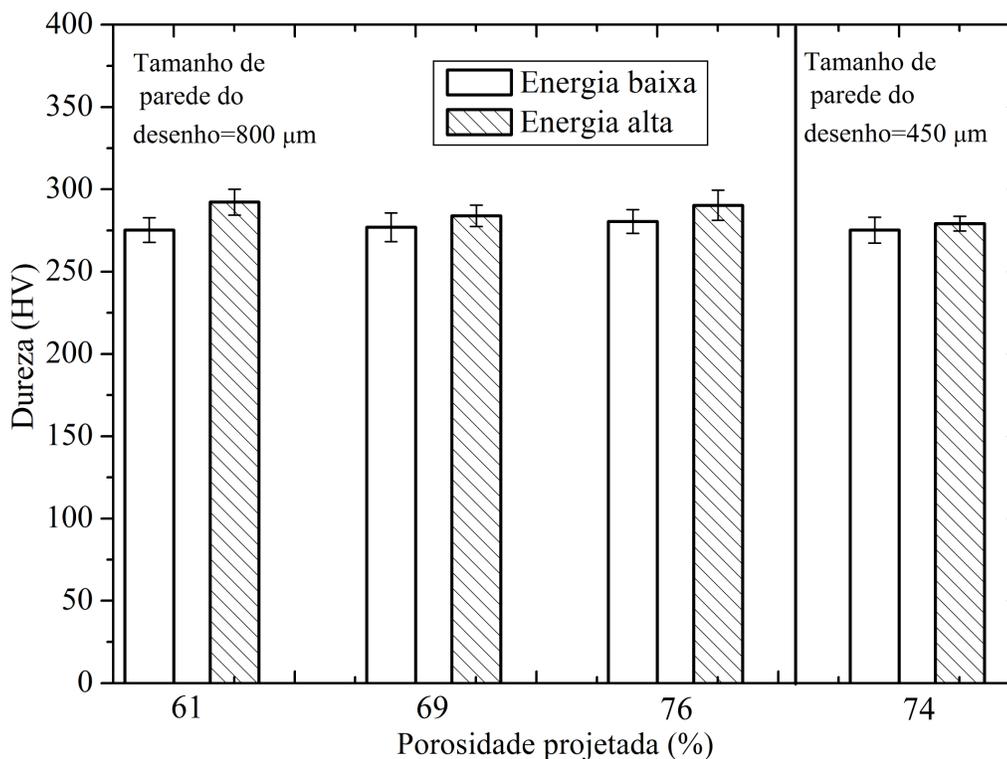


Figura 34 – Dureza Vickers das peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa. A linha vertical sólida separa os modelos com diferente tamanho de parede.

As análises feitas por ensaios de compressão mostram que as peças porosas com 61, 69 e 76 % de porosidade projetada, fabricadas com energia fornecida baixa, apresentam um módulo de Young de  $8,73 \pm 0,07$ ,  $7,72 \pm 0,04$  e  $5,5 \pm 0,3$  GPa, respectivamente (Figura 35). Como era de esperar-se, o módulo de Young das peças porosas diminui com o aumento da porcentagem de porosidade. O mesmo comportamento é observado nas peças fabricadas com energia alta, só que neste caso o módulo de Young é menor do que nas peças fabricadas com energia baixa, com um módulo de  $7,3 \pm 0,3$  e  $5,36 \pm 0,01$  GPa para as peças com 61 e 69% de porosidade projetada, respectivamente. Esta diminuição no módulo é devido à presença da porosidade não controlada e ao menor comprimento das paredes nas peças fabricadas com energia alta. É importante salientar

que os valores de módulo de Young obtidos neste trabalho são compatíveis com as características mecânicas do osso humano (20 GPa para o osso cortical, 0,56 GPa para o osso trabecular mandibular). Parthasarathy e co-autores (2010) reportaram valores significativamente menores do módulo de elasticidade para o mesmo material e mesmas geometrias, conforme se observa na Figura 35. Embora os autores não mostrem nesse trabalho a microestrutura obtida, como Murr e co-autores (2009) reportam a microestrutura  $\alpha+\beta$  em peças de Ti-6Al-4V obtidas pelo processo de EBM, presume-se aqui que diferenças na microestrutura podem resultar na diferença dos valores de módulo de Young obtidos.

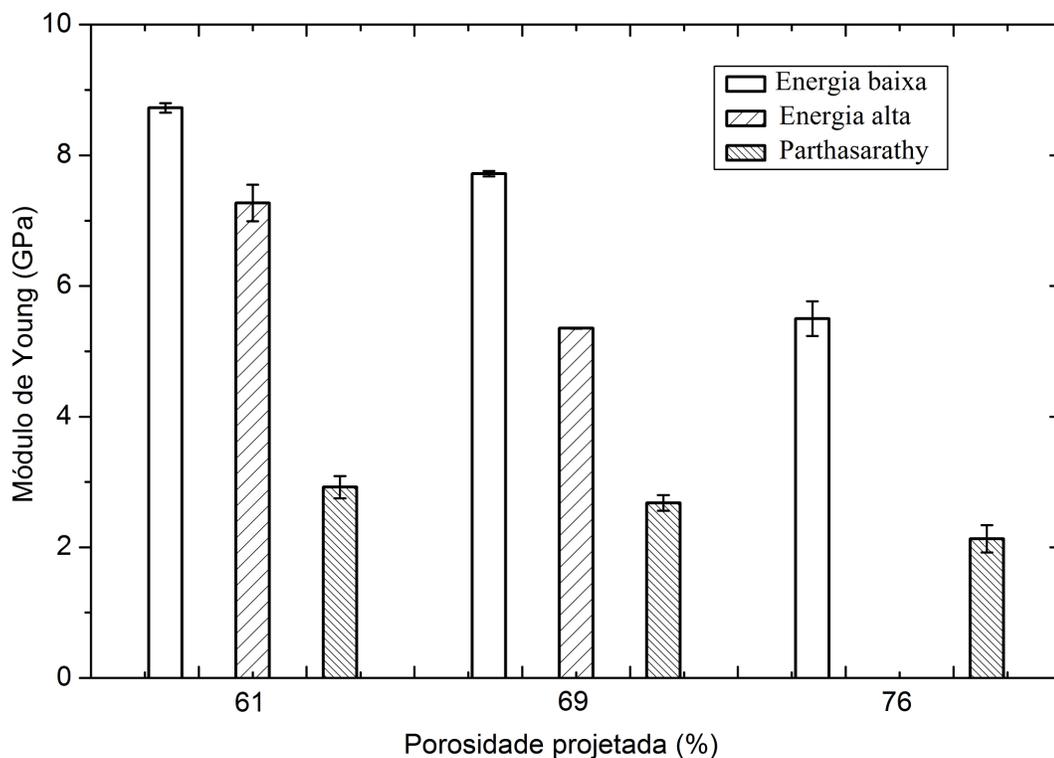


Figura 35 - Módulo de Young das peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS, com energia fornecida alta e baixa, e os dados obtidos por Parthasarathy e co-autores (2010).

As peças porosas fabricadas com energia fornecida baixa, com 61, 69 e 76 % de porosidade projetada, apresentam um limite de escoamento (LE) de  $170\pm 5$ ,  $129\pm 4$  e  $93\pm 3$  MPa, respectivamente (Figura 36). Como era de esperar-se, o LE das peças porosas diminui com o aumento da porcentagem de porosidade. O mesmo comportamento é observado nas peças fabricadas com energia alta, só que neste caso o LE é menor do que as fabricadas com energia

baixa, com  $136,5 \pm 0,7$  e  $91,5 \pm 0,7$  MPa para as peças com 61 e 69% de porosidade projetada, respectivamente. Esta diminuição no LE é devido à presença da porosidade não controlada e ao menor comprimento das paredes nas peças fabricadas com energia alta.

O limite de resistência à compressão (LRC) apresenta o mesmo comportamento do que o limite de escoamento; este também diminui com o aumento da porcentagem de porosidade. As peças porosas fabricadas com energia fornecida baixa, com 61, 69 e 76 % de porosidade projetada, apresentam um LRC de  $219 \pm 5$ ,  $163 \pm 2$  e  $108 \pm 3$  MPa, respectivamente (Figura 37). As peças fabricadas com energia alta apresentam um LRC menor do que as fabricadas com energia baixa, com  $155 \pm 3$  e  $106 \pm 1$  MPa para as peças com 61 e 69% de porosidade projetada, respectivamente. Esta diminuição no LRC é devido à presença da porosidade não controlada e ao menor comprimento das paredes nas peças fabricadas com energia alta.

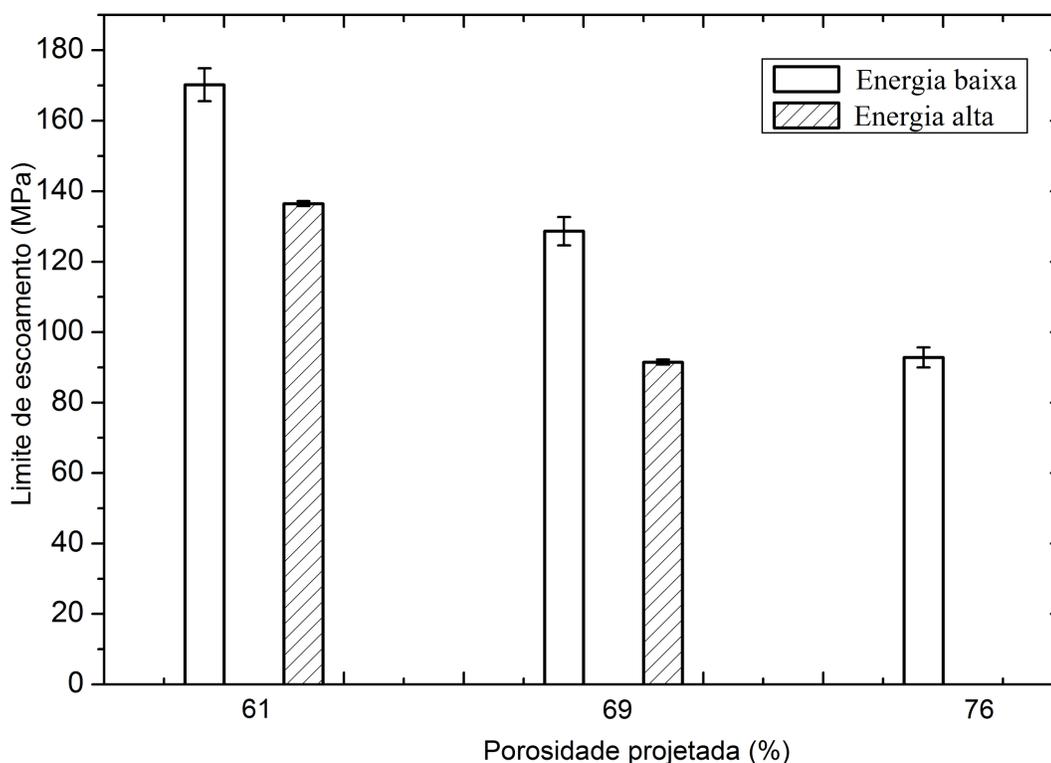


Figura 36 - Limite de escoamento das peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa.

Parthasarathy e co-autores (2010) reportam valores de LRC ( $163,0 \pm 0,1$ ,  $117,05 \pm 0,06$  e  $83,1 \pm 0,1$  MPa para as peças com 61, 69 e 76% de porosidade projetada, respectivamente) em peças porosas semelhantes as apresentadas neste trabalho, mas fabricadas mediante a técnica de fusão por feixe de elétrons. Por um lado, os valores de LRC reportados por Parthasarathy são menores do que os obtidos nas peças fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa, apresentadas neste trabalho. Isso pode ser atribuído à diferença microestrutural nas amostras, já que em geral as peças fabricadas por feixe de elétrons apresentam uma microestrutura tipo  $\alpha+\beta$  [Murr, 2009], enquanto as apresentadas neste trabalho apresentam microestrutura martensítica, a qual é mais dura. Por outro lado, os valores de LRC reportados por Parthasarathy são maiores do que as obtidos nas peças fabricadas com energia fornecida alta apresentadas neste trabalho. Neste caso, além da diferença microestrutural, há uma influência importante da porosidade não controlada e do comprimento da parede, que é menor do que o reportado por Parthasarathy, as quais produzem uma diminuição na resistência mecânica das peças porosas.

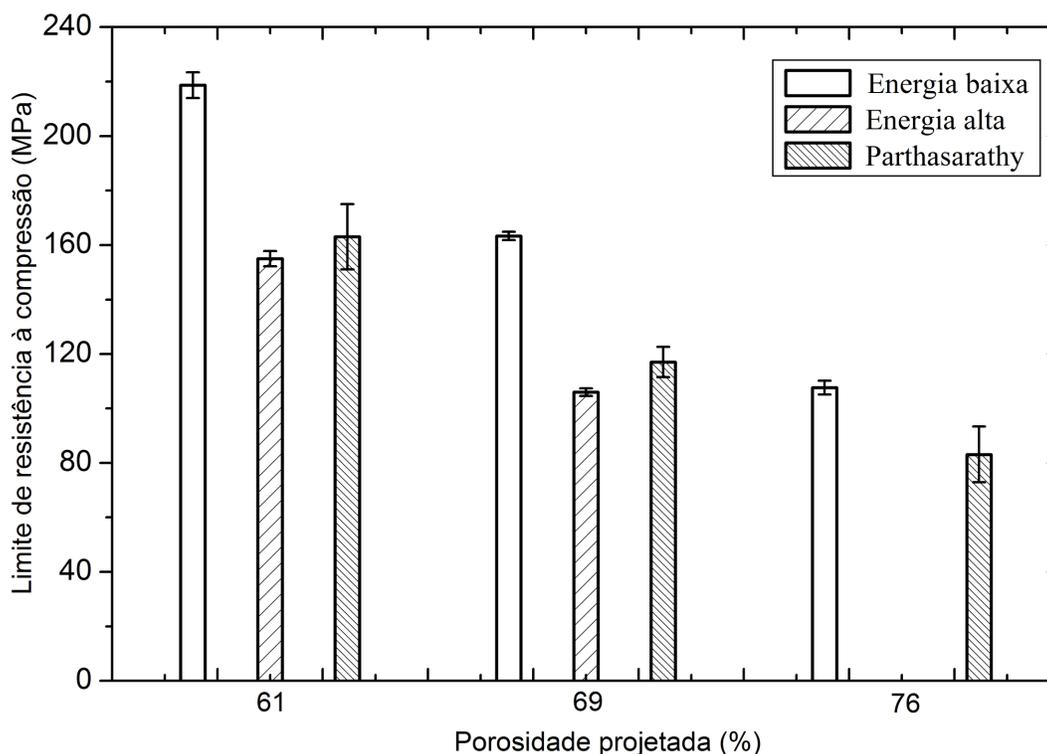


Figura 37 - Limite de resistência mecânica à compressão das peças porosas de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS, com energia fornecida alta e baixa, e os dados obtidos por Parthasarathy e co-autores (2010).

As observações feitas por MEV mostram que as fraturas sobre compressão acontecem por cisalhamento (Figura 38). As superfícies de fratura nas amostras apresentam um ângulo médio de fratura de  $54\pm 5$  graus com o eixo da tensão, o qual é maior que 45 graus. Este fato indica que a fratura por compressão não acontece ao longo do plano de tensão máxima de cisalhamento. No entanto, o dobramento das colunas antes da fratura dificulta a medida do ângulo de fratura. A deformação das colunas observada após do ensaio de compressão é indicativo do comportamento dúctil do material. Outro fator que dificulta ainda mais a análise das superfícies de fratura é que o colapso das colunas não acontece de maneira simultânea, possivelmente devido a uma variação dimensional das colunas ou à falta de paralelismo entre as faces da amostra e as placas da máquina de ensaios, que não garante uma distribuição uniforme da tensão em todas as colunas.

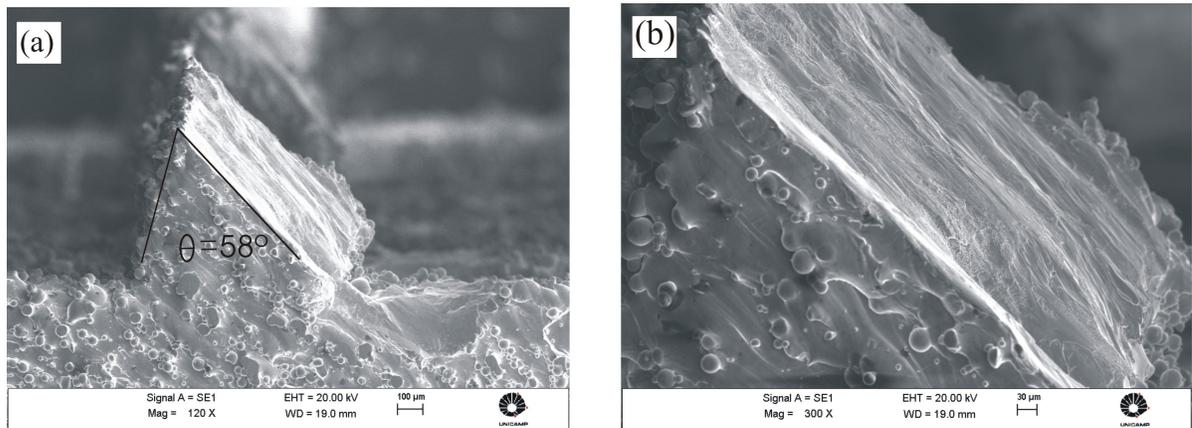
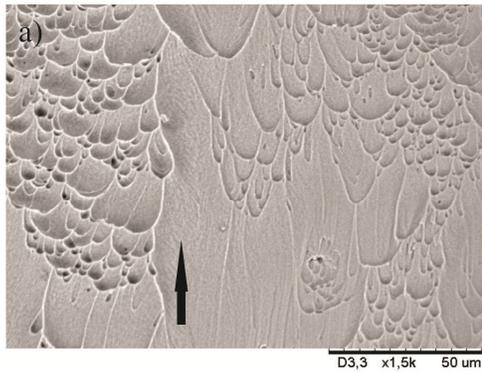


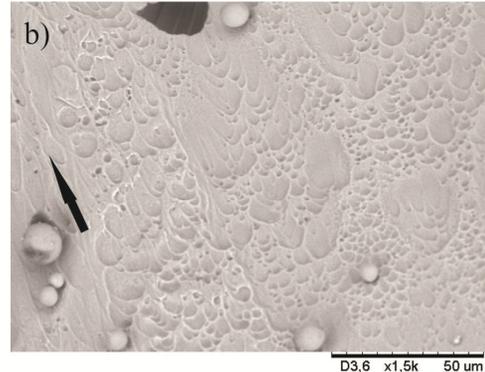
Figura 38 – (a) Aspecto da coluna após fratura, observada lateralmente, com medida do ângulo de fratura. (b) Imagem da superfície de fratura com aumento maior.

As superfícies de fratura das amostras sinterizadas a laser, com energia fornecida alta e baixa, apresentam características similares, todas elas exibem regiões com um típico padrão tipo veia dispersas na superfície de fratura e, além disso, regiões de fratura relativamente planas (Figura 39). As veias frequentemente estão orientadas ao longo da direção de propagação da banda de cisalhamento, tais orientações são sinalizadas com uma seta nas respectivas figuras. Estas veias em frutografia demonstram claramente o processo de fratura por cisalhamento puro [Zhang, 2003].

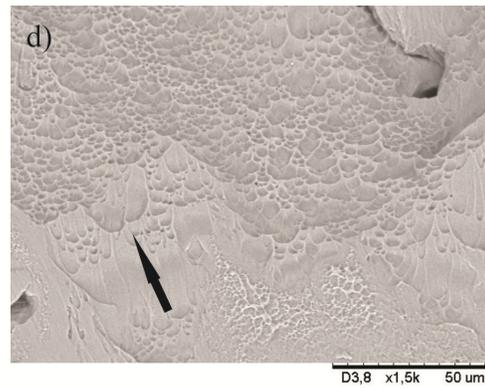
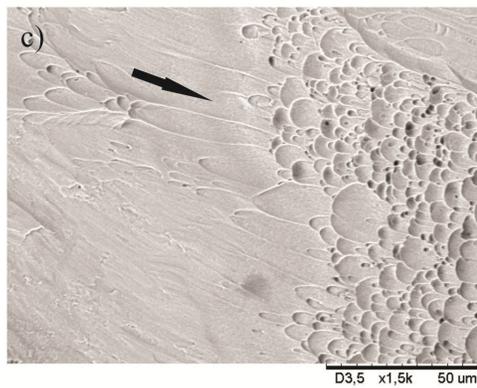
Energia fornecida baixa



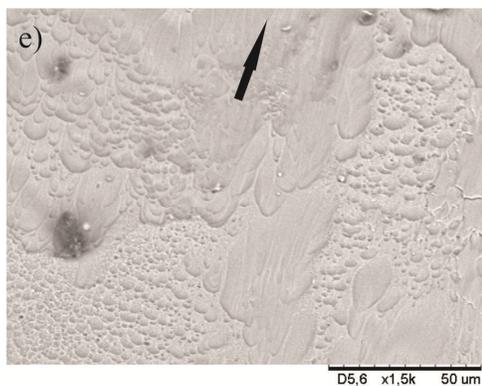
Energia fornecida alta



61% de porosidade projetada



69% de porosidade projetada



76% de porosidade projetada

Figura 39 - Zonas de fratura correspondentes às peças porosas de Ti-6Al-4V, fabricadas por DMLS com energia fornecida alta e baixa, observadas por MEV. As setas sinalizam a direção de cisalhamento.

## 4.2 Tratamentos térmicos

As microestruturas obtidas após os tratamentos térmicos nas peças porosas com 69 % de porosidade projetada, fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa, são apresentadas na Figura 39. Imagens obtidas por MEV destas mesmas microestruturas são mostradas no apêndice A. A amostra tratada a 1050 °C e resfriada no forno apresenta microestrutura lamelar  $\alpha+\beta$  com  $\beta$  (regiões pretas) localizada nos contornos da fase  $\alpha$  (Figura 40a). O tratamento a 1050 °C decompôs a fase martensítica  $\alpha'$ , obtida com a sinterização, e estabilizou, na temperatura de tratamento, a fase  $\beta$ , conforme a diagrama de fases apresentado na Figura 20. Com o resfriamento lento no forno são produzidas as fases previstas pelo equilíbrio termodinâmico, ou seja, as fases  $\alpha$  e  $\beta$ . O tempo relativamente longo que o material ficou exposto a 1050 °C promoveu uma microestrutura relativamente grosseira. Microestruturas semelhantes foram obtidas por Ramos e colaboradores (2010) em peças de Ti-6Al-4V fabricadas por DMLS e tratadas termicamente, com a única diferença que a temperatura de tratamento foi de 1100 °C. Leyens (2003) reporta as mesmas microestruturas em amostras de Ti-6Al-4V que foram tratadas termicamente, mas nesse caso, as amostras já tinham uma microestrutura inicial composta de lamelas das fases  $\alpha$  e  $\beta$ .

Como o tratamento a 1050 °C decompôs a fase martensítica  $\alpha'$  e estabilizou a fase  $\beta$ , como já mencionado, o resfriamento rápido em água novamente produziu a formação da fase martensítica  $\alpha'$ , como pode ser observado na Figura 39b.

Os tratamentos a 650 e 800 °C, independentemente da forma de resfriamento, produziram uma microestrutura em forma de agulhas, como pode ser observado nas Figuras 40c, 40d, 40e e 40f. Estas microestruturas podem conter as fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$ . Considerando-se que a microestrutura de partida martensítica não se decompôs a 650 °C, tanto o resfriamento rápido quanto o lento apenas mantiveram a martensita de partida até a temperatura ambiente. Considerando-se que houve uma decomposição parcial da martensita durante o tratamento a 650 °C, então a fração que se transformou produziu as fases  $\alpha$  e  $\beta$ . Como a fase  $\alpha$  está em equilíbrio, esta se manterá até a temperatura ambiente. No caso da fase  $\beta$ , como a temperatura é inferior à temperatura de transformação martensítica, esta também se manterá até a temperatura ambiente. Assim, teríamos na temperatura ambiente as fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$ . Para as amostras tratadas a 800 °C, podemos considerar que houve a decomposição parcial ou total da martensita durante o tratamento. No

caso da decomposição parcial, as fases  $\alpha$  e  $\alpha'$  deverão se manter até a temperatura ambiente, independentemente da forma de resfriamento. Já a fase  $\beta$ , segundo Leyens (2003), deverá se transformar em  $\alpha'$  se resfriada rapidamente, já que a temperatura de tratamento é superior à  $M_s$ , ou se manter até a temperatura ambiente, se resfriada lentamente. Caso a decomposição da martensita fosse total, formariam-se as fases  $\alpha$  e  $\beta$  na temperatura de tratamento. Com o resfriamento rápido, a fase  $\alpha$  se manteria até a temperatura ambiente e a fase  $\beta$  se transformaria em  $\alpha'$  [Leyens, 2003]; com o resfriamento lento, fase  $\beta$  se manteria até a temperatura ambiente, apenas com uma diminuição de sua quantidade, de acordo com o diagrama de fases (Figura 20). Deve ser salientado que  $M_s$  varia dependendo da estrutura inicial e da homogeneidade da microestrutura [Leyens, 2003] e por isso tem que se ter muito cuidado na interpretação dos resultados para temperaturas de tratamento perto de  $M_s$ , que é o caso do tratamento a 800 °C. Diferentemente ao proposto por Leyens (2003), Crespo e colaboradores (2008) consideram que a fração de fase  $\beta$  que vira martensita depende essencialmente de  $M_s$  e da temperatura de tratamento (T) no campo  $\alpha+\beta$ , aumentando quanto maior a diferença entre T e  $M_s$ . Apenas no caso em que T seja maior do que a temperatura beta-transus, toda a fase  $\beta$  se transformará em martensita se for resfriada rapidamente. No intervalo de temperaturas entre  $M_s$  e beta-transus, apenas uma fração da fase  $\beta$  se transformará em martensita, sendo que esta fração diminuiria com a aproximação de T a  $M_s$  e para T igual a  $M_s$ , não ocorreria transformação martensítica.

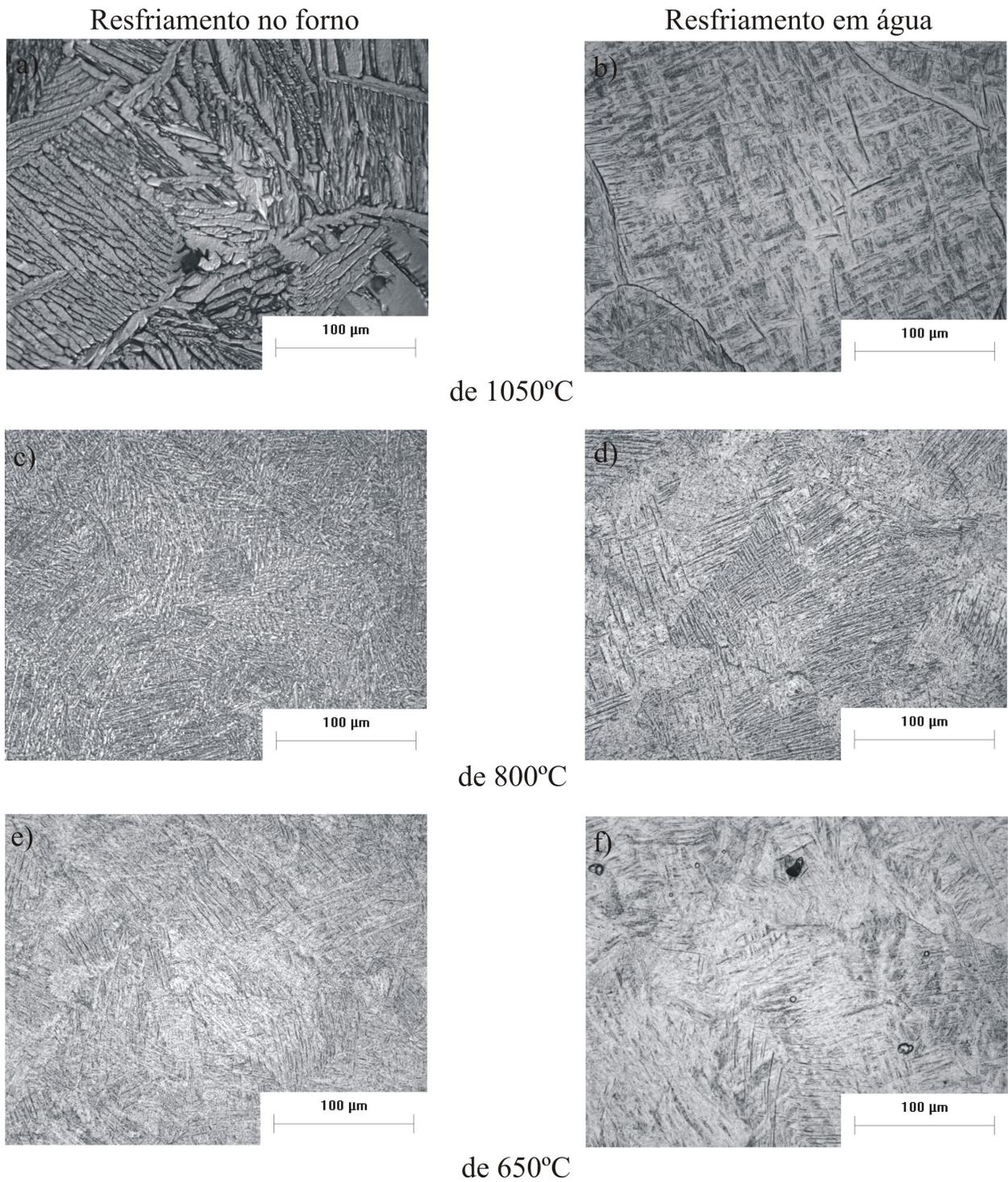


Figura 40 – Microestrutura das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricadas por DMLS com energia baixa, após tratamentos térmicos a 650, 800 e 1050 °C, seguido por resfriamento no forno e em água.

Os difratogramas de raios X das amostras tratadas termicamente, às temperaturas de 650, 800 e 1050 °C por 1 hora, e resfriadas no forno e em água são mostrados nas Figuras 41 e 42, respectivamente.

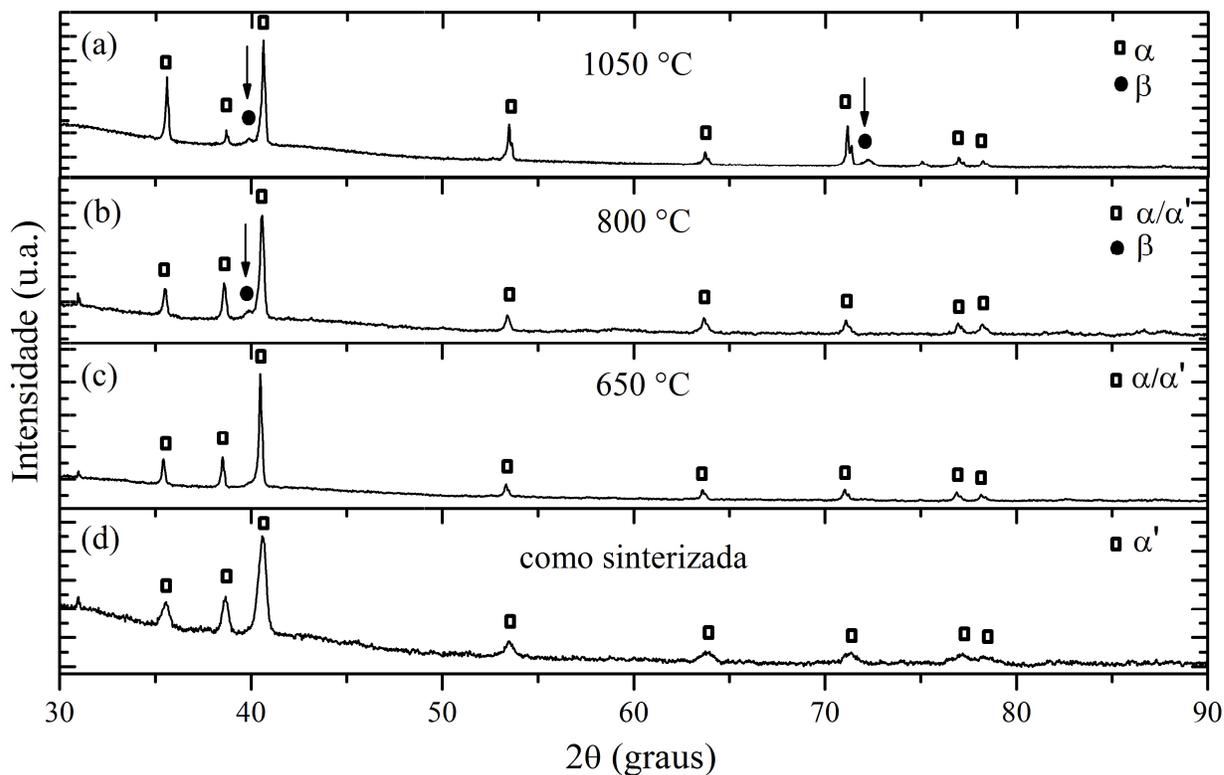


Figura 41 – Difratograma das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada como sinterizadas (d) e após tratamentos térmicos a 650, 800 e 1050 °C, seguido de resfriamento no forno (a, b e c).

O difratograma da amostra como sinterizada apresenta apenas picos da estrutura HC do titânio (Figura 41d e Figura 42d). Porém, pela análise microestrutural (Figura 33) e pela largura dos picos, a qual está em parte associada a tensões da rede cristalina, podemos supôr que os picos são produzidos pela fase  $\alpha'$ .

O difratograma da amostra tratada a 650 °C e resfriada no forno (Figura 41c) também apresenta os picos de difração característicos de uma estrutura HC, a qual neste caso pode estar associada à martensita  $\alpha'$  ou a fase  $\alpha$ , já que ambas apresentam a mesma estrutura cristalina. Além disso, os picos de difração são mais estreitos do que os correspondentes à amostra sem tratamento termico. A diminuição na largura dos picos de difração indica o relaxamento das tensões da rede cristalina e um possível aumento do tamanho dos domínios cristalinos. A

ausência dos picos associados à fase  $\beta$  indica que esta ou estaria presente em quantidade inferior ao mínimo detectável por DRX ou mesmo ausente. No caso de ausência de fase  $\beta$ , este resultado estaria em concordância com a hipótese da não decomposição da estrutura martensítica durante o tratamento a 650 °C.

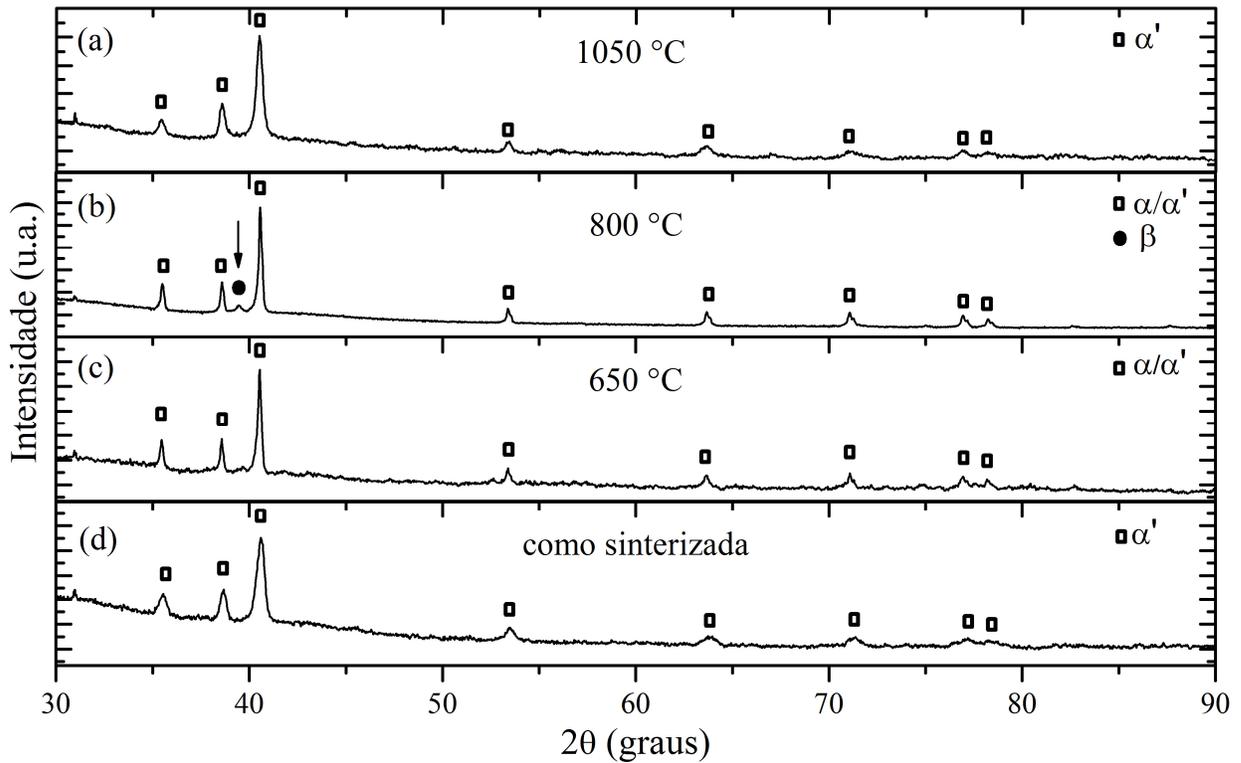


Figura 42 – Difratoograma das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada como sinterizadas (d) e após tratamentos térmicos a 650, 800 e 1050 °C, seguido de resfriamento em água (a, b e c).

O difratograma da amostra tratada a 800 °C e resfriada no forno (Figura 41b) mostram picos de difração correspondentes às fases  $\alpha/\alpha'$  e  $\beta$ . A presença da fase  $\beta$  indica que houve decomposição da martensita durante o tratamento a 800 °C, ao menos de forma parcial. Neste caso, o mais provável é que toda a fase martensítica transformou-se em uma mistura das fases  $\alpha$  e  $\beta$ .

O difratograma da amostra tratada a 1050 °C e resfriada no forno (Figura 41a) mostra a presença de picos de difração que são associados às fases  $\alpha$  e  $\beta$ , o qual é coerente com a microestrutura observada por MO (Figura 40), onde se observam lamelas da fase  $\alpha$  e fase  $\beta$ . Esta microestrutura é típica de amostras de Ti-6Al-4V tratadas termicamente no campo  $\beta$  e resfriadas

sob condições de equilíbrio termodinâmico. No respectivo difratograma podem-se observar os picos principais das fases  $\alpha$  e  $\beta$ , planos (101) e (110), respectivamente, cujas áreas refletem razoavelmente bem com a contribuição destas fases. A fração percentual total da fase  $\beta$  estimada através da razão das áreas dos picos principais das fases foi de aproximadamente 12%. A fração volumétrica da fase  $\beta$  também foi estimada por análise de imagem por MO, na qual se obteve um valor de  $17 \pm 2\%$ . Para este cálculo foram utilizadas 10 imagens obtidas com um aumento de 500 vezes.

O difratograma da amostra tratada a 650 °C e resfriada em água (Figura 42c) é similar ao da amostra tratada a mesma temperatura e resfriada no forno: apresenta os picos de difração característicos da fase  $\alpha/\alpha'$  e picos de difração mais estreitos do que os correspondentes aos das amostras sem tratamento térmico. Também aqui a ausência de picos associados à fase  $\beta$  indicaria a não decomposição da estrutura martensítica durante o tratamento a 650 °C.

O difratograma da amostra tratada a 800 °C e resfriada em água (Figura 42b), no entanto, apresenta, além dos picos associados à fase  $\alpha/\alpha'$ , um pico com centro em  $2\theta = 39,4$  graus, possivelmente associado à fase  $\beta$ . Porém, segundo o raciocínio proposto por Leyens (2003), esta fase não deveria estar presente a temperatura ambiente em amostras tratadas a esta temperatura e resfriadas rapidamente, tanto considerando uma decomposição parcial quanto total da fase martensítica durante o tratamento térmico. Além disso, este pico se apresenta levemente deslocado em direção a menores ângulos de difração. Tal resultado ainda está sendo estudado.

O difratograma da amostra tratada a 1050 °C e resfriada em água (Figura 42a) mostra a presença de picos de difração associados à fase  $\alpha'$ , já que este tipo de microestrutura é características de amostras de Ti-6Al-4V tratadas termicamente no campo  $\beta$  e submetidas a resfriamento rápido (condição fora do equilíbrio termodinâmico).

As medidas de dureza dos corpos porosos de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, submetidas a tratamento térmico, são mostradas na Figura 43.

As amostras tratadas a 650 °C e posteriormente submetidas a resfriamento, em água e no forno, apresentam valores de dureza estatisticamente iguais entre si e aos das amostras sem tratamento térmico. Isso indica que a fase  $\alpha'$  se manteve independentemente do tratamento térmico, o que está praticamente em acordo com as microestruturas observadas por MO (Figura 40e e 40f) e aos difratogramas (Figuras 41 e 42). Estes resultados de dureza também são

indicativos de que não ocorreu a dissolução da estrutura martensítica durante o tratamento térmico a 650 °C.

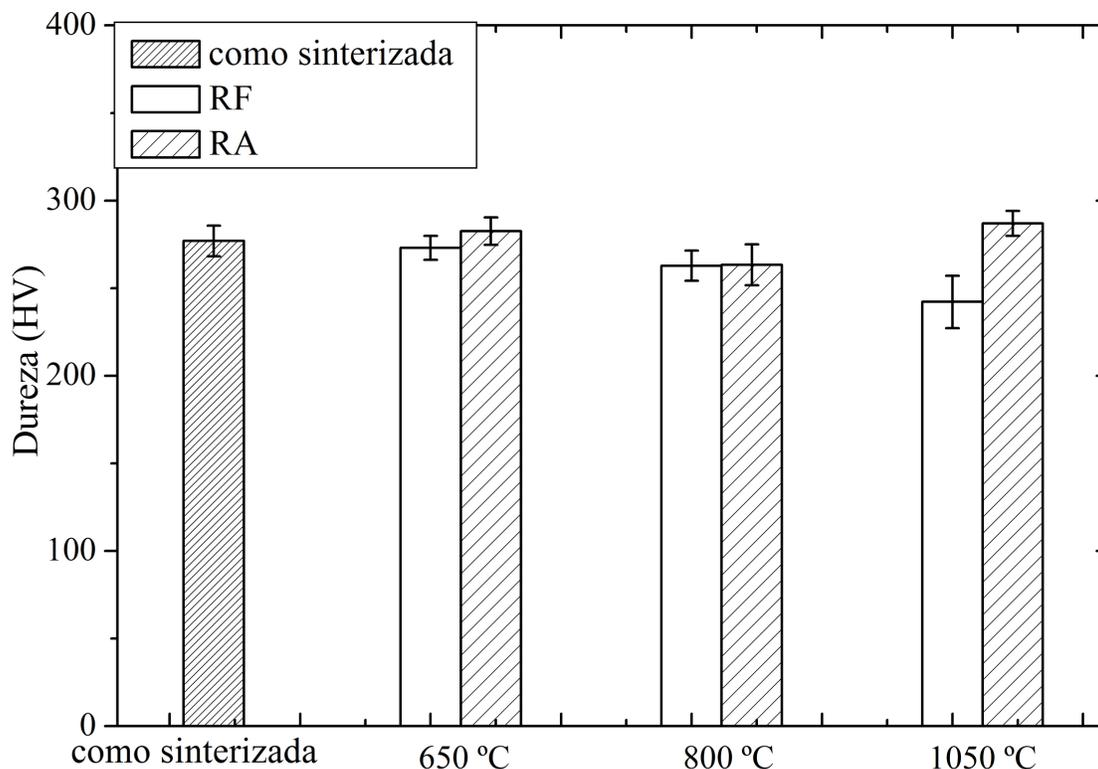


Figura 43 – Medidas de dureza nas peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa, como sinterizadas e após tratamentos térmicos a 650, 800 e 1050 °C, seguido por resfriamento no forno (RF) e em água (RA).

As amostras tratadas termicamente a 800 °C e resfriadas no forno e em água, também apresentam valores de dureza estatisticamente iguais entre si e aos das amostras sem tratamento térmico, porém com médias mais baixas. A proximidade dos valores de dureza pode ser devida ao fato de que estas amostras apresentam microestruturas similares, ou seja, a fase  $\alpha/\alpha'$  está presente em alta fração volumétrica. Já os valores menores da média de dureza são devidos a presença da fase  $\beta$ , que está explicada no caso das amostras resfriadas no forno. Como é reportada na literatura, a fase  $\beta$  é menos dura do que a fase  $\alpha$  e esta é menor do que a fase  $\alpha'$  [Crespo, 2008].

As amostras resfriadas no forno de 1050 °C apresentam uma dureza menor do que as outras amostras tratadas termicamente e sem tratamento térmico. Isso é essencialmente devido a que elas apresentam uma microestrutura lamelar  $\alpha + \beta$  relativamente grosseira, como mostrado no Figura 39a. As amostras tratadas termicamente a 1050 °C e resfriadas em água apresenta uma dureza comparável à amostra como foi sinterizada, devido principalmente a formação da microestrutura martensítica (Figura 40b), a qual possui maior dureza.

A Figura 44 mostra os valores do módulo de Young das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada após tratamentos térmicos a 650, 800 e 1050 °C.

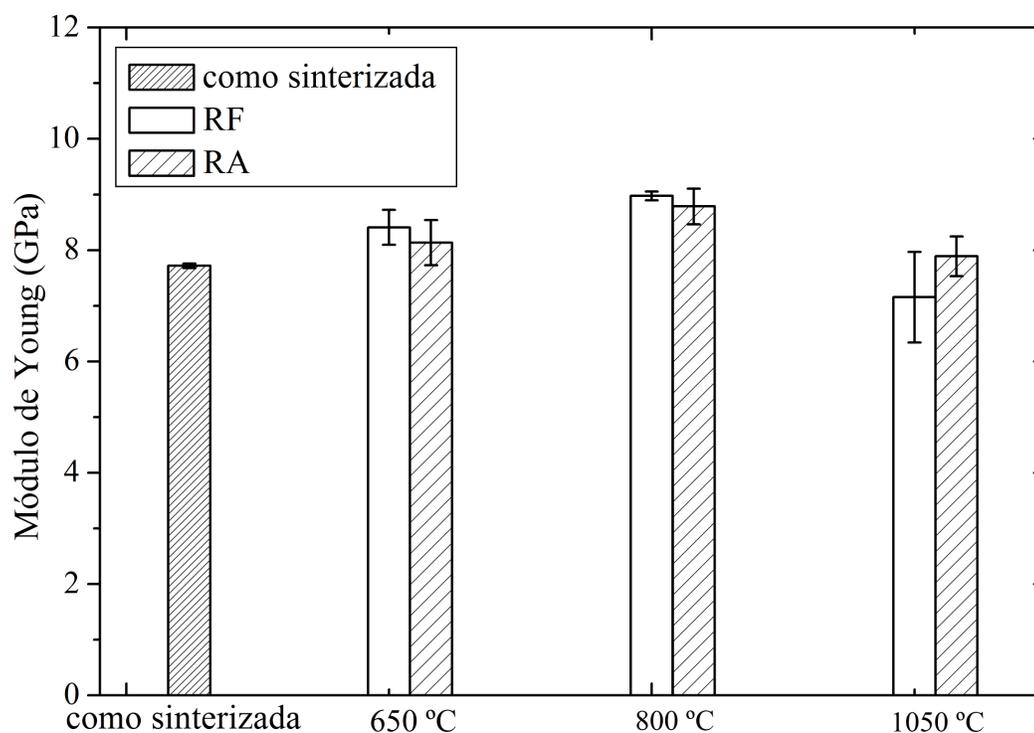


Figura 44 - Módulo de Young das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa, como sinterizadas e após tratamentos térmicos a 650, 800 e 1050 °C, seguido por resfriamento no forno (RF) e em água (RA).

A magnitude do módulo de Young é uma medida da resistência à separação de átomos adjacentes, ou seja, a força de ligação interatômica [Callister, 2007]. Na literatura é reportado que o módulo de Young da fase  $\alpha$  é levemente maior do que a fase  $\alpha'$  e esta, a sua vez, é maior do que a fase  $\beta$  com valores de 117, 114 e 82 GPa, respectivamente [Crespo, 2008].

Embora os valores estejam estatisticamente similares e a diferença nas médias seja pequena, observa-se que os valores médios do módulo de Young das amostras tratadas a 650 °C são menores que o das amostras tratadas a 800 °C. Isto seria um efeito da maior presença de fase  $\alpha'$  nas amostras tratadas a 650 °C e  $\alpha$  nas amostras tratadas a 800 °C, pois a maior temperatura de tratamento promoveu uma maior decomposição da fase martensítica  $\alpha'$ , conforme discutido anteriormente. Quanto às amostras tratadas a 1050 °C, também com a ressalva da pequena diferença numérica das médias e dos desvios padrão, que tornam os valores estatisticamente iguais, observa-se que a média dos valores do módulo de Young da amostra resfriada lentamente no forno é inferior ao das amostras resfriadas em água. Isto seria devido à presença de fase  $\beta$  na amostra resfriada lentamente e ausência da mesma nas amostras resfriadas rapidamente

As medidas do limite de escoamento (LE) e resistência mecânica à compressão (LRC) são mostradas na Figura 45 e 46, respectivamente. Assim como nos resultados das medidas de dureza, as amostras tratadas a 650 °C e posteriormente submetidas a resfriamento, em água e no forno, apresentam valores de LE e LRC estatisticamente iguais entre si e muito próximos aos valores obtidos com as amostras sem tratamento térmico.

As amostras tratadas termicamente a 800 °C e resfriadas no forno e em água, também apresentam valores de LE e LRC estatisticamente iguais entre si e aos das amostras sem tratamento térmico, porém com médias mais baixas.

A amostra resfriada no forno de 1050 °C apresenta LE e LRC menor do que as outras amostras tratadas termicamente e sem tratamento térmico. As amostras tratadas termicamente a 1050 °C e resfriadas em água apresentam valores de LE e LRC comparáveis às amostras como foram sinterizadas. Toda a discussão destes resultados de limite escoamento e resistência mecânica à compressão são similares aos já discutidos na análise dos resultados de dureza.

Na Figura 47 apresentam-se os termogramas obtidos em aquecimento de duas peças metálicas de Ti-6Al-4V, sendo que uma tem microestrutura lamelar  $\alpha+\beta$  (a) e a outra, martensítica acicular  $\alpha'$ . Na figura 47a observa-se a presença de um pico endotérmico que se inicia a aproximadamente 726 °C e termina em aproximadamente 1030 °C. Este pico está associado à transformação de estado sólido  $\alpha\rightarrow\beta$  e de fato, prevista no diagrama de fases (Figura 20).

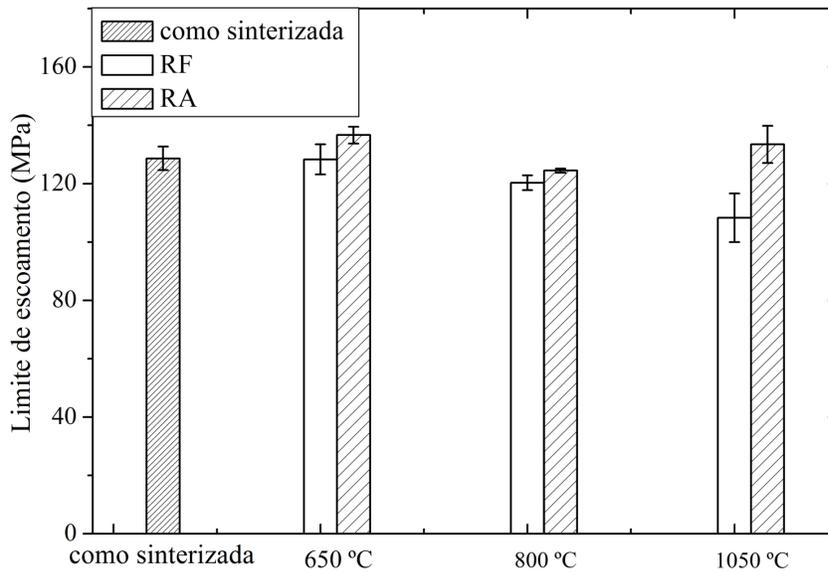


Figura 45 - Limite de escoamento das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa, como sinterizadas e após tratamentos térmicos a 650, 800 e 1050 °C, seguido por resfriamento no forno (RF) e em água (RA).

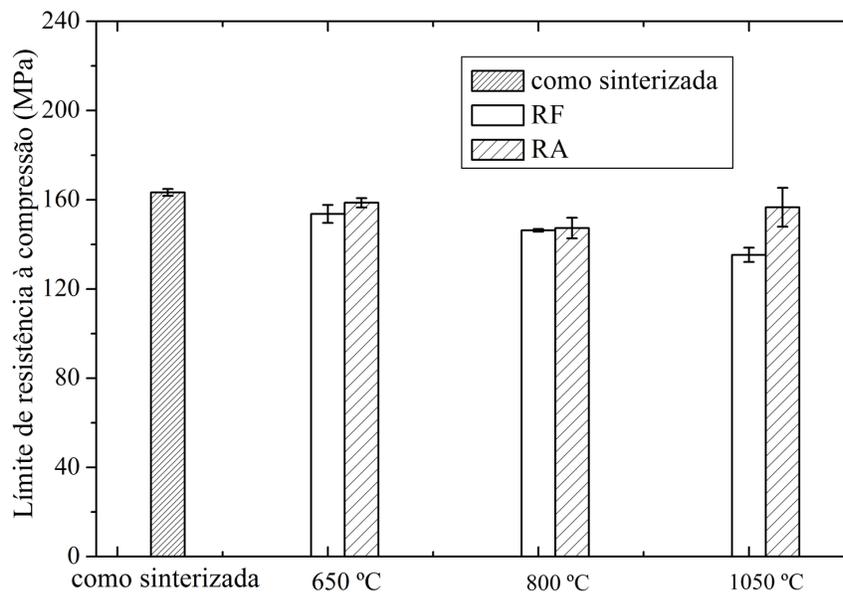


Figura 46 - Limite de resistência mecânica à compressão das peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa, como sinterizadas e após tratamentos térmicos a 650, 800 e 1050 °C, seguido por resfriamento no forno (RF) e em água (RA).

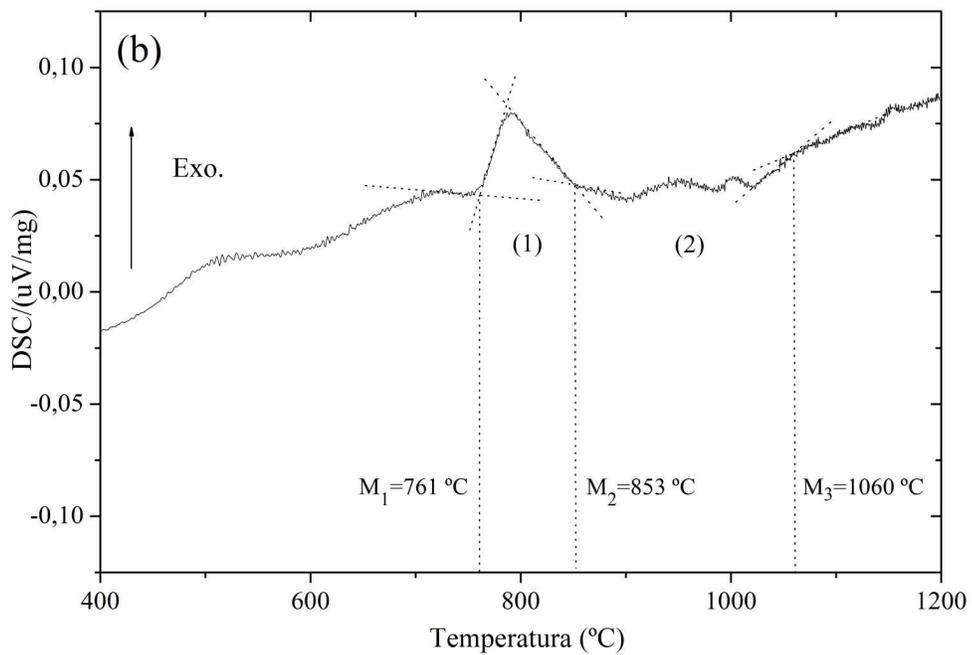
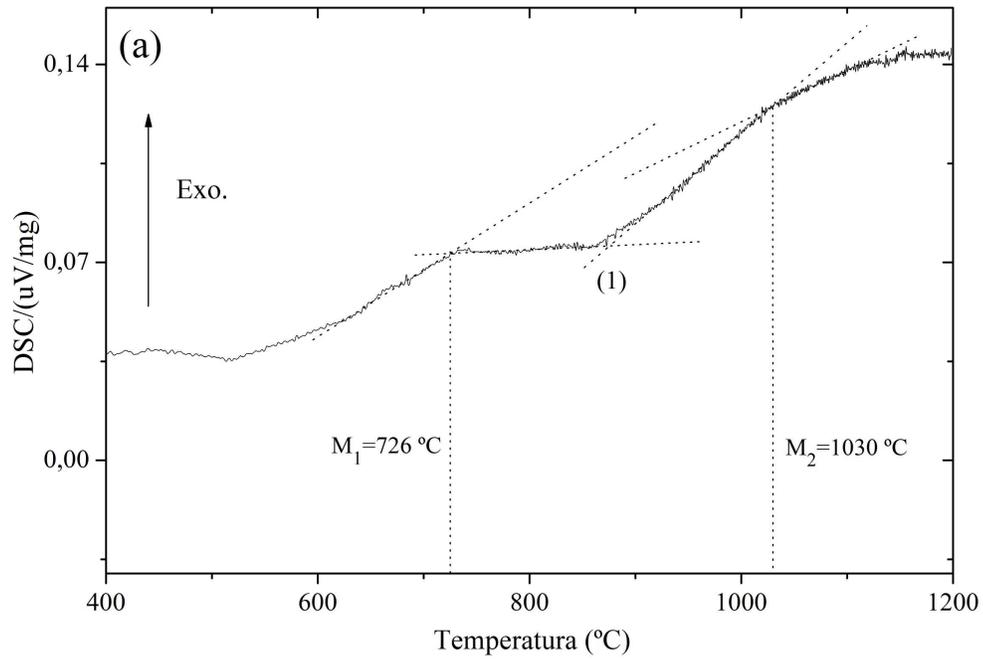


Figura 47 – Comportamento térmico das peças de Ti-6Al-4V, fabricadas por DMLS com energia fornecida baixa, com microestrutura inicial lamelar  $\alpha+\beta$  (a) e martensítica acicular  $\alpha'$  (b). A seta sinaliza a orientação dos picos correspondentes às reações de tipo exotérmico.

Na figura 47b observa-se a presença de só um pico exotérmico na região (1); a reação inicia-se a uma temperatura de aproximadamente 761 °C e termina em aproximadamente 853 °C. Este pico está associado à transformação de estado sólido  $\alpha' \rightarrow (\alpha+\beta)$ , já que a fase  $\alpha'$  é uma fase metaestável e quando transforma-se em uma fase mais estável, libera energia. Na região (2) apresenta-se um conjunto de picos endotérmicos que se sobrepõem; no entanto, desde nosso ponto de vista, todos eles estão associados à transformação de fase  $\alpha \rightarrow \beta$ . Esta transformação inicia-se em aproximadamente 853 °C e termina em aproximadamente 1060 °C.

De forma análoga às amostras como sinterizadas, as amostras tratadas termicamente submetidas ao ensaio de compressão fraturaram por cisalhamento. Como exemplo, mostram-se na figura 48 as regiões de fratura das peças que foram tratadas termicamente a 1050 °C e resfriadas em água e no forno. De fato, é bom lembrar que as microestruturas obtidas são muito diferentes entre si (Figura 40a e 40b), uma é martensita acicular  $\alpha'$  e a outra lamelar  $\alpha+\beta$ . As colunas da amostra resfriada no forno apresentam um grau maior de deformação quando comparada à amostra resfriada em água. Isso pode estar associado à presença das fases de equilíbrio  $\alpha+\beta$  na microestrutura da amostra resfriada no forno.

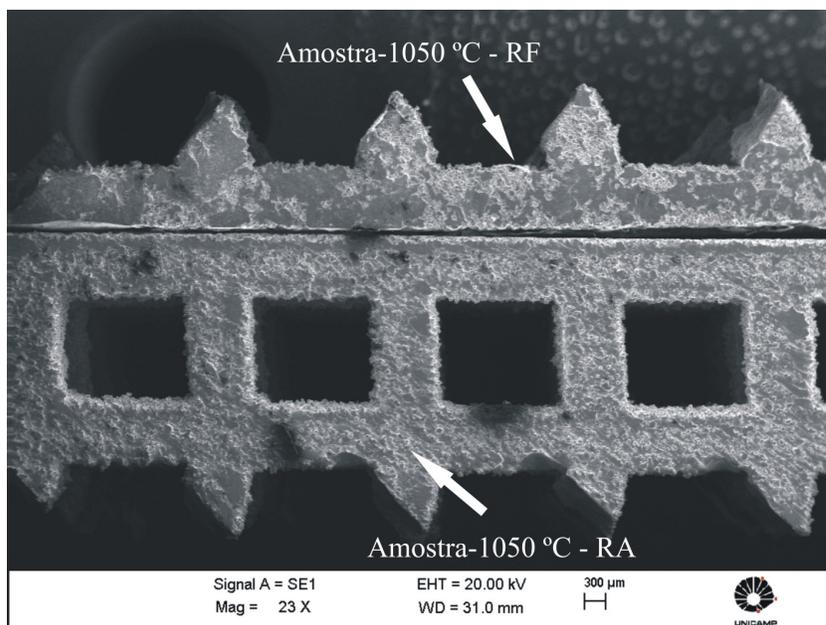
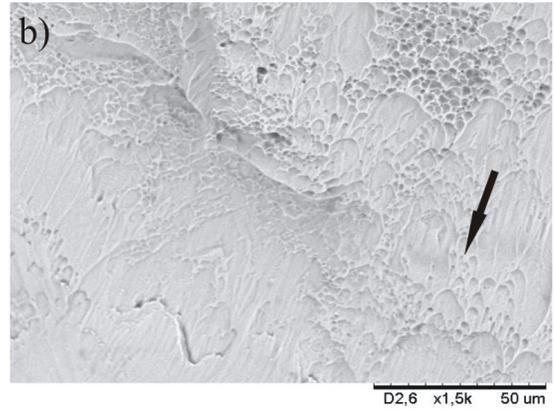
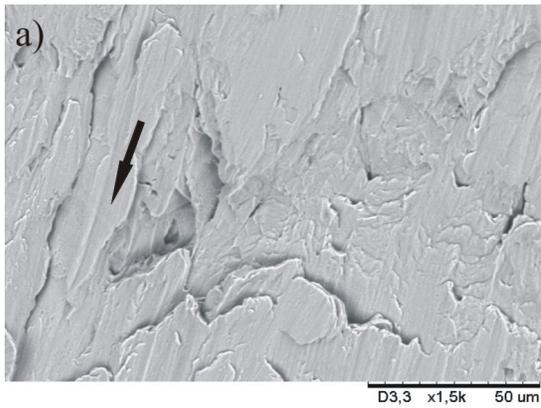


Figura 48 – Aspecto das colunas após fratura das amostras tratadas termicamente a 1050 °C por uma hora após resfriamento no forno (RF) e em água (RA), observadas lateralmente.

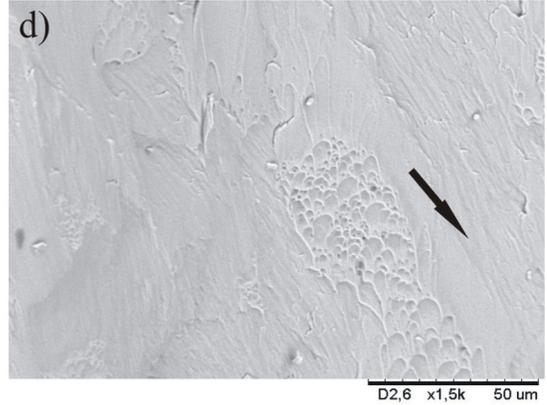
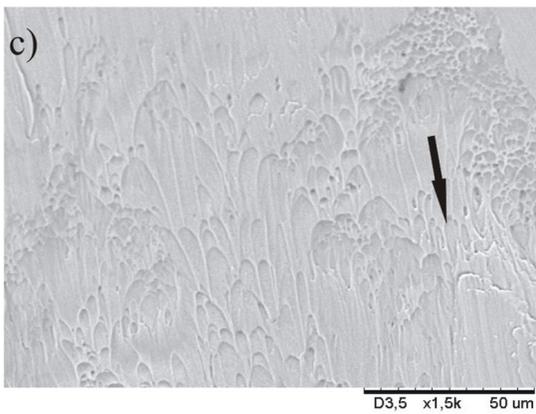
As superfícies de fratura das amostras sinterizadas a laser, tratadas termicamente, apresentam características similares, independentemente da temperatura de tratamento e tipo de resfriamento. A maioria delas exhibe regiões com um típico padrão tipo veias dispersas na superfície de fratura e, além disso, regiões de fratura relativamente planas (Figura 49b, 49c, 49d, 49e e 49f). As veias frequentemente estão orientadas ao longo da direção de propagação da banda de cisalhamento, tais orientações são sinalizadas com uma seta nas respectivas figuras. Na superfície de fratura da amostra tratada termicamente a 1050 °C e resfriada no forno não foi possível observar os dimples (Figura 49a). Como se sabe, no ensaio de compressão as superfícies fraturadas podem apresentar considerável atrito e devido a isso o mecanismo de fratura desta amostra pode ter sido mascarado.

Resfriamento no forno

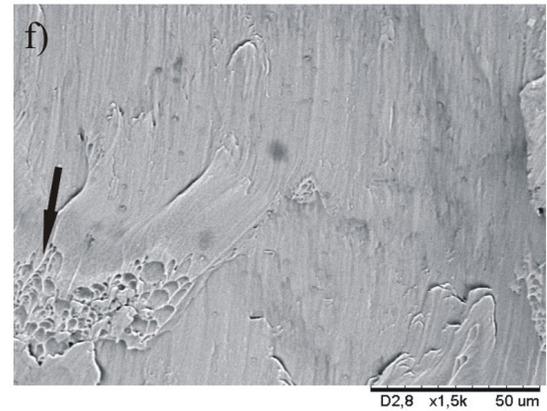
Resfriamento em água



de 1050°C



de 800°C



de 650°C

Figura 49 - Zonas de fratura correspondentes às peças porosas de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricada por DMLS com energia fornecida baixa, após tratamentos térmicos a 650, 800 e 1050 °C, seguido por resfriamento no forno e em água.

## **Capítulo 5**

### **Conclusões e sugestões para próximos trabalhos**

#### **5.1 Conclusões**

Com a técnica de DMLS foi possível a fabricação de peças de Ti-6Al-4V com porosidade controlada na faixa de 63 a 77%. Tais estruturas porosas apresentam porosidade interconectada com uma boa formação de parede.

A energia fornecida no processo de DMLS com os parâmetros de energia alta e baixa foi suficiente para fundir totalmente as partículas do pó e, assim, a obtenção de peças consolidadas.

As amostras como sinterizadas, para ambas as energias fornecidas alta e baixa, apresentaram uma microestrutura martensítica, o que significa que no processo de DMLS se produzem altas taxas de resfriamento.

O uso de energia alta no processo de consolidação resultou em paredes mais finas, para o mesmo modelo, e também uma porosidade não controlada, interna às paredes das peças, o que resultou em uma redução das propriedades mecânicas avaliadas. Os resultados indicam que a energia do processo tem que ser adequadamente estabelecida para se obter maior precisão dimensional e evitar porosidade não controlada.

As amostras fabricadas com energia fornecida baixa apresentaram maior resistência mecânica e módulo de Young do que às amostras fabricadas com energia fornecida alta. As menores espessuras das paredes e a porosidade não controlada contribuem para a diminuição dos valores de resistência mecânica e módulo de Young.

As estruturas porosas fabricadas com energia fornecida baixa apresentaram maior resistência mecânica e módulo de Young do que as amostras da mesma liga com a mesma

geometria, fabricadas por fusão por feixe de elétrons (EBM), reportadas por Parthasarathy e co-autores (2010). Isso pode ser devido à diferença na microestrutura, já que as amostras apresentadas neste trabalho apresentam microestrutura martensítica, enquanto as amostras obtidas por EBM possivelmente apresentam microestrutura  $\alpha+\beta$ . Por outro lado, as estruturas porosas fabricadas com energia fornecida alta apresentaram menor resistência mecânica, mas maior módulo de Young do que as amostras reportadas por Parthasarathy.

O módulo de Young, o limite de escoamento e a resistência mecânica à compressão diminuem com o aumento da porcentagem de porosidade, como era esperado. As peças porosas obtidas por DMLS apresentaram comportamento mecânico compatível com as do osso humano.

Os tratamentos térmicos feitos nas peças porosas com 69 % de porosidade projetada promoveram mudanças microestruturais, mas não resultaram em melhorias significativas das propriedades mecânicas, quando comparadas com as propriedades das amostras como sinterizadas.

As amostras tratadas a 1050° C e resfriadas em forno apresentaram microestrutura  $\alpha+\beta$ , enquanto que as resfriadas em água apresentaram microestrutura martensítica. Estas últimas apresentaram resistência mecânica e dureza próximas às das amostras como sinterizadas, enquanto que as primeiras, com microestrutura  $\alpha+\beta$  apresentaram menores limite de escoamento, resistência mecânica à compressão e dureza.

As amostras tratadas a 800 e 650° C, independentemente do tipo de resfriamento, apresentaram propriedades mecânicas muito próximas às das amostras como sinterizadas. Tais resultados são explicados pela manutenção parcial ou total da estrutura de partida (martensita) na temperatura e tempo de tratamento.

Os estudos por DSC mostram que a martensita começa-se decompôr a 761 °C e transforma-se em  $\alpha+\beta$ . Para temperaturas maiores a 853 °C a martensita transformou-se totalmente em uma mistura das fases  $\alpha$  e  $\beta$ .

As superfícies de fratura das amostras como sinterizadas e tratadas termicamente apresentam características similares, independentemente da temperatura de tratamento e tipo de resfriamento.

## 5.2 Sugestões para trabalhos futuros

Baseados nos resultados obtidos neste trabalho, sugerimos realizar pesquisa nos seguintes temas:

- a) Determinar os mecanismos de fratura nas peças como sinterizadas e nas peças tratadas termicamente, tentando correlacionar tais mecanismos com o comportamento mecânico observado.
- b) Avaliar a contribuição do tamanho de grão no comportamento mecânico das peças porosas tratadas termicamente. Para este fim pode se utilizar a equação de Willians-Hall, já que ela correlaciona o tamanho de grão e microtensão com a largura a meia altura dos picos de difração.
- c) Estudar detalhadamente a decomposição de martensita nas peças tratadas termicamente mediante medidas de DSC.

## Referências

Abd Aziz, I. *Microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V produced by selective laser sintering of pre-alloyed powders*. 2010. Dissertação (Master of Engineering), The University of Waikato, Hamilton - New Zealand.

Abdelaal O. A.; Darwish S. M. *Fabrication of tissues engineering scaffolds using rapid prototyping techniques*, *World Academy of Science, Engineering and Technology*, v. 59, p. 577-585, 2011.

Abraham, G. A.; Gonzalez, M. F.; Cuadrado, T. R. La ciencia y la ingeniería de los biomateriales, un desafío interdisciplinario, *Ciencia Hoy*, v. 9, n. 49, 1998.

Aleixo, G. T. **Obtenção, caracterização Microestrutural e Mecânica de Ligas de Ti-Nb-Sn Aplicadas em implantes Ortopédicos**. 2009. Dissertação (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - Brasil.

ASTM E8M, 2004. *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*.

ASTM F67, 2006. *Standard Specification for Unalloyed Titanium, for Surgical Implant Applications* (UNS R50250, UNS R50400, UNS R50550, UNS R50700).

ASTM F1108 – 04, 2009. *Titanium-6Aluminum-4Vanadium Alloy Castings for Surgical Implants*.

Barbanti, S. H. **Polímeros Bioreabsorvíveis como suportes na Engenharia de Tecidos**. 2005. Dissertação (Doutorado)-Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - Brasil.

Bertol, L. S. **Contribuição ao estudo da prototipagem rápida, digitalização tridimensional e seleção de materiais no design de implantes personalizados**. 2009. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia de Minas, Metalurgia e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre - Brasil.

Callister, W. D. *Materials Science and Engineering – An Introduction*. 7 ed, John Wiley & Sons, USA, 2007.

Crespo, A.; Deus, A.; Vilar, R. *Modeling of phase transformations and internal stresses in laser powder deposition*, **Proc. of SPIE**, v. 7131, p. 713120-713120-10, 2008.

Cullity, B. D. *Elements of X-ray Diffraction*, Addison Wesley, 1978.

Esperto, L; Osório A. Rapid Tooling: sinterização direta por laser de metais, **Mecânica experimental**, v. 15, p. 117-124, 2008.

Florêncio, R.V.S.; Selmo, S.M.S. Estudo comparativo de granulometria a laser para fins da reciclagem de resíduos de construção e demolição. **17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR - Brasil.

Geetha, M. *Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants—A review*, **Prog. Mater. Sci.**, v. 54, n. 3, p. 397–425, 2009.

Gibson, I.; Cheung, L.K.; Chow, S.P.; Cheung, W.L.; Beh, S.L.; Savalani, M. and Lee, S.H. *The use of rapid prototyping to assist medical applications*, **Rapid Prototyping Journal**, v. 12, n. 1, p. 53-58, 2006.

Gibson, I.; Shi D. *Materials properties and fabrication parameters in selective laser sintering process*, **Rapid Prototyping Journal**, v. 3, n. 4, p. 129-136, 1997.

Gouveia, M. F. **Aplicação da prototipagem rápida no planejamento de cirurgias craniofaciais**. 2009. Dissertação (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - Brasil.

Hellmuth N. **3d architectural models via rapid prototypers**. Flaar reports, Z corp (*models*), 2010.

Ho, H.C.H.; Gibson, I.; Cheung W. L. *Effects of energy density on morphology and properties of selective laser sintered polycarbonate*, **J. Mater. Process. Tech.**, v. 89-90, p. 204-210, 1999.

Hutmacher D.W. *Scaffold design and fabrication technologies for engineering tissues-state art and future perspectives*, **J. Biomater. Sci. Polymer**, v. 12, n. 1, p. 107-124, 2001.

İlkgün, Ö. *Effects of production parameters on porosity and hole properties in laser sintering rapid prototyping process*. 2005. Dissertação (Doutorado) – Department of mechanical engineering, Middle East Technical University, Turkey.

JCPDS, *International Centre for Diffraction Data*, 44-1294, 1993.

Joo, B. D.; Jang, J. H.; Lee, J. H.; Son, Y. M. and Moon, Y. H. *Effect of laser parameters on sintered powder morphology*, **J. Mater. Sci. Technol.**, v. 26, n. 4, p. 375-378, 2010.

Jung, T.K.; Matsumoto, H.; Abumiya, T.; Masahashi, N.; Kim, M. S.; Hanada, S. *Mechanical properties-graded Ti alloy implants for orthopedic applications*, **Mater Sci Forum**, v. 631-632, p. 205-10, 2010.

Knoll, P. K.; Schaeffer, L. Análise microestrutural da liga de titânio  $\alpha+\beta$ , Ti-6Al-4V, forjada a quente, **17º CBECIMat-Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR - Brasil.

Layarin, S. F. **Avaliação dimensional de implantes sob medida para cranioplastia**. 2008. Dissertação (Mestrado) – Departamento de engenharia mecânica, Universidade Federal do Paraná, Curitiba - Brasil.

Leyens, C.; Peters, M. *Titanium and Titanium Alloys – Fundamentals and Applications*. DLR – German Aerospace Center – Institute of Materials Research, Wiley-VCH, Köln, Germany, 2003.

Liu, X.; Chu P. K.; Ding C. *Surface modification of titanium alloys, and related materials for medical applications*, **Mat. Sci. Eng. R**, v. 47, n. 3-4, p. 49-121, 2004.

Li, X.; Wang, C.; Zhang, W.; Li, Y. *Fabrication and characterization of porous Ti-6Al-4V parts for biomedical applications using electron beam melting process*, **Mater. Lett.**, v. 63, n. 3-4, p. 403-405, 2009.

Long, M.; Rack, H. J. *Titanium alloy in total joint replacement-a materials science perspective*, **Biomaterials**, v.19, n. 18, p. 1621-1639, 1998.

Lopes, Éder S. N. **Correlação entre transformações de fases e comportamento mecânico de ligas Ti-Nb-Sn e sua aplicação na concepção de implantes ortopédicos com propriedades**. 2009. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - Brasil.

Lütjering, G.; Williams, J.C. *Titanium*, Springer - Verlag, Berlin Heidelberg, 2010.

Martinelli, G. **Efeito de Elementos Betagênicos na Estabilidade de Fases e Propriedades de Ligas de Titânio para Implantes Ortopédicos**. 2004. Dissertação (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - Brasil.

Murr, L. E.; Quinones, S. A.; Gaytan, S. M.; Lopes, M. I.; Rodela, A.; Martinez, E. Y.; Hernandez, D. H.; Martinez, E.; Medina, F.; Wicker, R. B. *Microstructure and mechanical behavior of Ti-6Al-4V produced by rapid-layer manufacturing for biomedical applications*, **J. Mech. Behav. Biomed. Mater.**, v. 2, n. 1, p. 20-32, 2009.

Niinomi, M. *Recent research and development in titanium alloys for biomedical applications and healthcare goods*, **Sci. Technol. Adv. Mater.**, v. 4, p. 445-454, 2003.

Niinomi, M. *Mechanical biocompatibilities of titanium alloys for biomedical applications*, **J. Mech. Behav. Biomed. Mater.**, v. 1, n. 1, p. 30-42, 2008.

Oliveira, M. F.; Maia, I. A.; Noritomi, P. Y.; Nargi, G. C.; Silva, J. V. L.; Ferreira, B. M. P.; Duek, E. A. R. *Construção de Scaffolds para engenharia tecidual utilizando prototipagem rápida*, **Revista Matéria**, v.12, n. 2, p. 373-382, 2007.

Papenburg, B. J. *Design strategies for tissue engineering scaffolds*. 2009. Dissertação (PhD thesis)-University of Twente, Netherlands.

Parthasarathy, J.; Starly, B.; Raman, S.; Christensen, A. *Mechanical evaluation of porous titanium (Ti6Al4V) structures with electron beam melting (EBM)*, **J. Mech. Behav. Biomed. Mater.**, v. 3, n. 3, p. 249-259, 2010.

Pham, D.T.; Gault R. S. *A comparison of rapid prototyping technologies*, **Int. J. Mach. Tool. Manu.**, v. 38, n. 10-11, p. 1257-1287, 1998.

Pillaca, M. **Síntesis y caracterización de Hidroxiapatita - silício obtenida mediante reacción mecano-química  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_{6-x}(\text{SiO}_4)_x\text{OH}_{2-x}$** . 2011. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Ciências Físicas, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima - Perú.

Ramoso, M. E.; Chikwanda, H. K.; Bolokang, A. S.; Booysen, G. and Ngonda, T. N. *Additive manufacturing: characterization of Ti6-6Al-4V alloy intended for biomedical application*, **The Light Metals Conference**, p. 337-344, 2010.

Sachlos, E. and Czernuszka, J. T. *Making tissue engineering scaffolds work. Review on the application of solid freeform fabrication technology to the production of tissue engineering scaffolds*, **European Cells and materials**, v. 5, p. 29-40, 2003.

Santos, J. R. L. **Modelos tridimensionais físicos no desenvolvimento de produtos**. 1999. Dissertação (mestrado), COPPE, UFRJ, Rio de Janeiro - Brasil.

Schauerte, O. *Titanium in automotive production*, **Adv. Eng. Mater.**, v. 5, n. 6, p. 411-418, 2003.

Schuh, A.; Bigoney, J.; Höhle, W.; G. Zeiler, G.; Holzwarth, U.; Forst, R. *Second generation (low modulus) titanium alloys in total hip arthroplasty*, **Mat.-wiss. u. Werkstofftech.**, v. 38, n. 12, p. 1003-1007, 2007.

Shellabear, M.; Nyrhilä, O. *DMLS-Development history and state of the art*, **LANE**, Erlangen, 2004.

Silva, E. P.; Strohaecker, R.; Pizzio, E.; Strohaecker, T. *Análise de falha em prótese de joelho revisada*, **17º CBECIMat-Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR - Brasil.

Singare, S.; Lian, Q.; Ping, W.; Wang, F.; Liu, Y.; Li, D.; and Lu B. *Rapid prototyping assisted surgery planning and custom implant design*, **Rapid Prototyping Journal**, v. 15, n. 1, p. 19-23, 2009.

Song, Yong-Ak Experimental study of the basic process mechanism for direct laser of low-melting metallic powder, **Annals of the CIRP**, v. 46, n. 1, p. 127-130, 1997.

Starly, B. *Computer-Aided Process Planning for the Layered Fabrication of Porous Scaffold Matrices*, **Book Chapter in Printed Biomaterials**, Narayan, R and Lee, Y. S., Springer Verlag, New York - USA, 2010.

Taddei, E. B.; Henriques, V. A. R.; Silva, C. R. M.; Cairo C. A. A. *Production of new titanium alloy for orthopedic implants*, **Mat. Sci. Eng. C**, v. 24, n. 5, p. 683-697, 2004.

Volpato, N. **Prototipagem Rápida**, Blücher, São Paulo - Brasil, 2007.

Wall, M. B.; Ulrich, K. T.; Flowers, W. C., *Evaluating prototyping technologies for product design*, **Research in engineering design**, v.3, n. 3, p. 163-177, 1992.

Williams, J. V.; Revington, P. J. *Novel use of an aerospace selective laser sintering machine for rapid prototyping of an orbital blowout fracture*, **Int. J. Oral Maxillofac. Surg.**, v. 39, n. 2, p. 182-184, 2010.

Wohlers, T. T. *Rapid Prototyping & Tooling State of the Industry: 1998 Worldwide Progress Report*, **Wohlers Associates**, 1998.

Yang, S; Leong, Kah-Fai; Du, Z.; Chua and Chee-Kai *The design of scaffolds for use in tissue engineering. Part I. Traditional Factors*, **Tissue Eng.**, v. 7, n. 6, p. 679-689, 2001.

Yang, S; Leong, Kah-Fai; Du, Z.; Chua and Chee-Kai *The design of scaffolds for use in tissue engineering. Part II. Rapid prototyping techniques*, **Tissue Eng.**, v. 8, n. 1, p. 1-11, 2002.

Yarlagadda, P. K.; Chandrasekharan, M. and Shyan, J. Y. M. *Recent advances and current developments in tissue scaffolding*. **Bio-Medical Materials and Engineering**, v. 15, n. 3, p. 159-177, 2005.

Yu, N. **Process parameter optimization for direct metal laser sintering (DMLS)**. 2005. Dissertação (Doutorado) – *Department of mechanical engineering, National University of Singapore*, Singapore.

Zhang, J.; Li D.; Li J.; Zhao L. *Numerical simulation of temperature field in selective laser sintering*, **CCTA 2010**, part IV, IFIP AICT, v. 347, p. 474-479, 2011.

Zhang, Z. F.; Eckert, J.; Schultz, L. *Difference in compressive and tensile fracture mechanisms of  $Zr_{59}Cu_{20}Al_{10}Ni_8Ti_3$  bulk metallic glass*, **Acta mater.**, v. 51, n. 4, p. 1167-1179, 2003.

## Apêndice A - Tratamentos térmicos

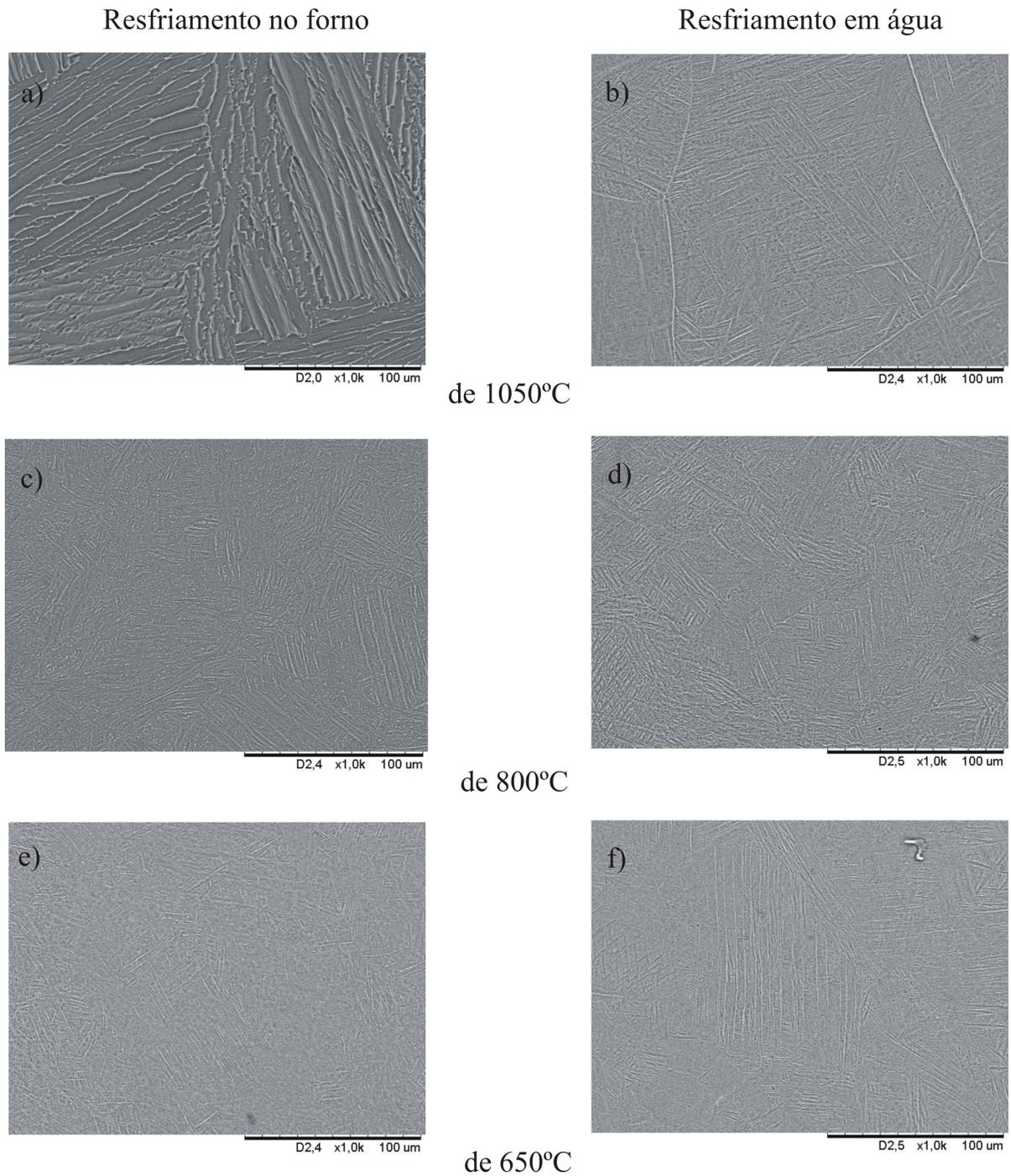


Figura 50 – Microestrutura da peça porosa de Ti-6Al-4V com 69% de porosidade projetada, fabricada por DMLS com energia fornecida baixa, após tratamentos térmicos a 650, 800 e 1050 °C, seguido por resfriamento no forno e em água.