

## PRODUÇÃO DE COMPONENTES DE TITÂNIO VIA MOLDAGEM DE PÓS METÁLICOS POR INJEÇÃO (MIM)

Fábio André Lora, lora@cimatec.fieb.org.br<sup>1</sup>  
Charles Chemale Yurgel, chemale@cimatec.fieb.org.br<sup>1</sup>  
Lirio Schaeffer, schaeffer@ufrgs.br<sup>2</sup>

<sup>1</sup> SENAI-CIMATEC, Avenida Orlando Gomes, 1845 – Piatã – CEP 41650-010 – Salvador – BA – BR

<sup>2</sup> UFRGS-LdTM, Av. Bento Gonçalves, 9500 – Agronomia, CEP 91501-970 – Porto Alegre – RS – BR

**Resumo:** Este trabalho tem por objetivo obter e estudar componentes de titânio através do processo de fabricação conhecido como Moldagem de Pós Metálicos por Injeção (MIM). Inicialmente foram confeccionados parafusos sinterizados de titânio de pequenas dimensões para implantes odontológicos como geometria de estudo. O pó de hidreto de titânio utilizado foi obtido a partir do processo Hidratação-Dehidratação (HDH), desenvolvido no Laboratório de Transformação Mecânica – UFRGS. Neste estudo, o pó de hidreto de titânio é misturado a um sistema aglutinante (binder), para obtenção da carga injetável (feedstock), o qual é injetado a altas pressões (150MPa). Para confecção das peças foi utilizada uma temperatura de sinterização de 1300°C. Quanto a avaliação do processo de fabricação, foram realizados os ensaios de metalografia (peças com porosidade máxima de 5%), de microdureza (dureza do centro de rotação do componente superior a 500HV) e de compressão (tensão de ruptura igual a 70MPa).

**Palavras-chave:** titânio, moldagem de pós por injeção, porosidade, microdureza e ensaio de compressão

### 1. INTRODUÇÃO

Este trabalho de pesquisa visa utilizar a técnica Moldagem de Pós Metálicos por Injeção (MIM) para produzir componentes a base de titânio contendo uma quantidade mínima de porosidade e em especial visando geometrias complexas. A busca na minimização de custos de produção tem cada vez mais exigido processos de fabricação “near net shape”. O processo Moldagem de Pós Metálicos por Injeção (MIM) é uma alternativa moderna que cada vez mais vem mostrando um enorme potencial.

Ligas de titânio são caracterizadas pela alta relação resistência/peso, excelente resistência à corrosão em diversos meios e a alta biocompatibilidade, conforme Tomlin (2000). Estas propriedades fazem com que estas ligas sejam uma excelente alternativa para diversas aplicações, sendo freqüentemente utilizadas na produção de implantes cirúrgicos para a indústria médica.

A utilização do processo MIM para produção de componentes de titânio constitui uma alternativa competitiva quando comparado com outros processos convencionais de fabricação. A moldagem de pós por injeção é hoje uma das ferramentas de produção de peças de pequena seção e formas complexas em maior expansão. Componentes diversos como braquetes ortodônticos, ferramentas para medicina, jóias e carcaças de relógio são produzidas por este processo.

Este processo requer uma carga injetável (feedstock), que é produzida pela mistura de pó metálico com um sistema aglutinante (binder) composto normalmente por ceras e polímeros. Este sistema aglutinante deve conter o menor teor de carbono possível, para que não haja contaminação do titânio após sinterização.

Este trabalho teve como foco inicial o estudo do processo aplicado em implantes odontológicos. Implantes odontológicos endoósseos de titânio possuem uma porosidade intrínscica quando produzidos pelo processo de Moldagem de Pós Metálicos por Injeção (MIM). Essa porosidade reduz o módulo de elasticidade dos componentes metálicos de titânio tornando-o mais próximo do módulo de elasticidade dos ossos humanos. O estudo visa analisar o procedimento de fabricação e caracterizar preliminarmente os componentes quanto à resistência mecânica obtida.

### 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

In the order to obtain the desired properties of titanium and its alloys low contamination by carbon, oxygen and nitrogen has to be maintained, conforme Zwicker (1974). In literature samples showed good mechanical strength but low ductility, possibly because of relatively high carbon contents which may be deducted from the TiC-particles

visible in the micrographs, conforme Ameyama (1989). Hartwig (1994) realizou experimentos com quatro diferentes binders, vistos na Tab. (1).

**Tabela 1. Binders used by Hartwig for titanium – MIM, Hartwig (1994).**

Binder	Composição
1	69% paraffin, 1% stearic acid, 10% carnaúba wax e 20% EVA
2	80% paraffin, 10% stearic acid e 10% PEAD
3	82.5% paraffin, 12.5% stearic acid e 5% PEAD
4	53% phthalates e 47% PMMA

Hartwig discute que a grande causa da contaminação de carbono nas peças sinterizadas seja devido ao “binders”. Este utilizou os mesmos parâmetros do processo para todos “binders” como: a geometria cilíndrica de 30mm de diâmetro por 5mm de altura, os 5°C/min na extração térmica e sinterização (temperaturas de extração referentes a cada componente), os tempos de extração e o tempo de mistura com o pó de titânio.

Hartwig conclui que o binder 2 conduz a resultados satisfatórios, visto que deve-se considerar outros fatores como a contaminação por oxigênio.

Do ponto de vista termodinâmico, o titânio e suas ligas formam óxidos e carbetos muito estáveis, os quais não podem ser reduzidos à forma metálica por tratamento termoquímico. Durante o processamento o teor residual de carbono oriundo da degradação incompleta do polímero, difunde-se para a matriz formando uma solução sólida intersticial com titânio provocando perda da ductilidade do material.

### 3. ANALISE EXPERIMENTAL

#### 3.1. Matéria-Prima

A matéria-prima utilizada neste trabalho é o hidreto de titânio ( $TiH_2$ ). Para sua produção partiu-se de sucata de titânio, empregando-se o processo de Hidretação – Dehidretação (HDH), Schwanke (2000). O processo HDH consiste na fragilização do material metálico por ação de hidrogênio intersticial, formando hidretos de titânio altamente frágeis, os quais são facilmente cominuídos em moinhos de baixa energia. Neste processo o hidrogênio é adicionado ao titânio através da colocação da sucata de titânio em um meio com atmosfera de hidrogênio e alto vácuo, Eliezer (2000). Usa-se hidrogênio como elemento de liga temporário em metalurgia do pó permitindo uma produção de pós de alta qualidade pelo método de HDH. Na Figura (1) pode-se observar o forno utilizado para confecção do pó de hidreto de titânio.



**Figura 1. Forno de HDH do Laboratório de Transformação Mecânica.**

Um pó metálico com baixa granulometria, em torno de 4 $\mu$ m, apresentará um excelente acabamento superficial, conforme Milke (2004). Como o objetivo deste trabalho é a obtenção de poros na superfície do componente para a ocorrência da osseointegração, a granulometria do pó de hidreto de titânio utilizada nesse trabalho teve um tamanho de grão entre 27 e 35 $\mu$ m.

#### 3.2. Produção do Feedstock

O processo de moldagem requer uma carga injetável (*feedstock*), que é produzida pela mistura de pó metálico de hidreto de titânio com um sistema aglutinante (*binder*) composto por cera, lubrificante e polímero. O *binder* é um veículo de transporte do pó para compactação homogênea em uma forma desejada, unindo temporariamente as

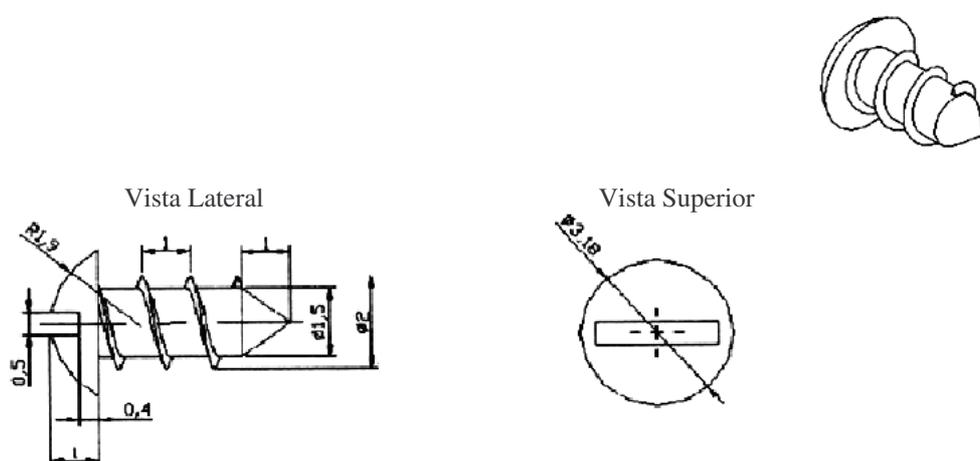
partículas até o início da sinterização, onde a peça obterá suas características finais. A composição do feedstock empregado pode ser observada na Tab. (2).

**Tabela 2. Composição do feedstock.**

Componente	Proporção (%)
Hidreto de titânio	85,00
Polipropileno	5,25
Acido Esteárico	0,45
Parafina	9,30
Total	100,00

### 3.3. Geometria do componente em estudo

Tendo em vista a gama de utilidades de componentes injetados, foram confeccionados parafusos para implantes odontológicos. As dimensões do parafuso podem ser vistas na Fig. (2). A decisão de produzir componentes em forma de parafusos visou a sua introdução em ossos para avaliação da biocompatibilidade, Wang (2005).



**Figura 2. Geometria do componente a ser fabricado.**

### 3.4. Processo de Moldagem

A etapa de moldagem por injeção foi realizada utilizando uma injetora de altas pressões marca ARBURG® ALLROUNDER 220S, com o *feedstock* produzido no Laboratório de Transformação Mecânica. O processo de injeção foi realizado observando-se os parâmetros apresentados na Tab. (3).

**Tabela 3. Parâmetros de injeção.**

Parâmetros	Grandeza
Pressão	150MPa
Pressão de Recalque	120MPa
Contra – Pressão	0MPa
Fluxo de dosagem	15cm <sup>3</sup> /s
Fluxo	35cm <sup>3</sup> /s
Tempo Resfriamento	15s
Temperatura de injeção	170°C
Temperatura do molde	150°C

Para conseguir alcançar a forma de parafusos coloca-se um inserto na matriz principal da injetora. Este inserto pode ser visto na Fig. (3).

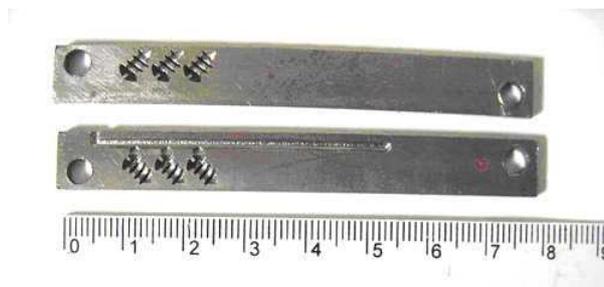


Figura 3. Foto do inserto com geometria de parafuso.

### 3.5. Debinding e Sinterização

A remoção do sistema aglutinante normalmente é realizada em duas etapas, conforme German. A primeira etapa é a extração química das ceras via solvente e a segunda etapa é a extração térmica dos polímeros em uma atmosfera controlada de Argônio 5.0.

#### 3.5.1. Extração Química

Uma etapa crítica do MIM é a remoção dos aglutinantes através de solventes orgânicos condensados. Esta se dá através da imersão das peças verdes em um fluido que dissolve as ceras do sistema aglutinante, na qual estas volatilizam com o fluido abrindo poros na estrutura para a subseqüentemente extração por evaporação dos polímeros.

Quando um injetado é colocado em um solvente líquido ou exposto ao seu vapor, o componente solúvel do sistema aglutinante egressa do injetado por difusão através de uma solução aglutinante-solvente. A difusividade do aglutinante depende da mobilidade molecular do solvente, que geralmente, é maior em altas temperaturas e para menores moléculas de solvente.

A retirada de aglutinantes na fase de extração química foi realizada com o solvente hexano a 60°C em Banho Termostático, pois a temperatura de ebulição do hexano é 69°C e causaria defeitos nas peças, obtendo um percentual de perda de massa da peça de 10 %.

#### 3.5.2. Extração Térmica e Sinterização

A curva de extração térmica de aglutinantes leva em consideração as temperaturas de degradação térmica dos polímeros baseada na curva “análise termogravimétrica (TGA)”. No mesmo ciclo da extração térmica é realizada a sinterização das peças. A sinterização é o resultado do movimento atômico estimulado por altas temperaturas, na qual os processos de difusão são geralmente dominantes nessa etapa. Na sinterização a peça definirá suas características finais, tais como resistência mecânica, dureza, porosidade, resistência à corrosão, tensão de escoamento, entre outras.

Observa-se na Fig. (4), a curva de extração térmica e sinterização, respectivamente, onde o patamar de 432°C esta considerando a extração do polipropileno (PP). O patamar de 500°C leva em consideração o procedimento de desidratação do titânio. E as temperaturas acima de 500°C estão relacionadas com a sinterização (700°C pré-sinterização e 1300°C sinterização). A taxa de aquecimento imposta ao ciclo é 2°C/min, e cada patamar dura uma hora perfazendo um total de aproximadamente 15 horas, sem considerar o tempo de resfriamento da peça dentro do forno (em torno de 6 horas).

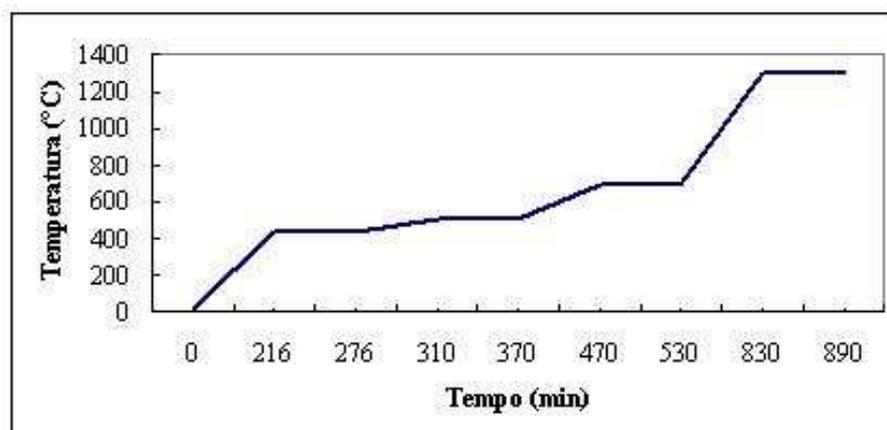


Figura 4. Curva de extração térmica e sinterização.

#### 4. RESULTADO E DISCUSSÕES

Inicialmente mostra-se na Fig. (5) o parafuso cortical sinterizado obtido neste trabalho.

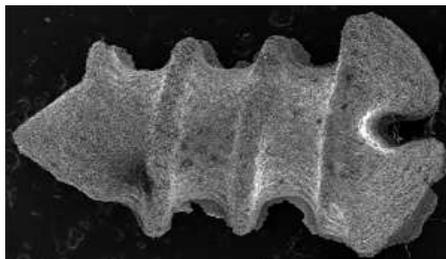


Figura 5. Parafuso cortical de titânio. Aumento 23X.

Para avaliação dos resultados realizaram-se ensaios metalográficos, microdureza e ensaio de compressão.

##### 4.1. Análise Metalográfica

Na análise metalográfica foi analisado a porosidade dos parafusos. A porosidade varia com a distância da superfície no parafuso.

Na Figura (6.a) pode-se observar a microestrutura no centro do corpo do parafuso e na Fig. (6.b) a microestrutura próxima a superfície do parafuso. A região central do parafuso deve apresentar pouca porosidade, pois esta é a grande responsável pela resistência mecânica do componente. Já a superfície externa como a rosca deve apresentar grande porosidade, visto que nessa região ocorre a osseointegração.

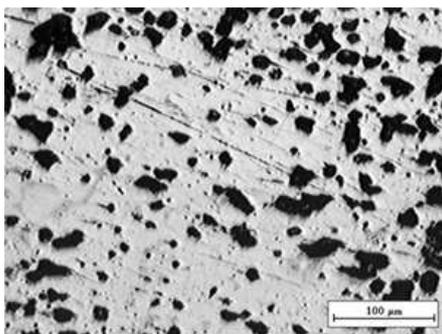


Figura 6.a. Foto do centro do parafuso. 100x.

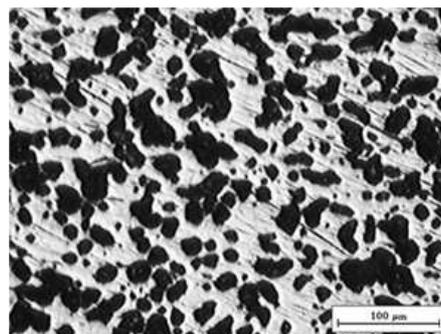


Figura 6.b. Foto da superfície do parafuso. 100x.

Partindo-se que a densidade do titânio é  $4,5\text{g/cm}^3$ , conforme Medeiros (2005), foram realizados os ensaios de porosidades em 5 corpos de prova com a geometria de parafuso. Dentro das variáveis medidas tem-se a massa e o volume para a obtenção da densidade do corpo sinterizado e conseqüentemente a porosidade do material fabricado, no qual estes dados são expressos na Tab. (4).

Tabela 4. Porosidade obtida nas peças de titânio sinterizado.

Amostra	Massa (g)	Volume (cm <sup>3</sup> )	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Porosidade (%)
1	0,0449	0,0105	4,2762	4,97
2	0,0410	0,0095	4,3158	4,09
3	0,0388	0,0091	4,2637	5,25
4	0,0407	0,0097	4,1959	6,76
5	0,0445	0,0100	4,4500	1,11
Média	0,0420	0,0098	4,3003	4,44

A porosidade alcançada encontra-se em torno dos 5% na qual é a considerável satisfatória para que o parafuso tenha uma boa osseointegração.

##### 4.2. Ensaio de Microdureza

As medidas de microdureza Vickers foram realizadas num microduremetro marca Struers com carga de 500g, conforme Galio (2003). Para tal ensaio foram utilizados três corpos de prova com a geometria de parafusos, onde os

resultados são expressos por um perfil de dureza média, observado na Fig. (7). Este perfil é obtido através de um corte radial no parafuso e os pontos de coleta de dados tiveram como referência "0" o centro do parafuso na sua região mediana.

Nas amostras oriundas do processo de MIM o feedstock que origina a carga de moldagem utiliza componentes orgânicos que possuem oxigênio e carbono em sua composição química, portanto uma faixa de decremento da dureza, neste caso, é justificável, pois durante o processo de extração há possibilidade do oxigênio difundir-se nas partículas de pó de hidreto de titânio.

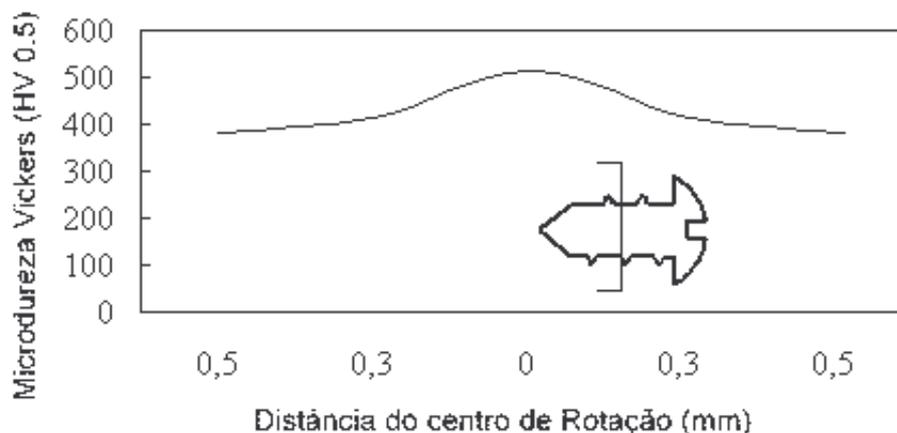


Figura 7. Ensaio de dureza realizados em parafusos corticais, à partir do centro do parafuso, como mostra o desenho esquemático (incluso no gráfico).

#### 4.3. Ensaio de Compressão

Os resultados do ensaio de compressão são mostrados na curva tensão versus deformação. Para sua elaboração desta curva foi realizada uma média entre as curvas levantadas de 5 corpos de prova. Através dos dados adquiridos no ensaio como a força e o deslocamento consegue-se elaborar a curva média tensão x deformação, conforme Fig. (8).

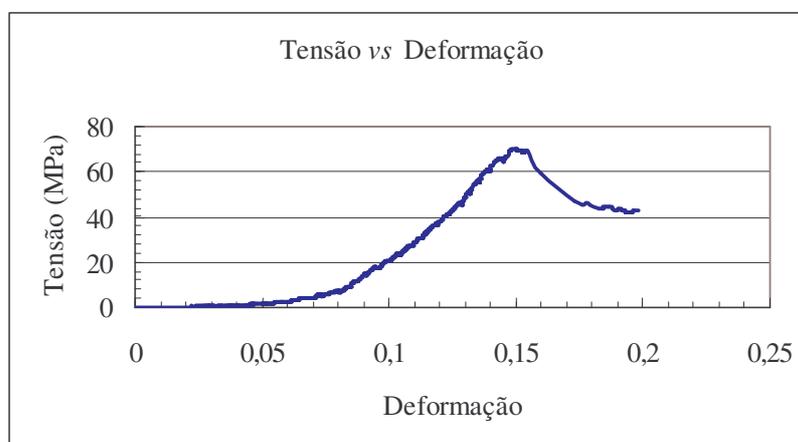


Figura 8. Resultado do ensaio de compressão.

A tensão de ruptura do material alcançou aproximadamente 70MPa, enquanto seu módulo de elasticidade que foi estimado em aproximadamente 184GPa. Eric Niberg, et al encontraram valores menores para o módulo de elasticidade, entretanto utilizaram diferentes tipos de binders e lubrificantes para realização da manufatura e avaliação da peça, respectivamente. A variação da velocidade de compressão acarreta uma variação da resistência mecânica, variando assim o módulo de elasticidade. Este valor elevado do módulo de elasticidade pode-se considerar devido a velocidade de compressão mais elevada, em virtude do material sinterizado reduzir sua ductilidade, quantificado por TiBRASIL (2005), e que o titânio sinterizado contendo porosidade comporta-se como um material frágil.

Suzuki (1998) sugere que é possível, através da dureza da camada oxidada para amostras sinterizadas, estimar o conteúdo de oxigênio contido, utilizando a Eq. (1) mostrada abaixo, onde Hv é o valor da dureza em Vickers (Hv entre 343 e 600).

$$[\text{percentual em peso de O}] = 9,6 \cdot 10^{-3} \text{Hv} - 3,10 \pm 0,10 \quad (1)$$

Utilizando-se desta equação para calcular o valor percentual de oxigênio (considerando que a dureza é devida apenas ao oxigênio) e aplicando os valores de microdureza de 350HV, encontramos o valor calculado de  $0,26 \pm 0,10\%$  em peso de oxigênio.

## 5. CONCLUSÕES

Conclui-se com este trabalho que é possível a confecção de Parafusos Corticais com a tecnologia produzida no Laboratório de Transformações Mecânicas. Embora ainda em estudo o ensaio de biocompatibilidade deste processo acredita-se que pelo simples fato de confeccionar aqui tais componentes, já se tenha uma redução de custos do mesmo.

## 6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq pelo financiamento do material. Ao Eng. Dr. Eduardo Cristiano Milke pelo auxílio e apoio no desenvolvimento do trabalho.

## 7. REFERÊNCIAS

- Ameyama, K. and Kaneko, Y., 1989, "Advances in Powder Metallurgy", Powder Metallurgy Conference 1989, San Diego 11-14 September 1989, (MPIF, APMI), Volume 3, pp. 121-126.
- Eliezer, D.; Elias, N.; Senkov, O. N. and Froes F. H.; 2005, Positive effects of hydrogen in metals; materials Science and Engineering A; Vol. 280; issue 1; p. 220-224; Parmatech Corp.; Petaluma; CA.
- Eric Niberg, Megan Miller, Kevin Simmons, K. Scott Weil, 2005, Microstructure and mechanical properties of titanium components fabricates by a new power injection molding technique; Materials Science and Engineering C; Vol. 25; p. 336-342.
- Galio, A.F., 2003, Produção de Implantes de Titânio, via Moldagem por Injeção de Pós de Hidreto de Titânio. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul.
- German, R. M., Injection molding of Metals and Ceramics. Editora MPIF.
- Hartwi, Th.; Veltl, G.; and Kunze D.; 1994, Investigation of Binders for MIM of titanium. Congrès Mondial de Métallurgie des Poudres; Paris; Vol.II; Société Française de Métallurgie et de Matériaux; France; (6-9) jun 1994).
- Medeiros, M. A., 2005, <http://www.quiprocura.net/elementos/titanio.htm>. (visitado em 16/11/2005)
- Milke, E. C., 2004, Estudo da Obtenção de Peças com Paredes Finas e Micropeças através da Moldagem de Pós de Aço Inoxidável 316-L por Injeção. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul.
- Schwanke, 2000, C. M. Obtenção de Titânio e suas Ligas particuladas pelo processo Hidretação-Dehidretação. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul.
- Suzuki, k-I; 1998, The high-Quality Precision Casting of titanium alloys; JOM; vol 50; 9; p. 20-23.
- TiBRASIL, 1998. Site: <http://www.titanium.com.br/caracter.htm>. (visitado em 14/11/2005).
- Tomlin T. A., 2000, Metal Injection Molding: Medical Applications; The Int. J. of Power Metallurgy, 36 N° 3, 53-57.
- Wang, X.-X., Xei, L. and Wang, R., 2005, Biological fabrication of nacreous coating on titanium dental implant. Biomaterials. Vol. 26. Pp. 6229-6232.
- Zwicker, U., 1974, Titan und Titanlegierungen (Springer Verlag, Berlin; Heidelberg, New York) pp. 220-221.

## 8. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído nesse trabalho.

## PRODUCTION OF TITANIUM PARTS BY POWDER METAL INJECTION MOLDING (MIM)

Fabio Andre Lora, lora@cimatec.fieb.org.br<sup>1</sup>  
Charles Chemale Yurgel, chemale@cimatec.fieb.org.br<sup>1</sup>  
Lirio Schaeffer, Schaefer@ufrgs.br<sup>2</sup>

<sup>1</sup>SENAI CIMATEC, Orlando Gomes Avenue, 1845 – Piatã – ZIP 41650-010 – Salvador – BA – BR

<sup>2</sup>UFRGS-LdTM, Bento Gonçalves Avenue, 9500 – Agronômica – ZIP 91501-970 – Porto Alegre – RS – BR

**Abstract.** *This paper has as objective to obtain and study components of titanium through manufacturing process for Metal Injection Molding (MIM). Initially it was manufactured small-sized sintered titanium screws for orthodontic implants as geometry of study. The titanium hydride powder used was obtained by Hydrided-Dehydride (HDH) process, developed at the Metal Forming Laboratory (LdTM) of the Universidade Federal of Rio Grande do Sul (UFRGS). In this study, the powder if the titanium hydride is mixed to a binder system to obtain a feedstock, which was injected in high pressures (150MPa). To manufacture these work-pieces, a sintering temperature of 1300°C was used. In the order to evaluate the manufacturing process, it was carried out metallographic test (maximum porosity the parts with 5%), the microhardness compression (hardness in rotate central the parts more the 500HV), and compression test (Rupture tensile equal 70MPa).*

**Keywords:** titanium, powder injection molding, porosity, microhardness and compression test.