

# **IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO EM PLASMA DE LIGAS Ti-Si-B**

**RELATÓRIO DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA  
(PIBIC/CNPq/INPE)**

**Guilherme de Oliveira (ETEP Faculdades, Bolsista PIBIC/CNPq)**  
**guilherme@etep.edu.br**

**Dr. Bruno Bacci Fernandes (LAP/INPE, Orientador)**  
**brunobacci@yahoo.com.br**

**INPE**  
**São José dos Campos**  
**2011**

## SUMÁRIO

### CONTEÚDO

<b>RESUMO .....</b>	<b>3</b>
<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>4</b>
1.1 Objetivo .....	4
<b>2. MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>5</b>
<b>3. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>7</b>
<b>4. CONCLUSÕES.....</b>	<b>10</b>
<b>5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>10</b>

## Lista de figuras

Figura 2.1 Câmara FONPLA, processo 3IP de alta temperatura.....	6
Figura 3.1 Imagem obtida por MEV das ligas (a) Ti-16Si-4B e (b) Ti-7,5Si-22,5B .....	7
Figura 3.2 Coeficiente de atrito das ligas Ti-Si-B. ....	8
Figura 3.3 Difractogramas das ligas Ti-Si-B sinterizadas.....	8
Figura 3.4 Medidas de <i>AFM</i> das ligas (a) Ti-16Si-4B; (b) Ti-18Si-6B e (c) Ti-7,5Si-22,5B .....	9

## Lista de tabelas

Tabela 1 Condições de prensagem a quente.....	5
---	---

## RESUMO

O presente relatório é relacionado ao estudo de ligas do sistema Ti-Si-B preparadas por moagem de alta energia e sinterização. As ligas de titânio têm despertado grande interesse tecnológico já que possui boas propriedades mecânicas e excelente resistência à corrosão. No entanto, as ligas de titânio mais utilizadas apresentam baixo desempenho tribológico. Este trabalho busca a melhoria de algumas propriedades tribológicas destas ligas de titânio a partir da produção de ligas multifásicas do sistema Ti-Si-B e de tratamento superficial via implantação iônica por imersão em plasma de alta temperatura (800°C). As ligas de diferentes composições foram obtidas através de técnicas de metalurgia do pó: moagem de alta energia, compactação e prensagem a quente. Foram adotados procedimentos convencionais de metalografia, como embutimento, lixamento e polimento. As superfícies das amostras foram caracterizadas usando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS), Difração de Raios-X (DRX) e Microscopia de Força Atômica (AFM). Em seguida, foram realizados ensaios de desgaste do tipo *pin-on-disk* para avaliar o coeficiente de atrito e os mecanismos de desgaste em cada amostra. Os resultados apontaram uma redução significativa do coeficiente de atrito e da taxa de desgaste em todas amostras tratadas por imersão em plasma.

**Palavras-Chave:** *Moagem de alta energia, implantação iônica por imersão em plasma de alta energia, tribologia, coeficiente de atrito.*

## 1. INTRODUÇÃO

Titânio e suas ligas são amplamente utilizados na indústria aeroespacial e automotiva, em estruturas marítimas e equipamentos biomédicos. Em aplicações médicas, algumas dessas ligas oferecem alta resistência e excelente resistência à corrosão para uso em aplicações ortopédicas e ortodônticas. O alto custo de tais ligas restringe aplicações em algumas áreas. Assim, novos métodos vêm sendo investigados para reduzir os custos de produção destas ligas, e.g. metalurgia do pó (MP). A MP é simples e economicamente viável quando comparada à técnica de fusão a arco. Contaminação pode ocorrer na moagem por incorporação de partículas a partir das ferramentas de moagem e do ar, o que geralmente aumenta a dureza e modifica a termodinâmica das fases.

A liga Ti-6Al-4V que é bastante utilizada há algum tempo tem uma temperatura máxima de trabalho de 500°C e pobres propriedades tribológicas. Várias ligas têm sido investigadas a fim de serem aplicadas em temperaturas mais altas, e dentre tais ligas estão as do sistema Ti-Si-B, que apresentam melhores propriedades de desgaste e temperaturas de trabalho superiores. Diferentes tecnologias de revestimento como a introdução de elementos de liga em revestimentos baseados em boretos de metais de transição têm sido estudadas para melhorar a resistência ao desgaste de ligas. O silício também diminui a rugosidade superficial e aumenta a resistência elétrica e dureza, enquanto o nitrogênio proporciona alta dureza. Filmes de Ti-BN mostram um menor coeficiente de atrito e são mais resistentes a corrosão que o TiN.

### 1.1 Objetivo

Este trabalho teve como objetivo a caracterização físico-química de ligas de Ti-Si-B obtidas a partir de pó. Outro objetivo é o de criar uma possibilidade de eliminação da fusão a arco para a produção de ligas Ti-Si-B.

A finalidade da implantação de íons de nitrogênio na superfície destes materiais é de melhorar suas propriedades físico-químicas e estudar outras possibilidades desta técnica.

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

Pós elementares de alta pureza foram usados neste trabalho para preparar as misturas Ti-7,5Si-22,5B, Ti-16Si-4B e Ti-18Si-6B. Os pós foram manipulados sob atmosfera de argônio em uma *glove box*. O processo de moagem foi realizado a temperatura ambiente em um moinho de bolas planetário Fritsch sob atmosfera de argônio com velocidade de rotação de 300 rpm, relação de massa esferas-pós de 10:1 e vasos/esferas de aço inoxidável (225 mL). Todas as composições foram moídas por uma hora em meio seco e com interrupções de 1 minuto em cada 10 minutos de moagem. A mistura com mais boro foi processada por 20 minutos em álcool isopropílico. Tal solução foi filtrada e os pós foram secos com uma lâmpada incandescente.

Os pós foram mecanicamente ligados por prensagem uniaxial durante 2 minutos a 110 MPa e isostaticamente com 300 MPa, as duas operações em temperatura ambiente. Esses pós verdes foram prensados a quente sob atmosfera de argônio a 30 MPa e com as condições descritas na Tabela 1.

**Tabela 1 Condições da prensagem a quente.**

Condição da prensagem a quente	Temperatura [°C]	Taxa de aquecimento [°C/min]	Tempo de permanência no patamar [min]	Composição das amostras
(1)	1030	20	20	Ti-18Si-6B(1); Ti-7,5Si-22,5B and Ti-16Si-4B
(2)	900	20	40	Ti-18Si-6B(2)

A liga Ti-18Si-6B também foi sinterizada sob vácuo após prensagem a quente. Taxa de aquecimento de 20°C/ minuto foi aplicada para atingir a temperatura de sinterização de 1200°C por 30 minutos. As amostras foram polidas com lixas SiC e posteriormente com panos contendo suspensão de sílica coloidal.

Medidas de DRX foram obtidas por um difratômetro no modo padrão  $2\theta$ . As estruturas das amostras foram caracterizadas usando MEV, onde a análise de composição foi realizada por EDS. A morfologia da superfície das amostras foram analisadas por AFM. Testes de atrito foram realizados utilizando um tribômetro tipo *pin-on-disc* em deslizamento unidirecional. O pino foi uma esfera de 3 mm de diâmetro de alumina, a carga e velocidade de deslizamento de 1 N e 5 cm/s, respectivamente. A dureza foi medida usando um dispositivo de microdureza Vickers com 200 gf de carga.

A Figura 2.1 mostra a câmara de tratamento 3IP de alta temperatura onde foi realizado o tratamento em uma amostra de cada liga. As amostras de Ti-Si-B foram suportadas por um arame de aço inoxidável que desempenha o papel do anodo de descarga.

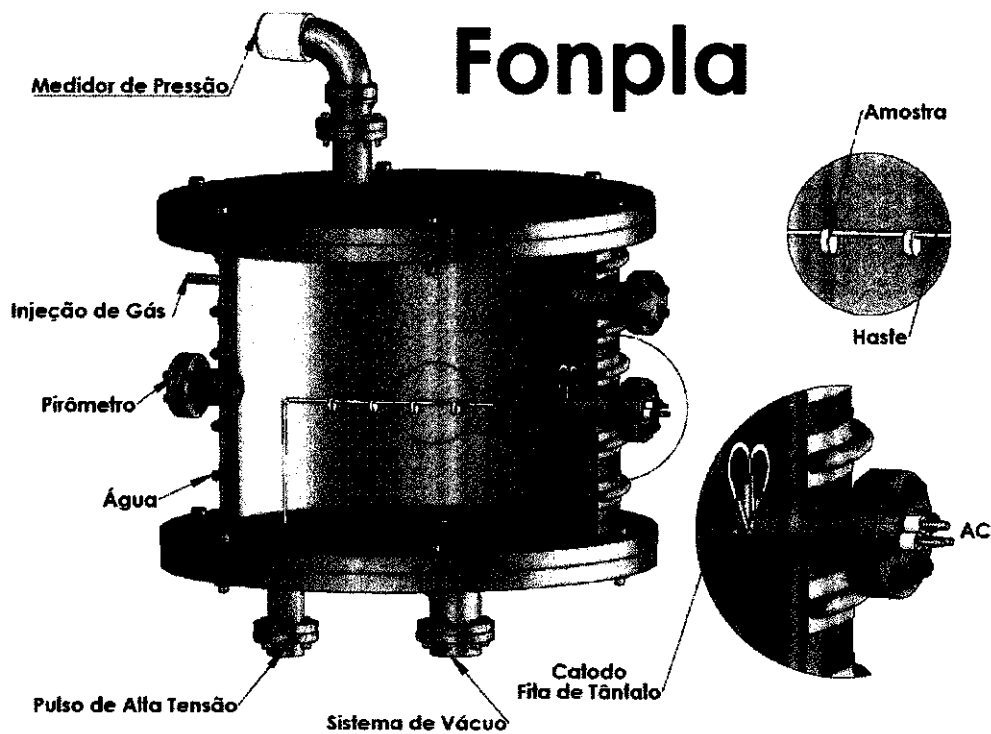


Figura 2.1 - Câmara FONPLA, processo 3IP de alta temperatura.



### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Conforme mostrado na Figura 3.1 a fase Tiss é a mais brilhante e é obviamente, localizada em regiões de grãos provenientes de áreas externas das partículas. Tal fase contém cerca de 7% de ferro, 1% de silício, 2% de níquel e 1% de cromo (concentração atômica). A análise de EDS também indicou que o  $\alpha$ -Ti e fases TiB dissolveram cerca de 2% (concentração atômica) de silício. A fase cinza escuro corresponde as fases intermetálicas,  $Ti_5Si_3$  e  $Ti_6Si_2B$ , que têm uma ligeira diferença de peso atômico e dificulta sua identificação. As composições e as outras ligas Ti-18Si-6B(2) antes da sinterização tem microestruturas semelhantes.

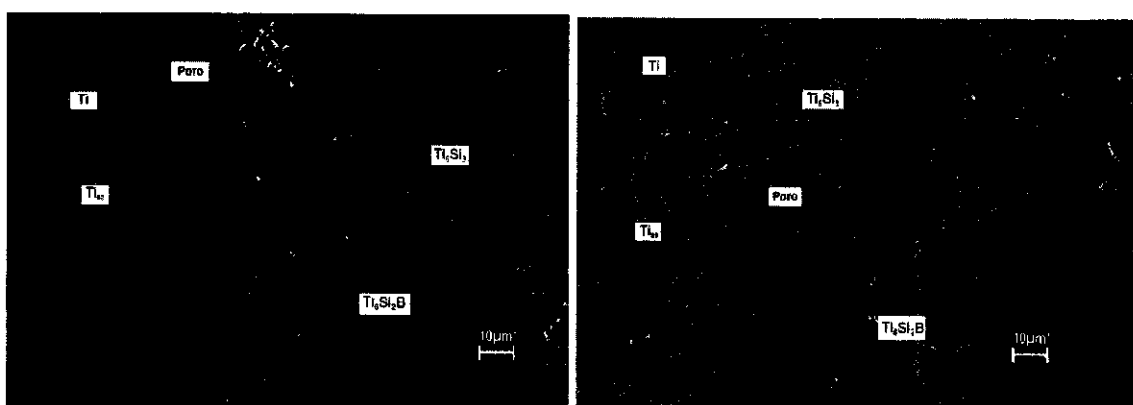


Figura 3.1 - Imagem obtida por MEV das ligas (a) Ti-16Si-4B e (b) Ti-7,5Si-22,5B.

Com os dados obtidos com o tribômetro, foi calculada taxa de desgaste para cada liga usando a norma ASTM-G99. A Figura 3.2 mostra as curvas do coeficiente de atrito (CoF) em função no número de revoluções do tribômetro para as ligas Ti-Si-B. A amostra Ti-7,5Si-22,5B resultou no menor CoF (em torno de 0,7) e na menor taxa de desgaste (cerca de 0,2 mm<sup>3</sup>/N.m), e apresentou apenas o desgaste abrasivo. A amostra rica em silício tem CoF acima de 1,0 no pior dos casos e os valores de desgaste alcançam a taxa de 0,7 mm<sup>3</sup>/N.m. Esta última amostra, mostra mecanismos de desgaste abrasivo e adesivo.

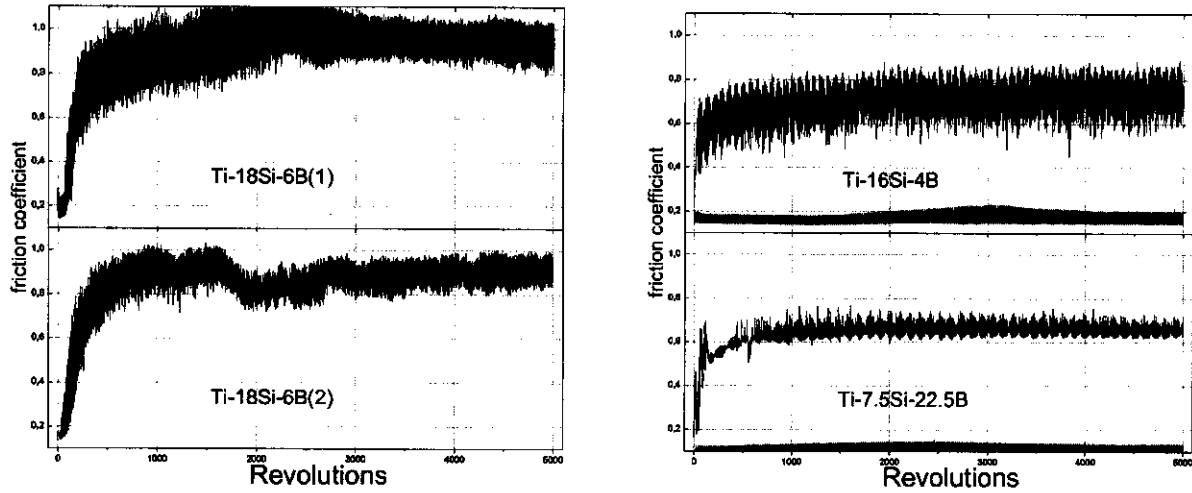


Figura 3.2 - Coeficiente de atrito das ligas Ti-Si-B.

Padrões de DRX da região principal de pós de Ti-Si-B sinterizados são apresentados na Figura 3.3. Verificou-se que todas as ligas são compostas basicamente por cinco fases:  $\alpha$ -titânio,  $Ti_6Si_2B$ ,  $Ti_5Si_3$ ,  $TiB$  e  $Ti_3Si$ . As ligas Ti-16Si-4B e Ti-18Si-6B apresentam quase todas as fases desejadas, mas algumas delas como  $Ti_3Si$  e  $TiB$  são encontrados devido à relativa baixa temperatura da prensagem a quente ( $1030^\circ C$ ) e à contaminação.

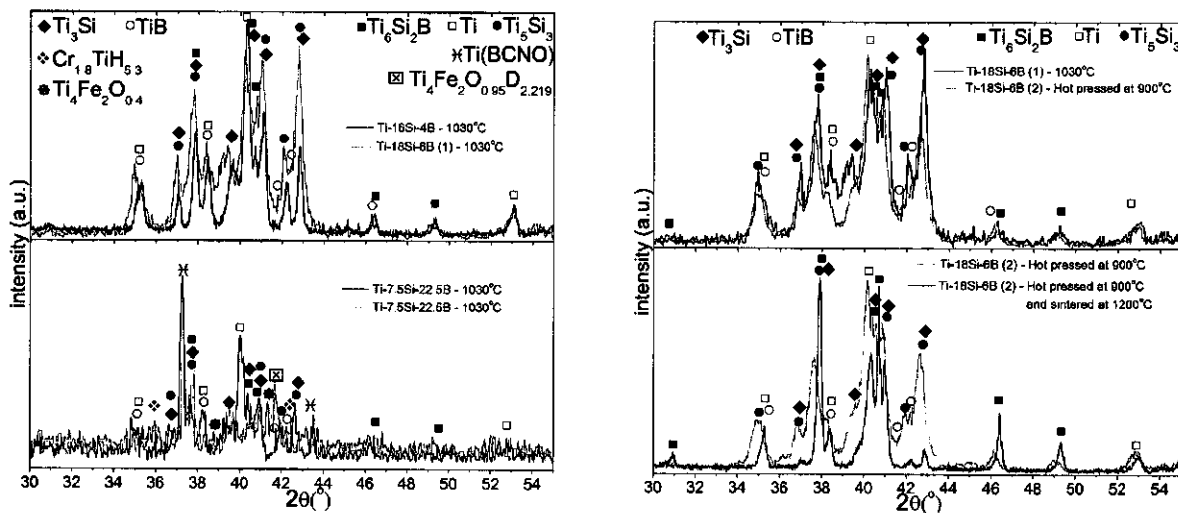


Figura 3.3 - Difratomogramas das ligas Ti-Si-B sinterizadas.

A formação de TiB na liga Ti-7,5Si-22,5B também pode ser prejudicada, porque as mesmas razões além do curto tempo de moagem. Os resultados para a liga rica em boro sugerem que as outras fases são formadas, tais como óxidos ou hidretos, que acontecem devido a maior contaminação do álcool isopropílico.

Através da técnica de *AFM*, obteve-se a topografia da superfície das amostras tratadas de acordo com o processo 3IP de alta temperatura, que são apresentadas na Figura 3.4.

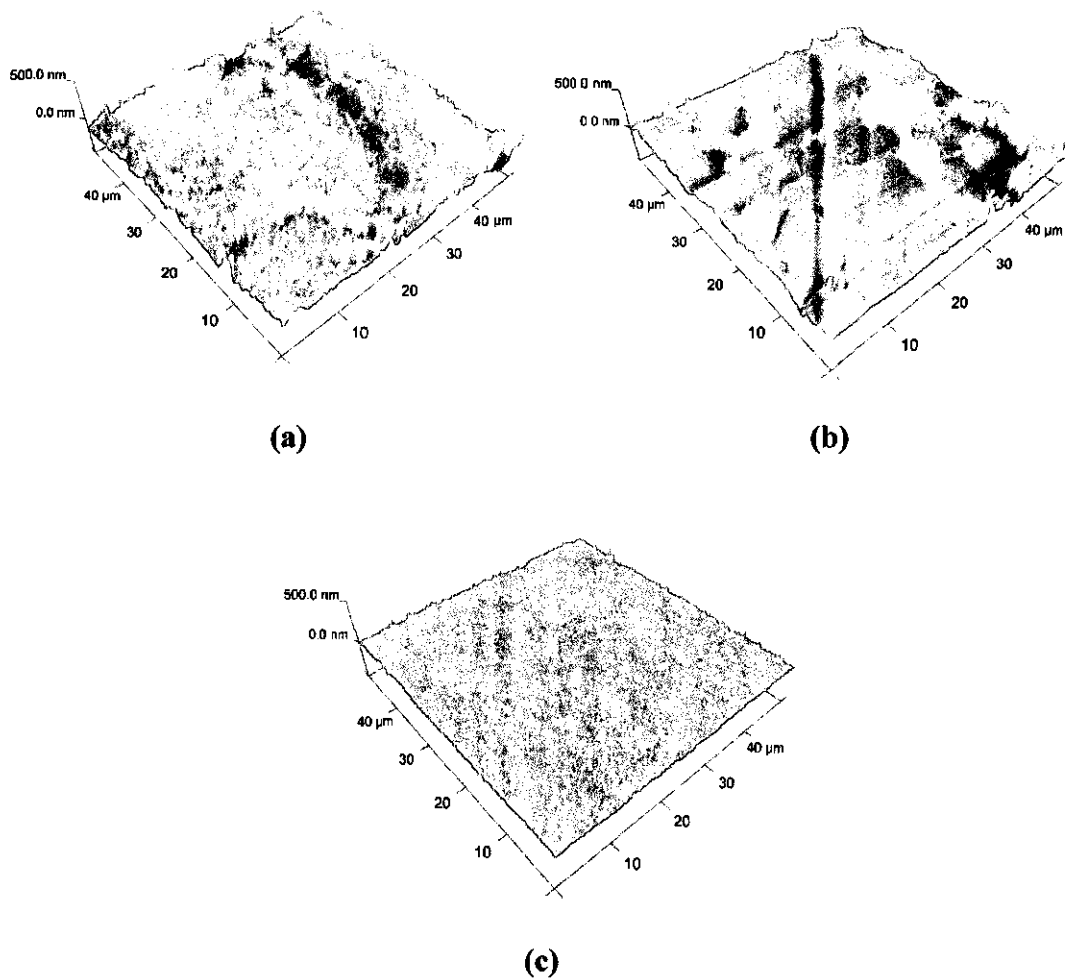


Figura 3.4 – Medidas de *AFM* das ligas (a) Ti-16Si-4B; (b) Ti-18Si-6B e (c) Ti-7,5Si-22,5B.

#### 4. CONCLUSÕES

A investigação de DRX e MEV revelaram que a moagem de alta energia com a prensagem a quente sob atmosfera de argônio e temperatura relativamente baixa (em torno de 1000°C) formam estruturas multifásicas em todas as composições. No entanto, uma sinterização subsequente em uma temperatura mais alta (1200°C) pode alterá-las para estruturas quase trifásicas.

A desvantagem de ligas de titânio é sua pobre característica tribológica, o que foi superado pela produção de uma estrutura com intermetálicos, como por exemplo o TiB.

Testes de resistência ao desgaste tipo *pin-on-disc* comprovaram o aumento da resistência ao desgaste (coeficientes de atrito e taxas de desgaste menores) da amostra de Ti-7,5Si-22,5B. O coeficiente de atrito atingiu um valor estável de cerca de 0,7 e a taxa de desgaste foi cerca de 0,2 mm<sup>3</sup>/N.m.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CHIAVERINI, V. Metalurgia do pó: técnica e produtos. 4ª ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2001.

FERNANDES, B. B.; RAMOS, A. S.; NETO, C. M.; MELO, F. C. L.; FERNANDES, P. B.. Estudo das Ligas Ti-18Si-6B e Ti-7,5Si-22,5B Confeccionadas por Moagem de Alta Energia e Prensagem a Quente. In: 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 2007, Vitória, ES: 8p.

FERNANDES, B. B. Avaliação de propriedades físico-químicas de ligas Ti-Si-B produzidas por metalurgia do pó. 2010. 180f. Tese de Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica – Área de Física e Química dos Materiais Aeroespaciais – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

MINEIRO, S. L. Processamento e caracterização física e mecânica de cerâmicas de zircônia-ítria total e parcialmente nanoestruturadas. 2007. 196 p. (INPE – 15156-TDI/1288). Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2007. Disponível em: < <http://urlib.net/sid.inpe.br/mtc-m17@80/2007/12.07.12.32>> Acesso em: 06 de Agosto de 2010.

LUTJERING, G.; WILLIAMS, J. C.: Titanium: engineering materials and process (Spring, USA 2007).

LIU, Y.; CHEN, L. F.; TANG, H. P.; LIU, C. T.; LIU, B.; HANG, B. Y.: Mater. Sci. Eng. A Vol. 418 (2006), p. 25-35.

ANGELO, P. C.; SUBRAMANIAN, R.: Powder Metallurgy: science, technology and applications (PHI Learning Pvt. Ltd., India, 2008).

LAO, Y. M.; KUO, S. T.; TUAN, W. H.: Ceramics Int. Vol. 35 (2009), p. 1317-1320.

FERNANDES, B. B.; UEDA, M.; MELLO, C. B.; FERNANDES, P. B.; REUTHER, H.; RAMOS, A. S.: Intermetallics Vol. 19 (2011), p. 693-697.