

# **ENSAIOS DE COMPRESSÃO E CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DE LIGAS Ti-7,5Si-22,5B PRODUZIDAS POR METALURGIA DO PÓ E 3IP.**

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

Carla da Silva (UNIVAP – Universidade do Vale do Paraíba, Bolsista PIBIC/CNPq)

carla.sjc@gmail.com

Dr. Bruno Bacci Fernandes (LAP/INPE, Orientador)

brunobacci@yahoo.com.br

## **COLABORADORES**

Dr. Rogério Moraes Oliveira (LAP/INPE, Colaborador, rogerio@plasma.inpe.br)

Dr. Mario Ueda (LAP/INPE, Colaborador, ueda@plasma.inpe.br)

Dr. Carlos de Moura Neto (ITA, Colaborador, mneto@ita.br)

Dra. Karolina Pereira dos Santos Tonello (IPEN, Colaboradora, kptonello@ipen.br)

M.C. Vanderlei de Oliveira Gonçalves (ASA-E/DCTA, Colaborador,  
vanderleivog@iae.cta.br)

Prof. Dr. Alfeu Saraiva Ramos (UNIFAL, Colaborador, alfeu\_ramos@hotmail.com)

**Julho de 2013**

# **ENSAIOS DE COMPRESSÃO E CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DE LIGAS Ti-7,5Si-22,5B PRODUZIDAS POR METALURGIA DO PÓ E 3IP.**

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

Carla da Silva (UNIVAP – Universidade do Vale do Paraíba, Bolsista PIBIC/CNPq)

carla.sjc@gmail.com

Dr. Bruno Bacci Fernandes (LAP/INPE, Orientador)

brunobacci@yahoo.com.br

## **COLABORADORES**

Dr. Rogério Moraes Oliveira (LAP/INPE, Colaborador, rogerio@plasma.inpe.br)

Dr. Mario Ueda (LAP/INPE, Colaborador, ueda@plasma.inpe.br)

Dr. Carlos de Moura Neto (ITA, Colaborador, mneto@ita.br)

Dra. Karolina Pereira dos Santos Tonello (IPEN, Colaboradora, kptonello@ipen.br)

M.C. Vanderlei de Oliveira Gonçalves (ASA-E/DCTA, Colaborador,

vanderleivog@iae.cta.br)

Prof. Dr. Alfeu Saraiva Ramos (UNIFAL, Colaborador, alfeu\_ramos@hotmail.com)

**Julho de 2013**

## AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais pela oportunidade de estudos através do programa institucional de bolsa de iniciação científica do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq/PIBIC e também pela utilização de suas instalações e equipamentos.

Agradeço ao meu orientador Dr. Bruno Bacci Fernandes, por todo conhecimento passado e por toda a ajuda ao longo desse projeto.

Agradeço à todos que fazem do grupo do Laboratório Associado de Plasmas (LAP) pela ajuda e por todos os conhecimentos adquiridos através deles.

Agradeço ao chefe de laboratório Dr. Mário Ueda, ao Dr. Rogério de Moraes Oliveira pela implantação iônica por imersão em plasma e por toda a ajuda, ao M.C. Vanderlei de Oliveira Gonçalves e Milton Fernandes Garcia de Mello da subdivisão de ensaios estruturais ASA-E CTA pelos ensaios de compressão e pela colagem dos strain gages nas peças, ao João Bastista, a Dra. Elizabeth Elizabeth Godoy C. Salgado e ao Rogério Duque Gonçalves do AMR pelos ensaios de dureza Vickers e pelas imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), a Dra. Karolina Pereira dos Santos Tonello e a Prof. Dra. Ana Helena A. Bressiani do IPEN de São Paulo pela realização da prensagem isostática a quente de nossas ligas, à Dra. Lúcia Vieira Santos da UNIVAP pela ajuda na utilização do MEV, ao Prof. Dr. Alfeu Saraiva Ramos pela moagem de alta energia, ao Alberto Barbosa da Silva, Douglas Gonçalves da Silva Viana, Roberto Lobo Viana e Andreia M. A. Marques Benedito pelo suporte mecânico e pela produção do dispositivo para realizar o polimento em nossas amostras, aos coautores pela ajuda na correção e produção do artigo e a todos que me ajudaram diretamente ou indiretamente ao longo desse projeto.

Agradeço à FAPESP, número de processo 2011/00872-2

Agradeço a minha família e amigos pelo o apoio e compreensão.

Agradeço a Deus, pois tudo que sou e tenho devo a Ele.



# SUMÁRIO

## Conteúdo

<b>RESUMO</b> .....	<b>1.</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>2</b>
<b>1- INTRODUÇÃO</b> .....	<b>3</b>
<b>1.1- OBJETIVO</b> .....	<b>iv</b>
<b>2- MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>4</b>
<b>3- RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	<b>6</b>
<b>4-CONCLUSÃO</b> .....	<b>xv</b>
<b>5- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>xvi</b>

## Lista de figuras

Figura 3.1- Microscopia Eletrônica de Varredura antes do 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas	6
Figura 3.2- Microscopia Eletrônica de Varredura após o 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas	6
Figura 3.3 - Microscopia Eletrônica de Varredura antes do 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas.	7
Figura 3.4 - Microscopia Eletrônica de Varredura após o 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas.	7
Figura 3.5- Microscopia Eletrônica de Varredura antes do 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 1 hora.	7
Figura 3.6- Inserção dos pós realizada de uma só vez a partir de pós moídos por 10 horas.	8
Figura 3.7- Inserção dos pós realizada em quatro etapas amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas.	9
Figura 3.8- Rugosidade da face plana da liga de Ti-Si-B antes (a) e após (b) o 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas.	9
Figura 3.9- Rugosidade da face lateral da liga de Ti-Si-B antes (a) e após (b) o 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas.	9
Figura 3.10- Difractogramas de raios X das ligas de Ti-Si-B e de Ti-6Al-4V.	11
Figura 3.11 – Aspecto da liga Ti-7,5Si-22,5B após ruptura nos ensaios de compressão	11
Figura 3.12 – Curva Força x Deslocamento das ligas Ti-Si-B.	12

Figura 3.13 – Comportamento das ligas Ti-6Al-4V nos ensaios de compressão. ———13

Figura 3.14 – Curva Força x Deslocamento das ligas Ti-6Al-4V. —————13

Figura 3.15- Fractografia obtida por MEV da liga Ti-Si-B dos pós moídos por 1 hora. —————14

Figura 3.16 – Fractografia obtida por MEV da liga Ti-Si-B dos pós moídos por 10 horas. —————14

## **Lista de tabelas**

Tabela 1- Resultado da rugosidade da liga Ti-7,5Si-22,5B. \_\_\_\_\_ **10**

Tabela 2- Resultado da rugosidade da liga Ti-6Al-4V. \_\_\_\_\_ **10**



## RESUMO

As ligas de titânio têm atraído grande interesse tecnológico, uma vez que possuem boas propriedades mecânicas e excelente resistência à corrosão. O presente trabalho trata do estudo de propriedades físico-químicas da liga Ti-7,5Si-22,5B, preparada por moagem de alta energia, sinterização e implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio (3IP-N). As caracterizações foram realizadas utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de Raios X (DRX), perfilometria óptica e ensaios de compressão. Os resultados de DRX e MEV da liga Ti-7,5Si-22,5B sem tratamento evidenciam que a moagem de alta energia combinada com a prensagem a quente produz as seguintes fases:  $Ti\alpha$ ,  $Ti_6Si_2B$ ,  $Ti_3Si$ ,  $Ti_5Si_3$  e  $TiB$ . A liga Ti-6Al-4V foi utilizada como meio de comparação nos ensaios de compressão. Após o tratamento superficial por plasma, as análises de DRX evidenciaram a presença de nitretos na liga Ti-6Al-4V, o que não pôde ser verificado na liga Ti-7,5Si-22,5B por essa técnica de caracterização. Os picos de difração dos nitretos nesta liga são sutis, assim como os observados na liga Ti-6Al-4V. Pela análise por EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) é possível identificar a presença de nitrogênio em ambas ligas. A liga Ti-7,5Si-22,5B foi obtida com alta densificação e sua força de ruptura da atingiu cerca de 1875 MPa; que ocorreu devido à porosidade e escorregamento dos planos cristalinos. As fractografias da liga Ti-7,5Si-22,5B obtidas por MEV revelam que as rupturas ocorreram por fraturas transgranulares, intergranulares e por porosidade, o que depende do tempo de moagem.

**Palavras-Chave:** *Moagem de alta energia, implantação iônica por imersão em plasma, resistência à compressão.*

# COMPRESSION TESTS AND STRUCTURAL CHARACTERIZATION OF Ti-7.5Si-22.5B ALLOYS PRODUCED BY POWDER METALLURGY AND PIII.

## ABSTRACT

Titanium alloys have attracted high technological interest, since they have good mechanical properties and excellent corrosion resistance. The present work treats on study of physicochemical properties of the Ti-7.5Si-22.5B alloy, prepared by high energy ball milling, sintering and plasma immersion ion implantation (PIII). Characterizations were performed using scanning electron microscopy (SEM), X-ray Diffraction (XRD), optical profilometry and compression tests. XRD and SEM results of untreated Ti-7.5Si-22.5B alloy show that high energy ball milling combined with hot pressing produces the following phases:  $Ti\alpha$ ,  $Ti_6Si_2B$ ,  $Ti_3Si$ ,  $Ti_5Si_3$  and  $TiB$ . Ti-6Al-4V was used as a comparison in the compression tests. After plasma surface treatment, XRD analysis showed nitrides in Ti-6Al-4V, which is not verified in the Ti-7.5Si-22.5B alloy through this characterization technique. XRD peaks of nitrides in this alloy are subtle, like those observed in Ti-6Al-4V. Through EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) it is possible to identify the presence of nitrogen in both alloys. The Ti-7.5Si-22.5B alloy was obtained with high densification and its rupture strength reached around 2000 MPa, which occurred due to porosity and slip of crystal planes. Fractographies of the Ti-7.5Si-22.5B alloy showed that ruptures occurred through transgranular and intergranular fractures and porosity, which depends on the milling time.

**Keywords:** *High energy ball milling, plasma immersion ion implantation, compression strength*

## 1- INTRODUÇÃO

O titânio e suas ligas têm despertado grande interesse tecnológico por possuírem baixa massa específica e excelente resistência à corrosão, bem como boa resistência à oxidação e mecânica tanto em altas como em baixas temperaturas. Essas propriedades tornam estes materiais ideais para aplicação em diversas áreas da indústria onde a combinação dessas características é importante (RAMASESHAN et al., 1999; APPELI et al., 1998).

A criação de compósitos pode melhorar as propriedades dos materiais porque mantém propriedades inerentes de matrizes e outras são aperfeiçoadas pela adição de reforços. Vários métodos têm sido utilizados para a fabricação de compósitos de matriz de titânio, como fusão a arco (MABUCHI et al., 1991), prensagem isostática a quente (RAO et al., 2003; RAO et al., 2000), sinterização por plasma (COURET et al., 2008; MEI et al., 2002), sinterização reativa (ALMAN et al., 2005; ZHANG et al.; 2010; WANG et al., 2009), moagem de alta energia (TADDEI et al., 2004), etc.

O elevado custo das ligas de titânio limitam as aplicações em algumas áreas. Novas tecnologias vêm sendo estudadas a fim de reduzir tais custos, e a metalurgia do pó se destaca em razão da facilidade operacional, alta produtividade, elevada homogeneidade estrutural e por permitir a obtenção de peças com geometrias complexas e próximas às dimensões finais (MOODY et al., 1993). Porém, na metalurgia do pó existe uma grande dificuldade de eliminar defeitos como poros e contaminações, que podem causar deterioração significativa de algumas propriedades mecânicas dos materiais (SMUGERESKY et al., 1981; SCHAEFFER et al., 2001).

Os ensaios de compressão reproduzem as condições reais de processos de forjamento. Estes ensaios podem ser realizados a quente ou a frio, com velocidades de deformações constantes ou variáveis dependendo da aplicação do material a ser ensaiado (TIAN et al., 2000).

A implantação de íons por imersão em plasma (3IP) é uma técnica eficaz para modificação de superfície de diferentes tipos de materiais, e.g. semicondutores (MCKENZIE et al., 2004), polímeros (TIAN et al., 2000), metais (WEI et al., 2004) e ligas metálicas (TIAN et al., 2000). No caso de substratos metálicos, as produções de

camadas mais espessas são mais eficientes nas melhorias das propriedades superficiais (OLIVEIRA et al., 2010).

## **1.1- OBJETIVO**

Este trabalho tem como objetivo principal a caracterização físico-química da liga Ti-7,5Si-22,5B produzida por metalurgia do pó e da liga comercial Ti-6Al-4V. A liga comercial foi utilizada como meio de comparação nos ensaios de compressão. Pretende-se com esse trabalho, melhorar a resistência a compressão de tais ligas a partir da implantação superficial de íons de nitrogênio, além de explorar um novo método de fabricação para ligas de titânio.

## **2- MATERIAIS E MÉTODOS.**

Pós comerciais da Alfa Aesar de Ti, Si e B, foram utilizados para a preparação das ligas a partir da composição inicial Ti-7,5Si-22,5B (%-at.). O processo de moagem foi realizado em um moinho planetário Fritsch sob atmosfera de argônio, evitando assim contaminação atmosférica e ignição espontânea. Os vasos e as esferas utilizadas foram de aço inoxidável, a velocidade de rotação de 250/300 RPM e a relação de massa esferas/pós de 10:1. Os pós foram moídos por 10/1 horas em meio seco, respectivamente, e os pós que ficaram aderidos aos meios de moagem após o período de moagem foram recuperados através de moagens consecutivas de 15 minutos em álcool isopropílico. As soluções resultantes foram filtradas em filtro de papel e os pós foram secos com uma lâmpada incandescente.

Os pós foram sinterizados numa prensa uniaxial a quente sob atmosfera de argônio, em temperaturas na faixa de 1100°C, pressão de 30 MPa e taxa de aquecimento de 40/20°C/minuto, respectivamente. Os pós que foram processados por outra rota de moagem diferente das deste trabalho (FERNANDES, 2010) foram sinterizados na mesma condição dos pós processados por 10 horas. Também foram adotados métodos diferentes para a introdução dos pós na matriz de grafite. Na primeira, os pós foram colocados pré-prensados (300 MPa), na segunda, os pós foram colocados de uma só

vez, e na terceira, os pós foram colocados em quatro etapas sempre seguidas de prensagens manuais.

As ligas foram sinterizadas com diâmetro da ordem de 5-6/9-10 mm e altura de 5-8/9-12 mm, respectivamente. As amostras foram polidas com lixa de SiC e posteriormente com panos contendo suspensão de sílica coloidal.

A implantação de íons por imersão em plasma foi realizada utilizando o gás nitrogênio para a produção de um plasma de descarga luminescente com densidade de  $10^{10} \text{ cm}^{-3}$ . Tal plasma foi produzido em pressão de 5 mTorr no modo de corrente contínua. Os pulsos de alta tensão aplicados nas amostras foram de 7kV de tensão elétrica, 40  $\mu\text{s}$  de duração e 300 Hz de frequência durante 120 minutos.

A determinação de detalhes da estrutura cristalina dos pós e das peças sinterizadas e implantadas foi realizada por Difração de Raios X (DRX). As imagens das partículas de pós, dos corpos de provas foram obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) nos modos elétrons secundários e retro-espalhados. A morfologia e rugosidade das peças foram verificadas por perfilometria ótica. Análises de Espectrometria por Energia Dispersiva (EDS) foram realizadas para a determinação de teores de impurezas dos pós e peças sinterizadas.

Após serem caracterizadas as ligas de Ti-Si-B, foram realizadas as colagens de *strain gages* nas laterais das peças. A utilização de tais dispositivos é importante, pois fornecerão o resultado real da deformação das nossas ligas no ensaio de compressão.

Os ensaios de compressão à temperatura ambiente foram realizados em diferentes máquinas de ensaios equipadas com células de carga de 200 (máquina de ensaios com elevação da carga manualmente), 250 e 300 kN, conduzidos segundo a norma ASTM E9 (ASTM, 1989). As extremidades dos corpos-de-prova receberam uma fina camada de vaselina para minimizar o atrito com os cabeçotes da máquina de ensaio. Para evitar flambagem, a relação altura/diâmetro utilizada foi de aproximadamente 1:1. Foram utilizadas duas placas com materiais diferentes para comprimir os corpos-de-prova, ambas de aço, para avaliar a deformação de cada uma. Também foi utilizada uma interface de carbetto de tungstênio (WC), para evitar a deformação das placas. A resistência a compressão das ligas Ti-Si-B produzidas a partir de pós moídos por 1 e 10 horas foram medidas e estes ensaios estão sendo utilizados como base prática e

científica para os ensaios que avaliarão a modificação superficial por 3IP das ligas Ti-6Al-4V e Ti-7,5Si-22,5B.

### 3- RESULTADOS E DISCUSSÕES

As micrografias obtidas por MEV (Figuras 3.1-3.4) permitem a confirmação das fases presentes na liga Ti-7,5Si-22,5B, onde as regiões mais claras são correspondentes ao  $Ti\alpha$  em solução sólida com os metais pesados Fe, Cr e Ni. As regiões um pouco mais escuras correspondem às fases  $Ti_6Si_2B$ ,  $Ti_5Si_3$  e  $Ti_3Si$  e as regiões pretas ao boreto de titânio (TiB).

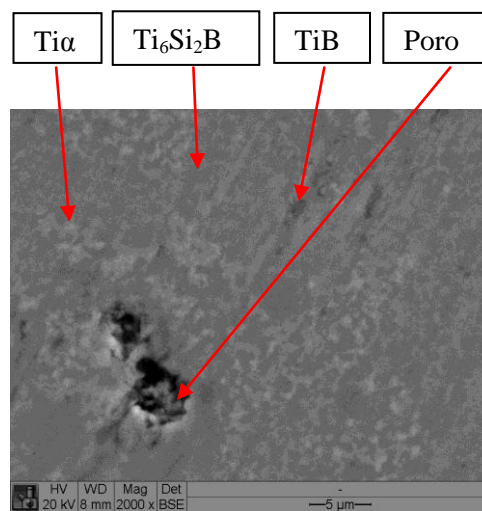


Figura 3.1- Microscopia Eletrônica de Varredura antes do 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas.

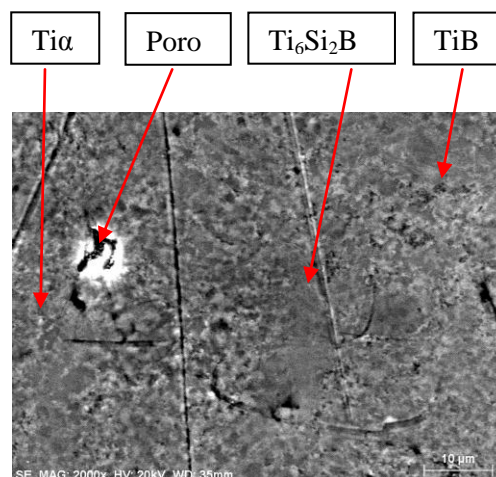


Figura 3.2- Microscopia Eletrônica de Varredura após o 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas.

Os efeitos da implantação de íons por imersão em plasma não são perceptíveis em aumentos menores apresentados no MEV (Figuras 3.3 e 3.4).

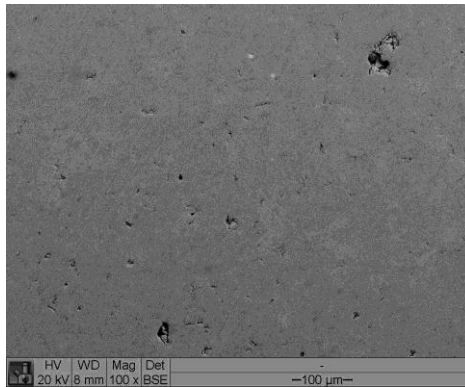


Figura 3.3 - Microscopia Eletrônica de Varredura antes do 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas.

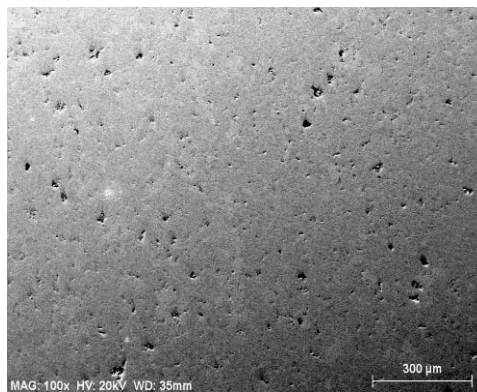


Figura 3.4 - Microscopia Eletrônica de Varredura após o 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas.

A liga produzida a partir de pós moídos por 1 hora (Figura 3.5) apresenta maiores tamanhos de fases e menor quantidade dos silicetos.

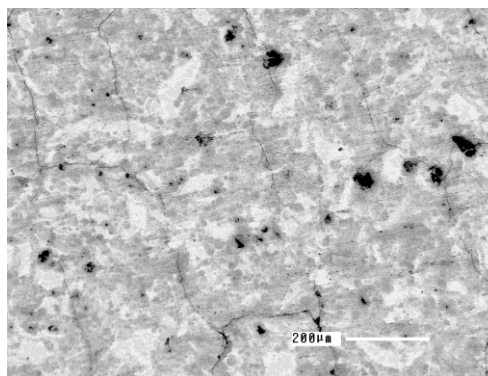


Figura 3.5- Microscopia Eletrônica de Varredura antes do 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 1 hora.

Na análise de EDS é possível identificar que a fase  $Ti_{ss}$  é a mais clara, e está obviamente localizada em regiões de grãos provenientes de áreas externas das partículas. Tal fase contém cerca de 8,63% de ferro, 10,14% de silício e 1,48% de cromo (porcentagem atômica). A análise de EDS também indicou que a fase  $TiB$  dissolveu cerca de 5,77% de ferro e cerca de 4,36% de silício. A fase cinza escuro corresponde às fases  $Ti_6Si_2B$ ,  $Ti_5Si_3$  e  $Ti_3Si$ , que têm uma ligeira diferença de peso atômico e dificulta a identificação individual de cada uma destas. As composições das outras amostras da liga Ti-Si-B têm microestruturas semelhantes.

Na Figura 3.6 pode ser visualizada a liga Ti-7,5Si-22,5B que apresenta uma baixa massa específica de  $3,92 \text{ g/cm}^3$ , ou seja, a porosidade desta liga é maior que 10%. Isso decorre devido o procedimento de inserção dos pós de uma só vez na matriz de grafite, que não permite o empacotamento eficiente das partículas.

Foi verificado que não é necessário fazer a operação de prensagem a frio, pois a inserção dos pós em etapas seguidas de prensagens manuais é suficiente para a obtenção de amostras de mesma porosidade.

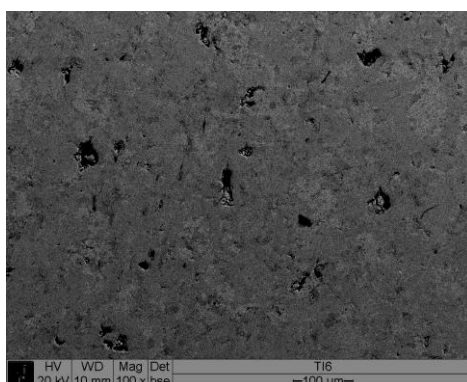


Figura 3.6- Inserção dos pós realizada de uma só vez a partir de pós moídos por 10 horas.

A Figura 3.7 mostra a liga produzida de maior massa específica de  $4,51 \text{ g/cm}^3$ , ou seja com menor porosidade, pois os pós foram colocados em quatro etapas na matriz de grafite seguidos de prensagens manuais. Entretanto, não existem diferenças referentes aos tamanhos e formas das fases em relação a todas as outras ligas produzidas a partir de pós moídos por 10 horas



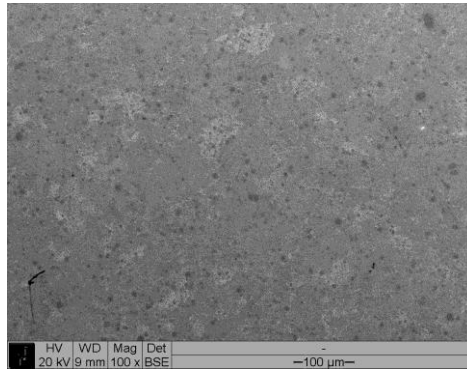


Figura 3.7- Inserção dos pós realizada em quatro etapas amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas.

Foi criado um dispositivo que facilitou o polimento lateral das peças, porém mesmo assim o polimento não foi eficiente, pois nas investigações no MEV e da rugosidade apontaram riscos profundos nas peças.

A rugosidade da face plana e da face cilíndrica da liga Ti-7,5Si-22,5B apresentada na Figura 3.8 e na Figura 3.9 está descrita na Tabela 1, onde é apresentado o resultado tanto para amostras tratadas quanto para amostras não tratadas superficialmente pela técnica 3IP.

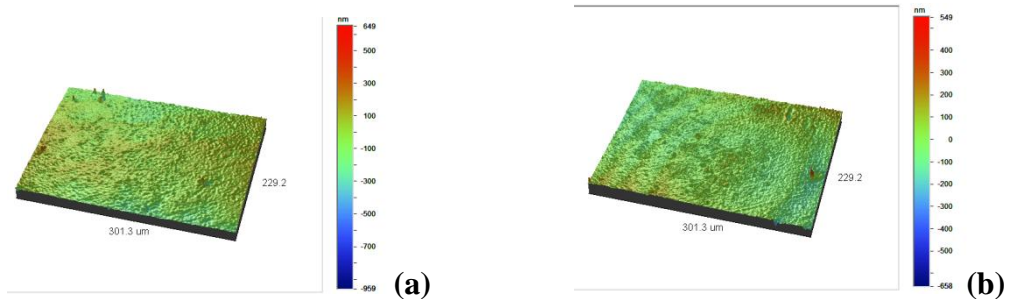


Figura 3.8- Rugosidade da face plana da liga de Ti-Si-B antes (a) e após (b) o 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas..

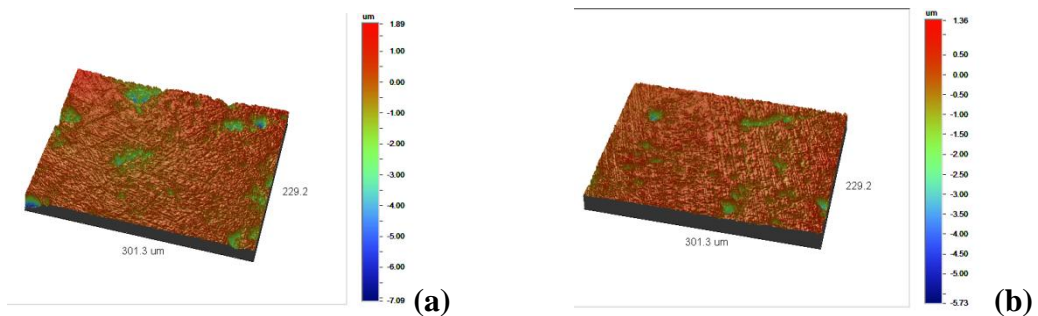


Figura 3.9- Rugosidade da face lateral da liga de Ti-Si-B antes (a) e após (b) o 3IP da amostra obtida a partir de pós moídos por 10 horas.

<b>RUGOSIDADE DA LIGA Ti-7,5Si-22,5B (nm)</b>				
<b>FACE PLANA</b>			<b>FACE CILÍNDRICA</b>	
	<b>Não tratada</b>	<b>Tratada</b>	<b>Não tratada</b>	<b>Tratada</b>
<b><i>Média</i></b>	52,6	38,7	1055,7	1053,2
<b><i>Desvio Padrão</i></b>	25,3	14,0	1282,0	1058,8

Tabela 1 – Resultado da rugosidade da liga Ti-7,5Si-22,5 B.

Foram realizadas também medições da rugosidade para as ligas de Ti-6Al-4V, pode-se observar que a sua rugosidade aumentou, isso ocorre devido a taxa de sputtering a qual consiste na remoção de átomos da superfície da amostra. O sputtering ocorre concomitantemente com a implantação durante o processo de tratamento superficial, na liga de Ti-Si-B houve a diminuição da rugosidade, o que identifica que essa liga apresenta maior resistência ao sputtering quando comparada a de Ti-6Al-4V, esses dados podem verificados na Tabela 1 e 2, onde são apresentados as rugosidades das amostras antes e após ao tratamento superficial.

<b>RUGOSIDADE DAS LIGAS Ti-6Al-4V (nm)</b>				
<b>FACE PLANA</b>			<b>FACE CILÍNDRICA</b>	
	<b>Não tratada</b>	<b>Tratada</b>	<b>Não tratada</b>	<b>Tratada</b>
<b><i>Média</i></b>	173,2	448,4	249,4	593,3
<b><i>Desvio padrão</i></b>	48,7	85,6	28,3	222,1

Tabela 2 – Resultados da rugosidade das ligas de Ti-6Al-4V.

Os resultados de DRX das ligas Ti-7,5Si-22,5B prensadas a quente apresentados na Figura 3.10 indicam a formação das fases Ti,  $Ti_6Si_2B$ ,  $Ti_3Si$ ,  $Ti_5Si_3$  e TiB. Como pode ser observado nos difratogramas, não existe a presença em grande quantidade de óxidos, porém verifica-se a existência de  $Ti_5Si_3$  e de  $Ti_3Si$ . Isto confirma que as condições adotadas não foram suficientes para completar a formação da estrutura trifásica esperada ( $Ti\alpha+TiB+ Ti_6Si_2B$ ). A contaminação do processo e a baixa temperatura de sinterização podem ter impedido a formação da estrutura esperada.

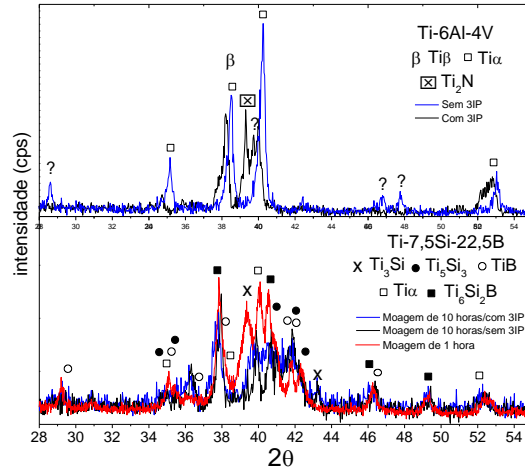


Figura 3.10- Difratomogramas de raios X das ligas de Ti-Si-B e de Ti-6Al-4V.

Após o tratamento superficial por meio 3IP, as análises de DRX mostram claramente a formação de nitreto na liga de Ti-6Al-4V. Enquanto que na liga de Ti-7.5Si-22.5B, uma ligeira modificação pode ser observada perto dos picos de nitreto que podem estar mascarados por fases existentes, as análises de EDS registram nitrogênio na superfície após 3IP.

A liga Ti-7,5Si-22,5B se estilhaça na ruptura quando submetida à carga de compressão (Figura 3.11). Por esse motivo, é necessário colocar uma proteção na frente da máquina durante o ensaio de compressão.

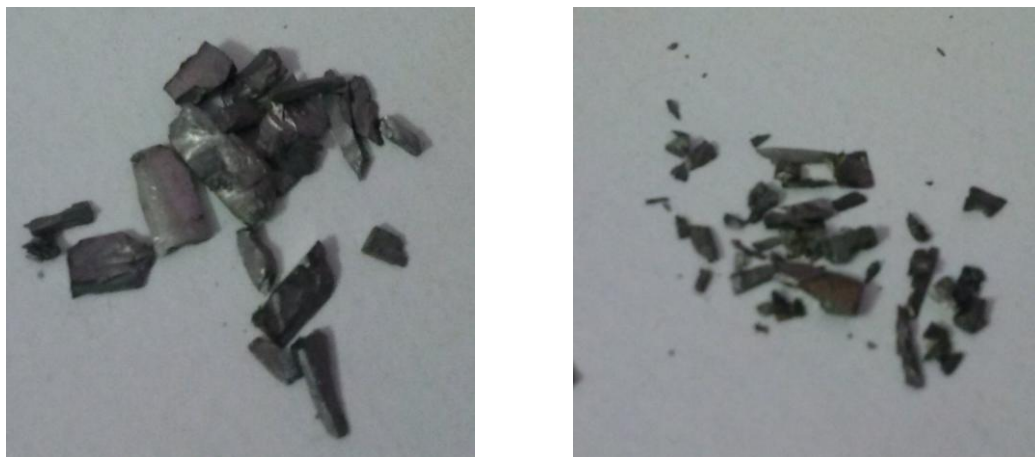


Figura 3.11 – Aspecto da liga Ti-7,5Si-22,5B após ruptura nos ensaios de compressão

A curva rosa da Figura 3.12 mostra a deformação e resistência do material compactado. A ductilidade tem um valor inferior a 1%, o que confirma a outras experiências de adição de cerâmica em titânio, o que reduz esta propriedade, para cerca

de 2%. A força de ruptura da liga de Ti-7.5Si-22.5B atingiu 1875 MPa, provavelmente devido à baixa porosidade superficial da amostra.

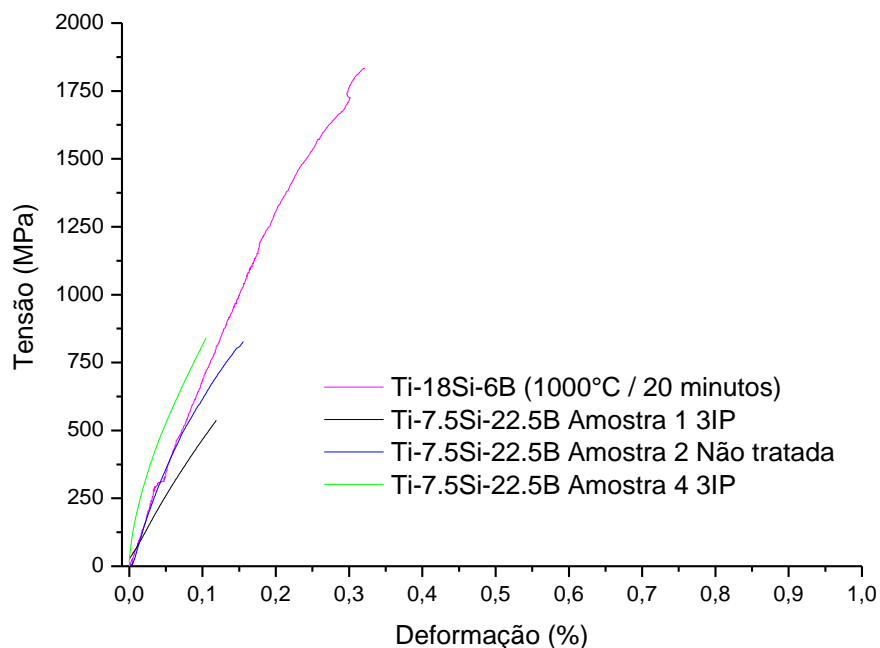


Figura 3.12 – Curva Força x Deslocamento das ligas Ti-Si-B.

Há a influência da porosidade na resistência dos materiais obtidos através dos pós moídos por 10 horas quando submetidos aos ensaios de compressão, quando comparados com os ensaios realizados a partir dos pós moídos por 1 hora e também há a influência da utilização da interface de WC. Porém, mais estudos são necessários para dar o efeito real do tratamento superficial 3IP na porosidade das amostras. Não existe uma correlação entre a rugosidade e a resistência a compressão de ambas ligas.

Devido à excelente resistência da liga Ti-6Al-4V tanto mecânica como à corrosão, essas ligas têm sido um grande atrativo para aplicações na indústria aeronáutica, automobilística e para a fabricação de próteses ortopédicas. A liga Ti-6Al-4V quando submetida à carga de compressão se alargou na sua seção transversal obtendo um formato achatado (deformação barril), a ruptura desse material não ocorreu, o qual apresentou um comportamento dúctil nos ensaios de compressão (Figura 3.13).



Figura 3.13 – Comportamento das ligas Ti-6Al-4V nos ensaios de compressão.

A liga de Ti-6Al-4V que recebeu o tratamento superficial apresentou uma ligeira influência sobre suas propriedades de compressão, como também foi observado esse fenômeno para a liga de Ti-Si-B. A Figura 3.14 mostra as diferenças entre as amostras não tratadas para amostra que recebeu o tratamento superficial 3IP.

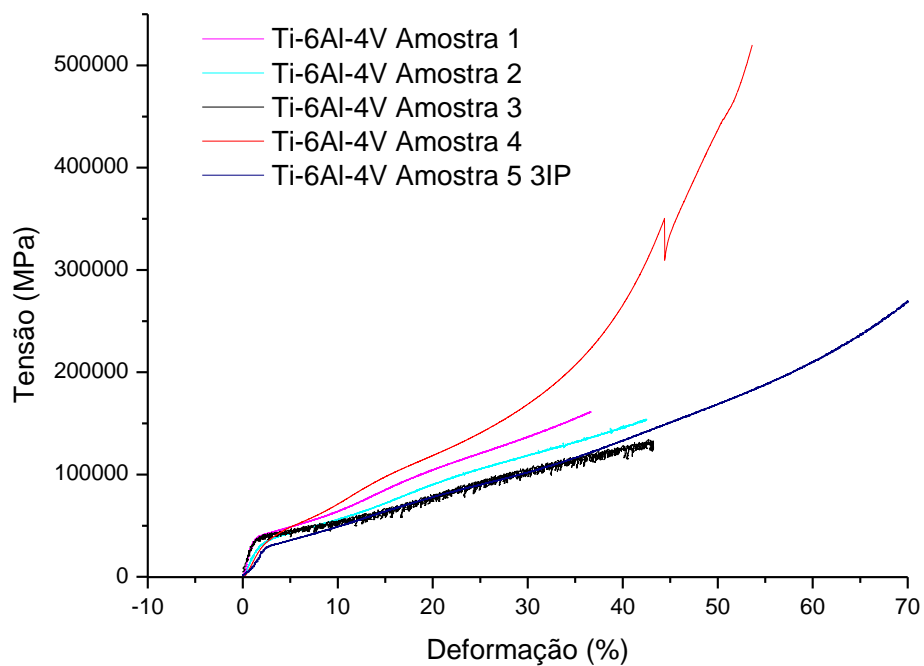


Figura 3.14 – Curva Força x Deslocamento das ligas Ti-6Al-4V.

Na Figura 3.15 as ligas de Ti-Si-B moídas por 1 hora apresentaram um comportamento frágil nos ensaios de compressão, com fraturas transgranulares e intergranulares que foram observadas através da microscopia eletrônica de varredura.

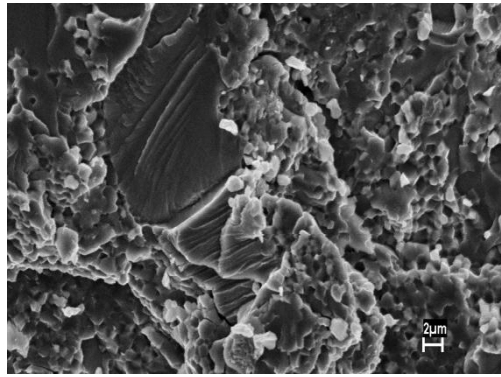


Figura 3.15- Fractografia obtida por MEV da liga Ti-Si-B dos pós moídos por 1 hora.

Entretanto, nas análises obtidas através da microscopia eletrônica de varredura das fraturas da liga Ti-Si-B obtidas a partir dos pós moídos por 10 horas apresentadas da Figura 3.16 pode-se verificar que as fratura são causadas mais pela porosidade superficial das amostras do que por suas discordâncias. Apesar da fratura da liga de Ti-Si-B obtida a partir dos pós moídos por 10 horas ser diferente da fratura observada nas ligas que foram obtidas através da moagem de 1 hora que foram causadas principalmente por deslizamentos dos planos atômicos, ambas ligas apresentaram um comportamento frágil nos ensaios de compressão.

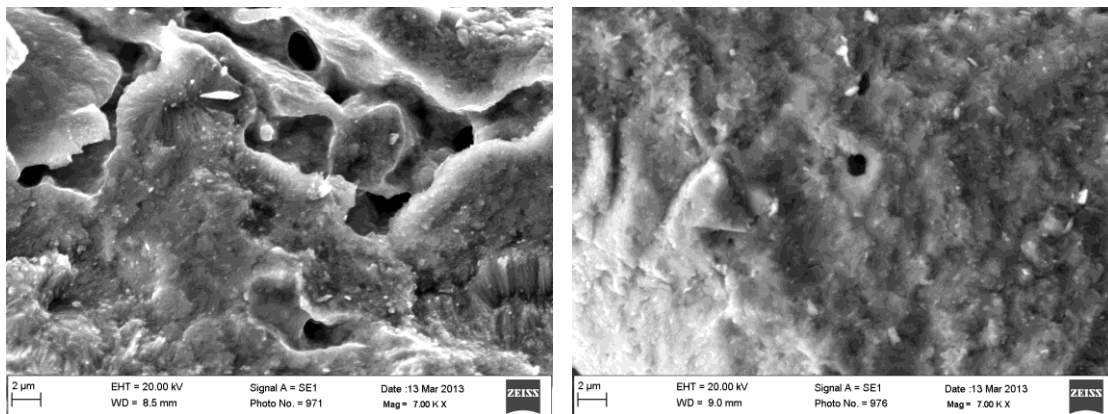


Figura 3.16 – Fractografia obtida por MEV da liga Ti-Si-B dos pós moídos por 10 horas.

## 4- CONCLUSÃO

As investigações de DRX e MEV revelaram que a moagem de alta energia com a prensagem a quente sob atmosfera de argônio em temperatura relativamente baixa (em torno de 1000°C) formam estruturas multifásicas em todas as composições.

Após o tratamento superficial por 3IP, as análises de DRX permitiram a constatação da formação de nitretos na liga Ti-6Al-4V, o que não pode ser verificado na liga Ti-7,5Si-22,5B por esta técnica de caracterização. Entretanto, os picos de novas fases nesta liga podem estar mascarados em picos de fases já existentes antes do 3IP, visto que a técnica EDS registra a presença de nitrogênio. Através da perfilometria ótica, foi observado que após o processo de 3IP a rugosidade da liga Ti-7,5Si-22,5B diminuiu e a rugosidade da liga de Ti-6Al-4V aumentou.

Os ensaios de compressão das ligas de Ti-Si-B já realizados em amostras indicam uma alta resistência (cerca de 1875 MPa) com baixa deformação (menor que 1%). As ligas Ti-Si-B produzida por metalurgia do pó apresentam um comportamento frágil nos ensaios de compressão, o que é confirmado pelos elevados valores de medição de dureza (FERNANDES,2006), obtidas através de ensaios de dureza e pelas fractografias obtidas por MEV.

Nesse ano de iniciação científica foi possível a aquisição de novos aprendizados sobre a presente pesquisa e assuntos correlatos, o que permitiu a escrita de um artigo para a publicação internacional, o qual está em fase final de revisão para a submissão nos próximos meses. Em setembro de 2012 foi submetido um artigo para a participação do Encontro Latino Americano de Iniciação Científica e Pós-Graduação promovido pela Universidade do Vale do Paraíba (UNIVAP). Tal trabalho foi escolhido para ser apresentado oralmente e também foi selecionado como finalista para a premiação desse encontro. No dia 26 de outubro de 2012 aconteceu a apresentação oral e este foi premiado como o melhor da área de Engenharias. O evento teve como tema “Ciências sem Fronteiras – Os Desafios para o Século XXI”. Mais informações na página <http://www.inicepg.univap.br/>.

## 5- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALMAN, D. E. Reactive sintering of TiAl-  $Ti_5Si_3$  in situ composites. **Intermetallics** v.13, p.572-579, 2005.
- APPELI, F.; WAGNER, R. Microstructure and deformation of two-phase  $\gamma$ -titanium aluminides. **Materials Science and Engineering R** v. 22, p.187-268, 1998.
- COURET, A.; MOOLÉNAT, G.; GALY, J.; THOMAS, M. Microstructure and mechanical properties of TiAl alloys consolidated by spark plasma sintering. **Intermetallics**. v.16, p.1134-1141, 2008.
- 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.
- FERNANDES, B. B. Preparação de ligas trifásicas  $Ti_{ss}+Ti_5Si_3+Ti_6Si_2B$  e  $Ti_{ss}+TiB+Ti_6Si_2B$  por moagem de alta energia. 2006. 128f. Tese de Mestrado em Engenharia Biomédica – Universidade do Vale do Paraíba, São José dos Campos.
- MABUCHI, H.; HARADA, K.; TSUDA, H.; NAKAYAMA, Y. Fabrication of  $Ti_2AlC/TiAl$  composites using combustion reaction process. **ISIJ International** v.31, p. 1272-1278, 1991.
- MCKENZIE, D. R.; NEWTON-MCGEE, K.; RUCH, P; BILEK, M. M.; GAN, B. K.; Modification of polymers by plasma-based ion implantation for biomedical applications. **Surface and Coatings Technology** v.186 (1–2), p.239, 2004.
- MEI, B. C.; MIYAMOTO, Y. Investigation of TiAl/  $Ti_2AlC$  composites prepared by spark plasma sintering. **Materials Chemistry and Physics** v.75, p. 291-295, 2002.
- MOODY, N. R.; GARRISON Jr., W. M.; SMUGERESKY, J. E.; COSTA, J. E. The role of inclusion and pore content on the fracture toughness of powder-processed blended elemental titanium alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A** v.24, p.161, 1993.



- OLIVEIRA, R. M.; GONÇALVES, J. A .N.; UEDA M; ROSSI, J. O.; RIZZO, P. N.; A new high temperature plasma immersion ion implantation system with electron heating. **Surface and Coatings Technology** v.204, p. 3009-3012, 2010.
- RAMASESHAN, R.; KAKITSUJI, A.; SESHADRI, S. K.; NAIR, N. G.; MABUCHI, H.; TSUDA, H., MATSUI, T., MORII, K.; Microstructure and some properties of TiAl/Ti<sub>2</sub>AlC composites produced by reactive processing. **Intermetallics**. v.7, p. 571-577, 1999.
- RAO, K. P.; DU, Y. J. In situ formation of titanium silicides-reinforced TiAl-based composites. **Materials Science and Engineering A** v.277, p. 46-56, 2000.
- RAO, K. P.; ZHOU, J. B. Characterization and mechanical properties of in situ synthesized Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> / TiAl composites. **Materials Science and Engineering A** v.356, p.208- 218, 2003.
- SCHAEFFER L. Estudo descreve a obtenção da curva de escoamento do alumínio por ensaios de compressão. **Forjamento – Uma introdução ao processo**. Porto Alegre: Ed. Imprensa Livre, 1ª edição, 2001.
- SMUGERESKY, J. E; DAWSON, D. B.; New titanium alloys for blended elemental powder processing. **Powder Technology** v.30, p.87-94, 1981.
- TADDEI, E. B. et al. Sinterização a vácuo da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo** v.23, n. 2, p.68-72, 2004.
- TIAN, X. B.; CHU, P. K.; Direct temperature monitoring for semiconductors in plasma immersion ion implantation. **Review of Science Instruments** v.71, p.2839, 2000.
- TIAN, X. B.; CHU, P. K.; FUB ,R.; YANG, S. Q. Hybrid processes based on plasma immersion ion implantation: a brief review. **Surface and Coatings Technology** v.186, p.190, 2004.
- TIAN, X.B.; ZENG, Z.M.; TANG, B.Y.; FU, K.Y.; KWOK, D.T.K.; CHU, P.K. Properties of titanium nitride fabricated on stainless steel by plasma-based ion implantation:deposition. **Materials Science and Engineering A** v.282 (1–2), p.164, 2000.

- ZHANG, W.; GAO, L.; LEI, Y.; YANG, B.; LI, J.; XIAO, L.; YIN, Y. TiAl/B<sub>4</sub>C composite fabricated by high energy ball milling and hot press sintering processes and its mechanical properties. **Materials Science and Engineering A** 572, p.7436-7441, 2010.

- WANG, Y. H.; LIN, J. P.; HE, Y. H.; WANG, Y .L.; CHEN, G. L. Microstructural characteristics of Ti-45Al-85Nb/TiB<sub>2</sub> composites by powder metallurgy. **Jounal of Alloys and Compounds** v.468, p. 505-511, 2009.

- WEI, R.; BOOKER, T.; RINCON, C.; ARPS, J., High-intensity plasma ion nitriding of orthopedic materials Part I. Tribological study. **Surface and Coatings Technology** v.186 (1-2), p.305, 2004.

### CRONOGRAMA

MESES												
Atividades	1°	2°	3°	4°	5°	6°	7°	8°	9°	10°	11°	12°
Publicação de artigo												
Novas análises												
Confecção e preparação de novos cdps												
Confecção de documentos												

As etapas a concluir são: a publicação do artigo, a análise de novos dados, a confecção de novas peças, implantação iônica, caracterização das amostras implantadas, compressão das novas ligas.