

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

**RELATÓRIO FINAL 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)

M.C. 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 (UNESP, Colaborador, alfeu_ramos@hotmail.com)

Julho de 2012

SUMÁRIO

CONTEÚDO

RESUMO	4
1. INTRODUÇÃO	5
1.1. OBJETIVO	6
2. MATERIAIS E MÉTODOS	6
3. RESULTADOS E DISCUSSÕES	7
4. CONCLUSÕES	15
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	16

Lista de figuras

Figura 3.1 Difratoformas das ligas Ti-7,5Si-22,5	8
Figura 3.2- Difratoformas das ligas Ti-7,5Si-22,5B a serem comprimidas	9
Figura 3.3- Amostra da liga Ti-7,5Si-22,5B a ser comprimida	9
Figura 3.4 - Amostra 6 amostra no qual os pós foram colocados de uma só vez na matriz de grafite	10
Figura 3.5 - Amostra 3 onde os pós foram recuperados em meio líquido (água)	11
Figura 3.6 - Amostra 7 a ser comprimida	11
Figura 3.7 – Rugosidades das faces planas da liga de Ti-Si-B, amostra 1 a ser comprimida	12
Figura 3.8 – Rugosidades das faces laterais da liga de Ti-Si-B, amostra 4 a ser comprimida	13
Figura 3.9 - Colagem do <i>strain gage</i> e do barrete na liga Ti-7,5Si-22,5B	14
Figura 3.10 – Peça final	14
Figura 4.1 - Câmara FONPLA, processo 3IP de alta temperatura	16

RESUMO

As ligas de titânio têm despertado grande interesse tecnológico já que possuem boas propriedades mecânicas e excelente resistência à corrosão. O presente relatório é relacionado ao estudo das informações físico-químicas das ligas do sistema Ti-Si-B preparadas por moagem de alta energia e sinterização. Estas ligas também serão tratadas superficialmente pela técnica de implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio. Foram adotados procedimentos convencionais de metalografia (embutimento, lixamento e o polimento) para a preparação das superfícies. As amostras foram caracterizadas usando microscopia eletrônica de varredura, difração de raios X e por perfilometria ótica. Serão realizados ensaios de compressão nas ligas de Ti-Si-B moídas por 10 horas. Foram produzidas peças com alta densificação e relativa homogeneidade. 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.

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

1- INTRODUÇÃO

O titânio e suas ligas têm despertado grande interesse nos últimos anos, por possuírem baixa massa específica e excelentes resistências à corrosão, à oxidação, e mecânica em altas e baixas temperaturas. Essas propriedades tornam estes materiais ideais para aplicação em diversas áreas da indústria onde a combinação dessas características é importante [1-2].

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 [3], prensagem isostática a quente [4-5], sinterização por plasma [6-7], sinterização reativa [8,9,10], moagem de alta energia [11], etc.

O elevado custo desses materiais 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 [12]. 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 [13-14].

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 [15].

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 [16], polímeros [17], metais [18] e ligas metálicas [19]. No caso de substratos metálicos, a produção de finas camadas pela implantação de íons não são muito eficientes, pois camadas mais espessas são mais adequadas a suportar o desgaste, corrosão, etc. [20], em ambientes agressivos.

1.1- OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo a caracterização das fases formadas, suas morfologias e da resistência a compressão 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- MATERIAIS E MÉTODOS.

Pós comerciais 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 300 RPM e a relação de massa esferas/pós de 10:1. Os pós foram moídos por 1 hora em meio seco, 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 temperatura de 1100°C, com pressão de 30 MPa e taxa de aquecimento de 40°C/minuto. As peças sinterizadas têm diâmetro da ordem de 5-6 mm e altura de 5-8 mm. As amostras foram polidas com lixa de SiC e posteriormente com panos contendo suspensão de sílica coloidal.

A determinação de detalhes da estrutura cristalina dos pós e das peças sinterizadas foi realizada por DRX. As imagens das partículas de pós, dos corpos de provas foram obtidas em um microscópio eletrônico 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-MEV) foram realizadas para a determinação de teores de impurezas dos pós e peças sinterizadas.

3- RESULTADOS E DISCUSSÕES

Foram adotados diferentes procedimentos na preparação das amostras sinterizadas e dos pós de partida. Os pós de outra rota de moagem [21] foram sinterizados na mesma condição dos pós processados pela rota de moagem do presente trabalho. Na prensagem a quente de todas as amostras obtidas a partir dos pós processados na moagem do presente trabalho não foram utilizadas amostras pré-prensadas. Entretanto, foram adotados dois métodos para a introdução dos pós na matriz de grafite. Na primeira, os pós foram colocados de uma só vez, e na segunda, os pós foram colocados em 4 etapas sempre seguidas de prensagens manuais. No primeiro modo de prensagem, foi observada uma baixa massa específica das amostras sinterizadas quando comparadas às do segundo.

Os resultados de DRX das ligas Ti-7,5Si-22,5B prensadas a quente 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 ($Ti\alpha+TiB+Ti_6Si_2B$).

Na Figura 3.1 todas as ligas foram produzidas a partir dos mesmos pós, porém podemos observar uma grande diferença entre o tamanho dos picos das amostras 1 e 4, essa diferença deverá ser melhor analisada na continuação da presente pesquisa. Nas amostras 7 e 9 notam-se poucas diferenças referentes à suas composições químicas.

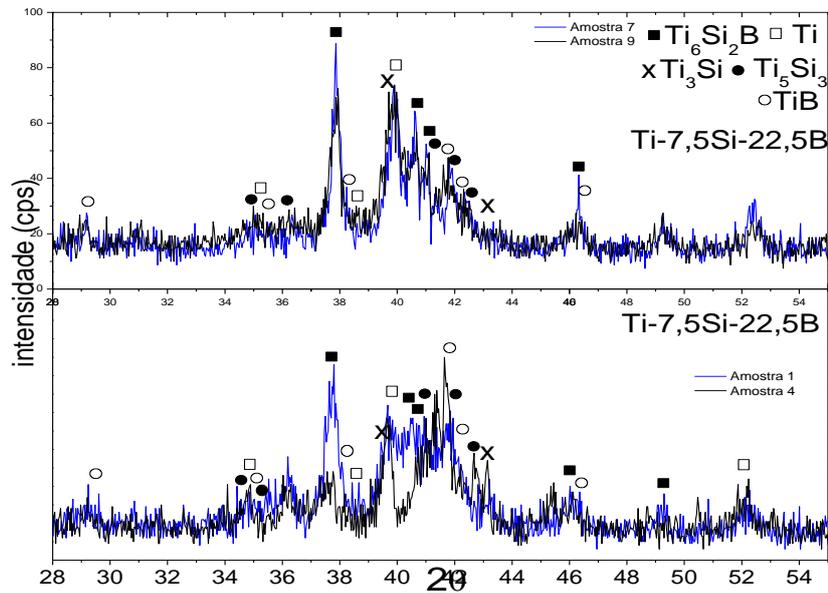


Figura 3.1 Difratomogramas das ligas Ti-7,5Si-22,5.

Na Figura 3.2 a liga de Ti-7,5Si-22,5B foi formada em diferente condição do que na Figura 3.1, os pós da liga foram recuperados com moagem em meio líquido (água) enquanto os outros pós foram recuperados com moagem em álcool isopropílico. Existe uma pequena diferença no tamanho dos picos em comparação com as outras amostras deve-se o fato a diferença de composição química. Também foram utilizadas ligas Ti-6Al-4V para efeito de comparação com as propriedades das ligas de Ti-7,5Si-22,5B, na análise de difratogramas das ligas de TAV notam-se poucas diferenças referentes aos tamanhos e formas das fases e dos poros.

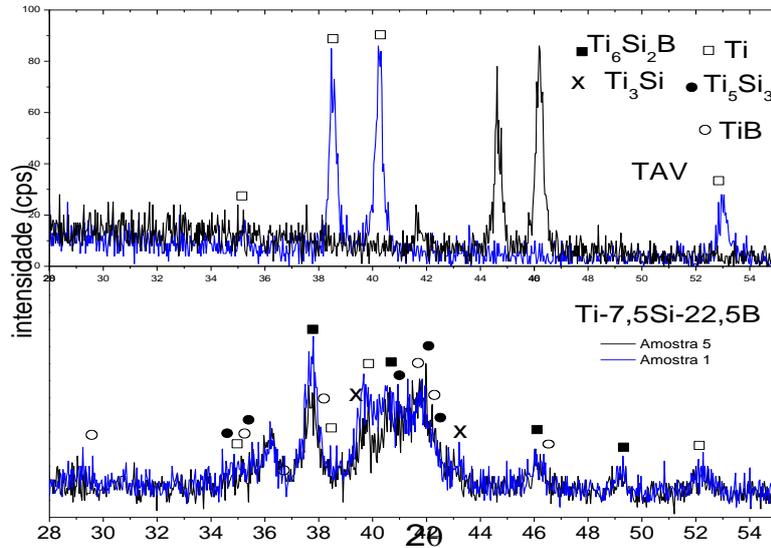


Figura 3.2- Difratomogramas das ligas Ti-7,5Si-22,5B a serem comprimidas.

Na análise das micrografias é possível a identificação das fases presentes na liga Ti-7,5Si-22,5B elas são: fase mais clara $Ti\alpha$ com metais pesados, Fe, Cr e Ni, a fase intermediária Ti_6Si_2B e a fase mais escura TiB.

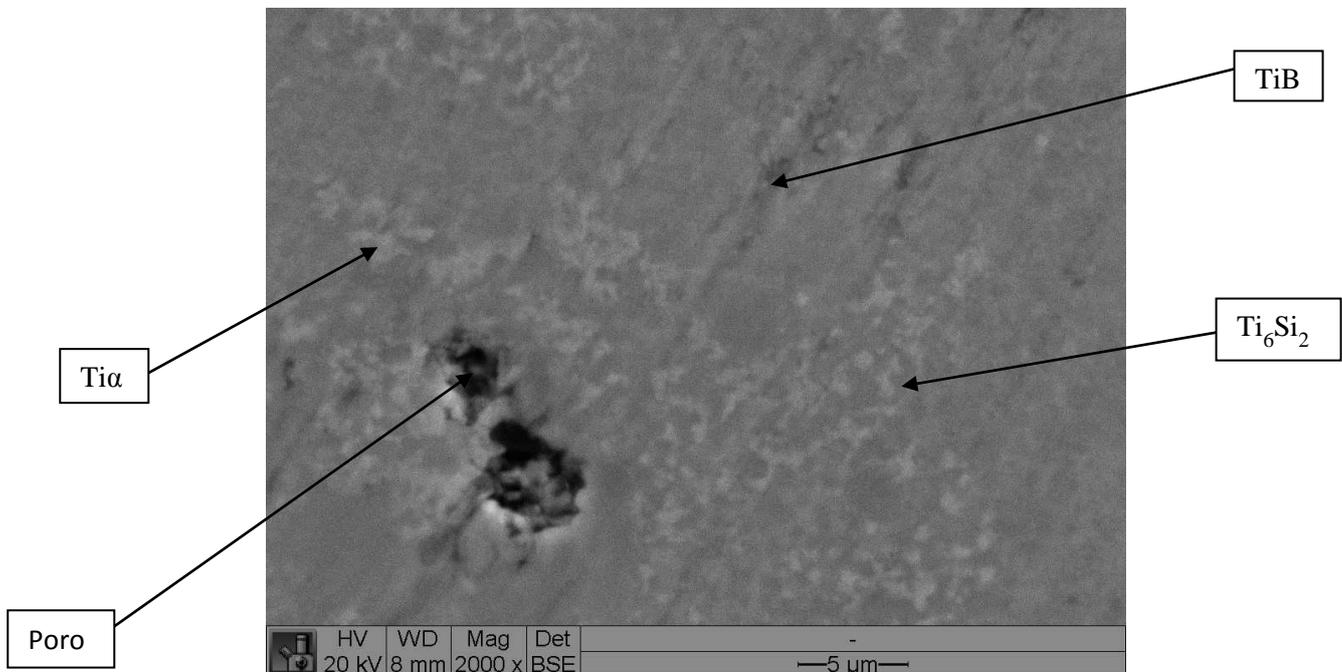


Figura 3.3- Amostra da liga Ti-7,5Si-22,5B a ser comprimida.

Nas Figuras 3.4, 3.5 e 3.6 é possível observar uma grande diferença nas micrografias das ligas de Ti-7,5Si-22,5B produzidas. Na Figura 3.4 a liga produzida apresenta uma baixa massa específica de $3,92\text{g/cm}^3$, ou seja, a porosidade da liga é muito grande ao qual deve-se ao fato do pó ter sido colocado de uma só vez na matriz de grafite. Na Figura 3.5 a liga produzida apresenta uma alta massa específica de $4,12\text{g/cm}^3$, os pós foram recuperados com moagem em meio líquido (água). Na Figura 3.6 a liga produzida apresenta uma alta massa específica de $4,51\text{g/cm}^3$, notam-se poucas diferenças referentes aos tamanhos de formas das fases e dos poros ao qual deve-se ao fato do pó ter sido colocado em quatro etapas na matriz de grafite e por ter sido realizadas prensagens manuais.

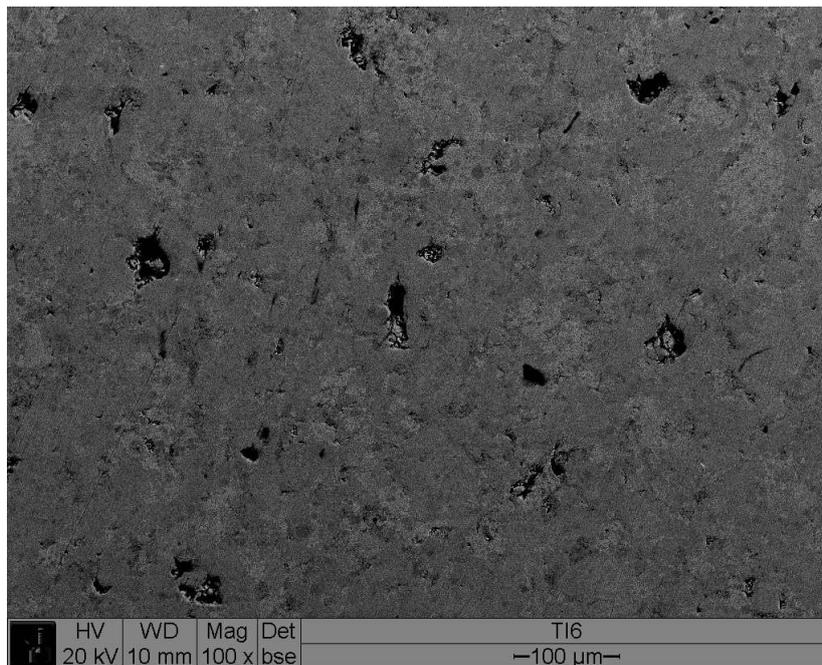


Figura 3.4 - Amostra 6 amostra no qual os pós foram colocados de uma só vez na matriz de grafite.

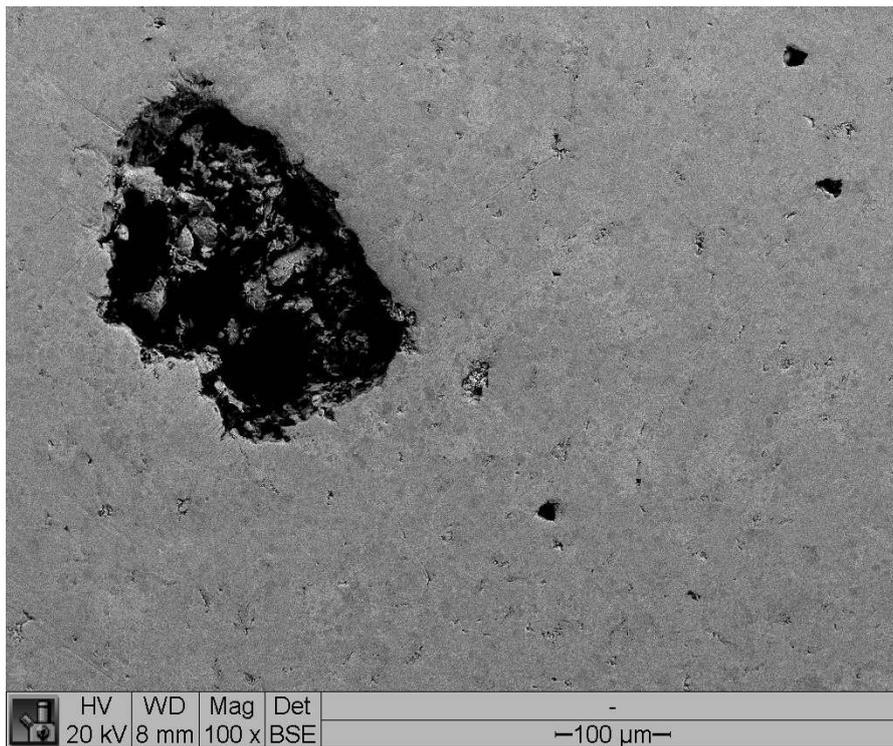


Figura 3.5 - Amostra 3 onde os pós foram recuperados em meio líquido (água).

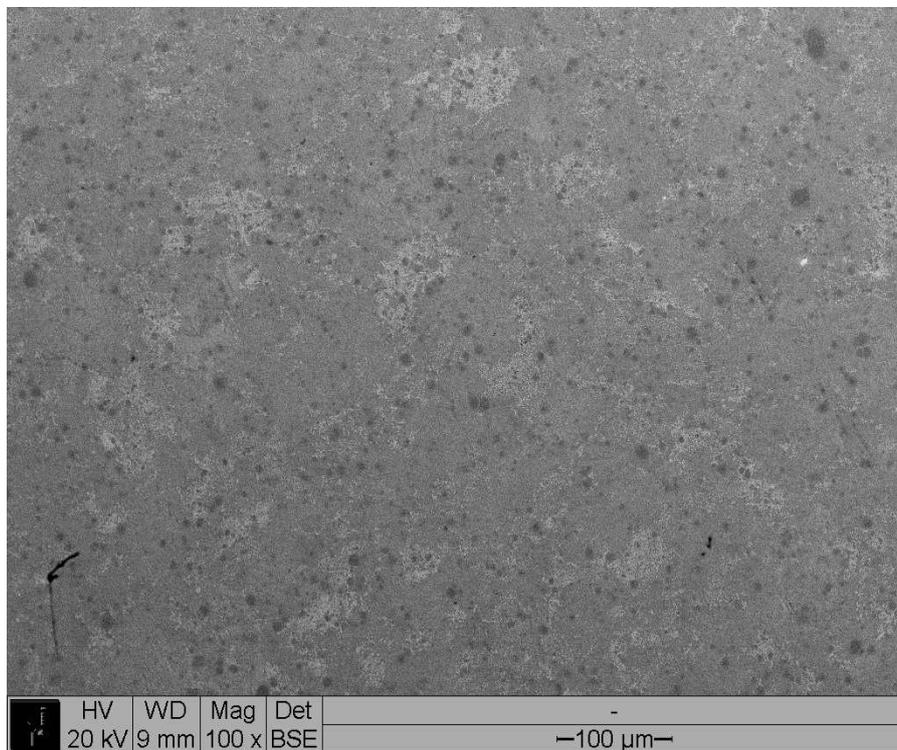


Figura 3.6 - Amostra 7 a ser comprimida.

Na análise de EDS é possível identificar a porcentagem da composição de cada fase presente nas ligas de Ti-7,5Si-22,5B, 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 8,63% de ferro, 10,14% de silício e 1,48% de cromo (concentração 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 (concentração atômica). A fase cinza escuro corresponde à fase intermetálica, Ti_6Si_2B , que têm uma ligeira diferença de peso atômico e dificulta sua identificação. As composições das outras amostras da liga Ti-7,5Si-22,5B tem microestruturas semelhantes.

Foram medidas as rugosidades das faces planas e laterais das ligas Ti-Si-B antes e depois da caracterização e polimento. Nas Figuras 3.6 e 3.7 é possível observar que a rugosidade das amostras diminuiu consideravelmente após o polimento, nota-se também riscos profundos na peça, por isso pode-se dizer que o polimento e a caracterização não foram tão eficientes. Na Figura 3.7 a rugosidade da face plana da amostra 1 antes do polimento era de 4200 nm e depois do polimento foi de 175,87 nm.

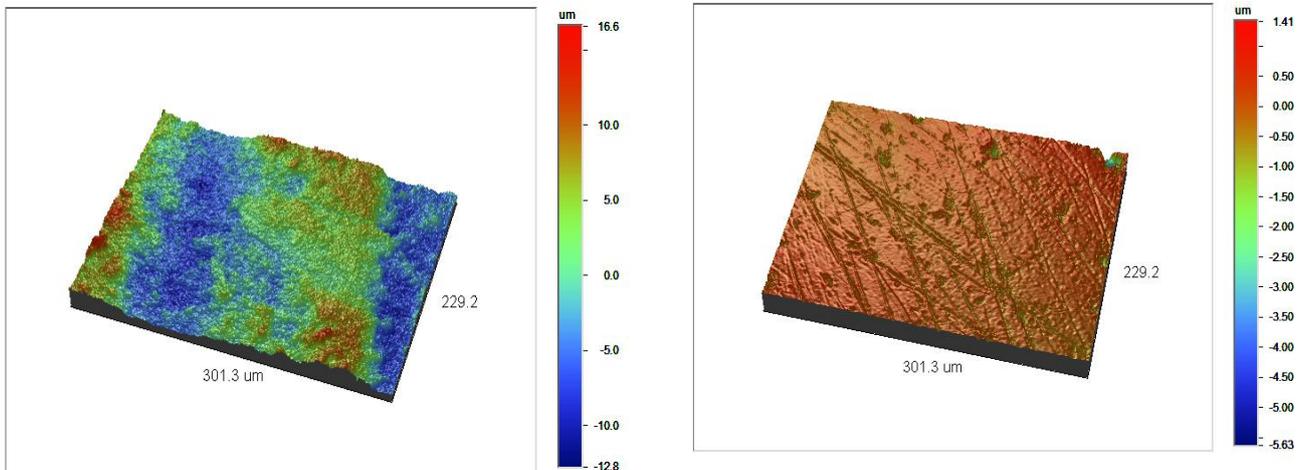


Figura 3.7 – Rugosidades das faces planas da liga de Ti-Si-B, amostra 1 a ser comprimida.

Na Figura 3.8 a rugosidade da face lateral da amostra 4 antes do polimento era de 1970 nm e depois do polimento foi de 140,90 nm.

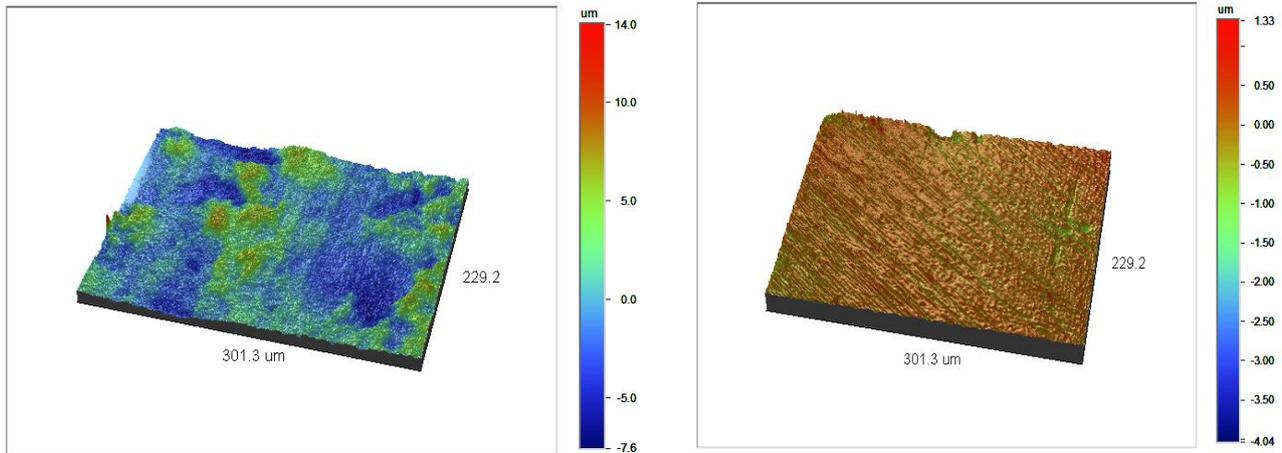


Figura 3.8 – Rugosidades das faces laterais da liga de Ti-Si-B, amostra 4 a ser comprimida.

Após serem caracterizadas as ligas de Ti-Si-B, foram realizadas as colagens de *strain gages* nas laterais das peças na subdivisão de ensaios estruturais no DCTA. A utilização de tais dispositivos é importante, pois fornecerão o resultado real da deformação das nossas ligas no ensaio de compressão. A colagem dos *strain gages* deve ser muito delicada, pois se não for colada de maneira precisa pode-se perder o *gage*. Após esse procedimento, cola-se um barrete na peça que é lixado delicadamente para se retirar o verniz. Depois é realizada a soldagem do fio do *strain gage* até este barrete, e em seguida é medida a resistência elétrica deste aparato para a verificação da possível existência de curto-circuito. Após terem sido realizados as colagens e soldagens é aplicada sobre a peça o verniz, garantindo que o dispositivo de medição não sofrerá danos.

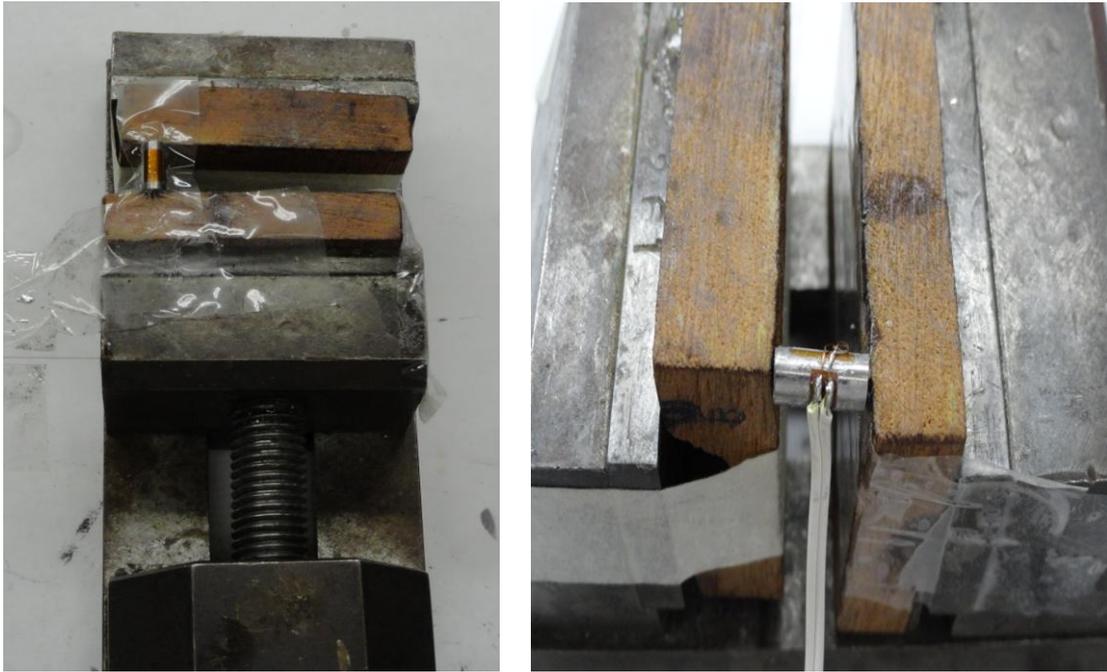


Figura 3.9 - Colagem do *strain gage* e do barrete na liga Ti-7,5Si-22,5B.

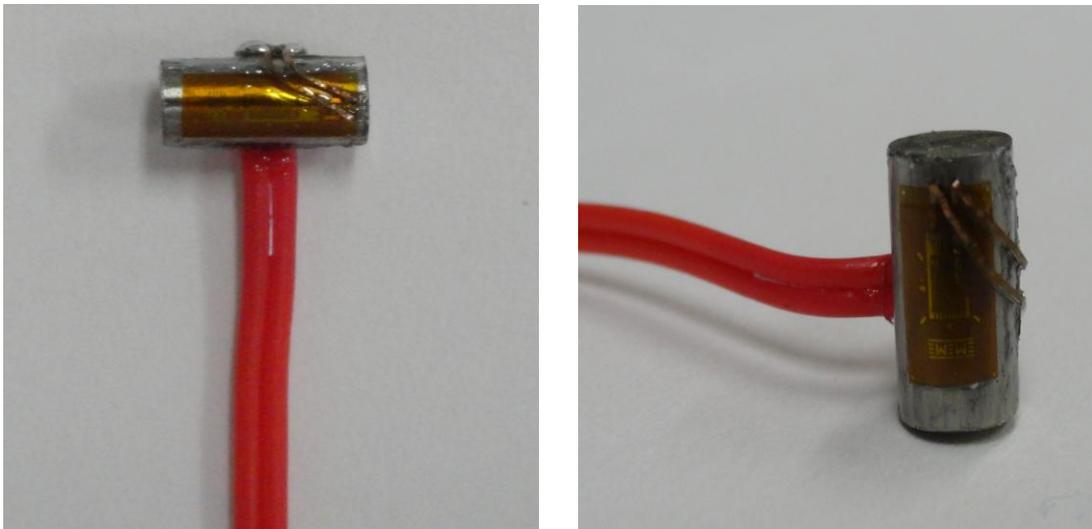


Figura 3.10 – Peça final.

Nesse um ano de iniciação científica tive um amplo aprendizado, porém houveram algumas dificuldades que acabaram atrasando o andamento do projeto a ser realizado, essa dificuldade foi na utilização da prensa a quente, pois em alguns lugares não permitiram que nós a utilizássemos, porém depois conseguimos utilizá-la no IPEN

(Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares). Tive a oportunidade de ver e de ajudar em todas as etapas de preparação das ligas que eu utilizo, a moagem foi realizada na UNESP em Guará, a prensagem no IPEN na Cidade Universitária, e também pude conhecer o Laboratório Nacional de Nanotecnologia em Campinas.

4- CONCLUSÃO

As investigações de DRX e MEV revelam 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. É possível observar uma diferença de picos em algumas amostras deve-se ao fato dos pós de algumas amostras terem sido recuperados em meio líquido, o que acabou mudando sua composição química. Outras amostras apresentam diferenças de massa específica pelos pós terem sido colocadas de uma só vez na matriz de grafite.

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

Será realizada a implantação iônica por imersão em plasma, depois será realizada a colagem de *strain gages* nestas amostras para a realização de ensaios de compressão. As ligas Ti-6Al-4V serão usadas como comparação da resistência a compressão dessas ligas.

No equipamento de plasma a implantação de íons por imersão em plasma será realizada utilizando o gás nitrogênio, esse equipamento produz um plasma com descarga luminescente de corrente contínua e densidade de 10^{10} cm^{-3} , tipicamente. Tal plasma será produzido em pressão de 5 mTorr no modo de corrente contínua, serão usados pulsos de alta tensão de 14 kV, 40 μs de duração e 300 Hz de frequência por 120 minutos. Será realizada a determinação dos detalhes da estrutura cristalina das peças implantadas por DRX. As imagens das fraturas serão obtidas pelo MEV nos modos elétrons secundários e retro-espalhados.

A Figura 4.1 mostra a câmara de tratamento 3IP de alta temperatura onde será realizado o tratamento em uma amostra de cada liga. As amostras de Ti-Si-B serão suportadas por um arame de aço inoxidável que desempenha o papel do anodo de descarga.

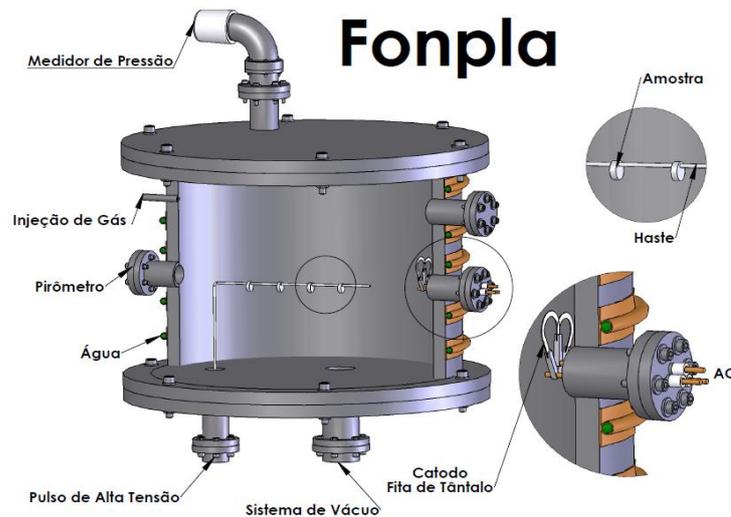


Figura 4.1 - Câmara FONPLA, processo 3IP de alta temperatura.

O ensaio de compressão será realizado à temperatura ambiente em uma máquina de ensaios universal de acordo com a norma ASTM E9. O corpo-de-prova será posicionado no centro das placas da máquina que possui uma relação comprimento/diâmetro de aproximadamente 2:1 para evitar que ocorra a flambagem. Para minimizar o atrito entre o corpo-de-prova e a placa da máquina de ensaios, as faces do corpo-de-prova serão revestidas com uma fina camada de vaselina.

5- REFERÊNCIAS

- 1- Ramaseshan, R.; Kakitsuji, A.; Seshadri, S.K.; Nair, N.G.; Mabuchi, H.; Tsudaa, H.; Et al. Intermetallics Vol. 7 (1999) p. 571-577.
- 2- Appel, F.; Wagner, R. Mater Sci Eng Vol. R22 (1998) p.187-268.

- 3- Mabuchi, H.; Harada, K.; Tsuda, H.; Nakayama, Y. ISIJ Int Vol. 31 (1991) p. 1272-1278.
- 4- Rao, K.P.; Zhou, J.B. Mater Sci Eng Vol. A356 (2003) p.208- 218.
- 5- Rao, K.P.; Du, Y.J. Mater Sci Eng Vol. A277 (2000) p. 46-56.
- 6- Couret, A.; Moolénat, G.; Galy, J.; Thomas, M. Intermetallics Vol.16 (2008) p.1134-1141.
- 7- Mei, B.C.; Miyamoto, Y. Mater Chem Phys Vol.75 (2002) p. 291-295.
- 8- Alman, D.E. Intermetallics Vol.13 (2005) p.572-579.
- 9- Zhang, W.K.; Gao, L.Z.; Lei, Y.; Yang, B.J.; Li, J.; Xiao, L.; et al. Mater Sci Eng Vol. A13 (2010) p. 572-579.
- 10- Wang, Y.H.; Lin, J.P.; He, Y.H.; Wang, Y.L.; Chen, G.L. J Alloys Comp. Vol.468 (2009) p. 505-511.
- 11- TADDEI, E. B. et al. Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, Vol. 23, n. 2, (2004) p. 68-72.
- 12- Moody, N.R.; Garrison, W.M., Jr.; Smugeresky, J.E.; Costa, J.E.; Metall. Trans. A. Vol.24, (1993) p.161.
- 13- Smugeresky, J. E; Dawson, D. B.; Powder Technol. Vol.30 (1981) p.87-94.
- 14- Schaeffer L. Forjamento – Uma introdução ao processo. Porto Alegre: Ed. Imprensa Livre, 1ª edição, 2001.
- 15- Tian, X.B.; Chu, P.K.; Rev. Sci. Instrum. Vol.71 (2000) p.2839.
- 16- McKenzie, D.R.; Newton-McGee, K.; Ruch, P; Bilek, M.M.; Gan, B.K.; Surf. Coat. Technol. Vol.186 (1–2) (2004) p.239.
- 17- Tian, X.B.; Zeng, Z.M.; Tang, B.Y.; Fu, K.Y.; Kwok, D.T.K.; Chu, P.K.; Mater. Sci. Eng. A Vol. 282 (1–2) (2000) p.164.
- 18- Wei, R.; Booker, T.; Rincon, C.; Arps, J., Surf. Coat. Technol. Vol.186 (1–2) (2004) p.305.
- 19- Tian, X.B.; Chu, P.K.; Fu Rick; Yang, S.Q., Surf. Coat. Technol. Vol.186 (2004) p.190.
- 20- Oliveira, R.M.; Gonçalves, J.A.N.; Ueda M; Rossi.J.O.; Rizzo,P.N.; Surf. Coat. Technol Vol.204 (2010) p. 3009-3012.

21- 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.