

## Relatório de Pesquisa

Título do projeto de pesquisa: Obtenção de ligas de titânio por metalurgia do pó  
Bolsista: Ana Carolina Teixeira Neves da Silva  
Orientador (a): Vinicius André Rodrigues Henriques  
Período a que se refere o relatório: Março de 2014 a Julho de 2014

**Resumo:** As ligas de titânio são excelentes opções para aplicações aeroespaciais, devido à combinação única de resistência mecânica e propriedades físicas. A indústria aeroespacial é responsável hoje pelo consumo de 75% da produção mundial de titânio. Este estudo visou o desenvolvimento por metalurgia do pó de uma nova liga titânio denominada ATI-425 (Ti 4Al-2.5V-1,5Fe) obtida utilizando pós elementares e pré-ligados. A metalurgia do pó é uma das técnicas de manufatura mais competitivas no mercado, permitindo a produção de peças com geometrias complexas, com baixa perda de material, alta homogeneidade química e microestrutural e baixa porosidade. Processamentos por fusão a arco foram utilizados para a produção de lingotes de TiAl e FeAl, com posterior moagem para obtenção de pós pré-ligados. As amostras foram caracterizadas por microscopia óptica e eletrônica de varredura (MEV) e análises de dureza e densidade. Foi possível analisar a evolução microestrutural da liga e demonstrar a viabilidade do uso de pós pré-ligados.

### 1. Introdução

Na pesquisa atual, muitas ligas de titânio vem sendo desenvolvidas para aplicações na indústria aeroespacial objetivando melhorar suas propriedades específicas, redução de custos e o estabelecimento de novas técnicas de processamento [1,2,3]. A liga ATI-425 foi desenvolvida para atender às especificações da liga Ti-6Al-4V [2,3], reduzindo-se os teores de Al e V e adicionando-se Fe, com efetiva redução de custo, o que a torna comercialmente atrativa [1,2].

O anúncio do desenvolvimento da liga ATI-425 com a composição nominal de Ti 4Al-2,5%V-1,5%-Fe-0,25%O se deu em agosto de 2003, pela Allegheny Technologies Wah Chang, [4,5,6]. Em 2006, a liga foi designada pela ASTM como grau 38 ganhando a especificação (AMS-6946), uma aprovação para uso em aplicações aeroespaciais [7]. Além

disso, tem sido avaliada como material alternativo para lâminas de rotor de helicóptero em condições abrasivas [8] e foi utilizada no Phoenix Mars Lander lançado em 2007 a Marte [7].

Este trabalho tem por objetivo o estudo pioneiro do desenvolvimento microestrutural da liga ATI-425 obtida por rotas de metalurgia do pó (M/P) a partir de pós elementares e pré-ligados visando a determinação dos parâmetros de sinterização e mistura para a obtenção de uma microestrutura homogênea com reduzida porosidade.

## 2. Material e métodos

Neste estudo foram utilizados pó hidrogenado de titânio ( $TiH_2$ ) produzido a partir de esponja de titânio hidrogenada a  $500^\circ C$  por 3h. A desidrogenação desse pó ocorre durante a sinterização e permite uma maior densificação das amostras.

Para o desenvolvimento da liga ATI-425 por metalurgia do pó utilizou-se duas rotas de processamento a partir de pós elementares e pós pré-ligados.

### 2.1- Rota 1 – Pós Elementares

Nesta rota utilizou-se pó hidrogenado de titânio e pós de alumino, ferro e vanádio no estado metálico fornecidos pela Alcoa, Höganäs e Sigma-Aldrich respectivamente, produzidos pelo processo de atomização.

### 2.2- Rota 2- Pós pré-ligados

Em virtude dos resultados obtidos pela rota 1, decidiu-se pela avaliação da utilização de pós pré-ligados visando aumentar a densificação e homogeneidade microestrutural. Eles foram produzidos a partir de lingotes dos intermetálicos Ti-Al e  $Fe_2Al_5$  obtidos por fusão a arco sob atmosfera de argônio (Figura1). Os lingotes obtidos seguiram para a posterior moagem em moinho rotativo por 2h e peneiramento com utilização de pós somente na faixa de  $35\mu m$ . Foram utilizadas quantidades específicas dos dois pós pré-ligados e de pó de titânio hidrogenado e vanádio para alcançar a estequiometria da liga.



**Figura 1:** Lingotes dos intermetálicos (Ti-Al e  $Fe_2Al_5$ ) obtidos por fusão à arco.

### 2.3- Processamento

Os pós foram misturados num misturador em forma de Y na estequiometria da liga durante 1h, a 65 rpm. Após a mistura, os pós foram prensados uniaxialmente a frio a 60 MPa, por 20 s em matriz de camisa flutuante de 20 mm de diâmetro. Posteriormente, as amostras foram encapsuladas sob vácuo em moldes de borracha flexíveis e inseridas no vaso de pressão cilíndrico para prensagem isostática a frio a 400 MPa. A sinterização foi realizada em forno de alto vácuo (10<sup>-7</sup> Torr), utilizando-se um cadinho de nióbio, em temperaturas que variaram entre 800-1500 °C a uma taxa de aquecimento de 20 °C/min e com patamar de 1h.

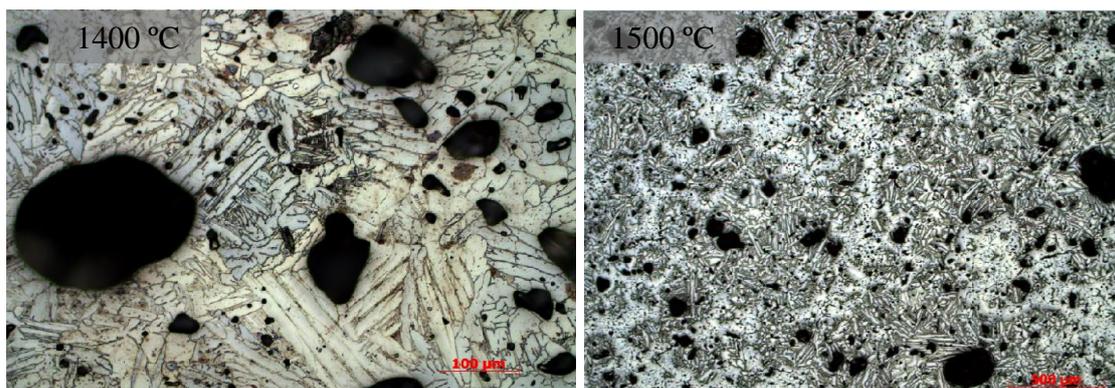
### 2.4 – Caracterização

A fim de preparar a superfície metálica foi realizada a sequência metalográfica de lixamento (lixas: 220/400/600/1200), polimento (alumina + ácido oxálico) e ataque químico (Kroll -1,5 ml de HF + HNO<sub>3</sub> 2,5 ml + 100 ml de H<sub>2</sub>O). Após a revelação da microestrutura o desenvolvimento microestrutural das amostras sinterizadas foi investigado por microscopia ótica (MO) com luz polarizada e microscopia eletrônica de varredura (MEV) no modo retroespalhados (BSE). As medições de dureza foram realizadas por um equipamento Micromet 2004, Buehler, com carga de 300 kgf e as análises de densidade determinadas pela técnica de Arquimedes.

## 3. Resultados

### 3.1- Rota 1 – Pós Elementares.

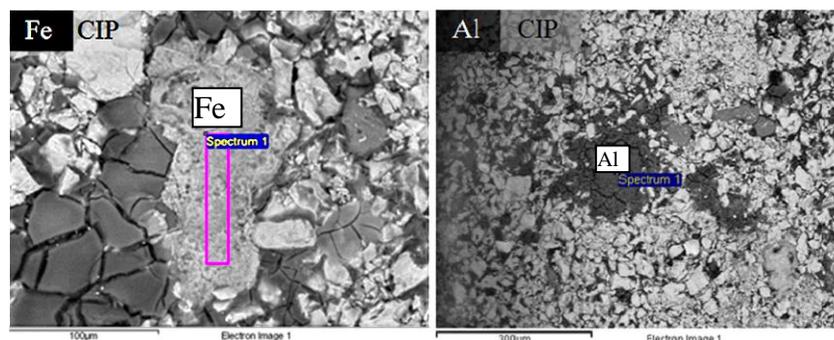
O acompanhamento do desenvolvimento microestrutural da Rota 1 da liga ATI-425, mostrou a tendência do desenvolvimento de uma microestrutura Widmanstätten a partir da dissolução dos estabilizadores de fase  $\beta$ , ferro e vanádio (Figuras 2 a 4).



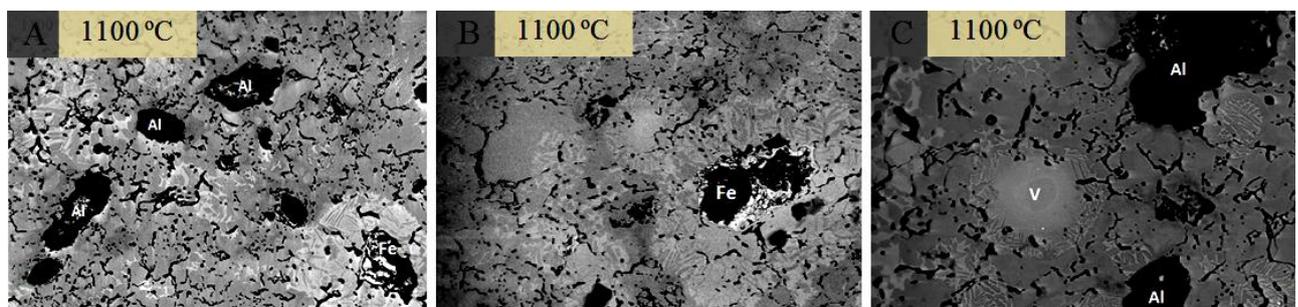
**Figura 2:** Microestrutura da liga ATI-425 rota 1, sinterizada à 1500 °C (MEV).

Nas amostras apresentadas pode-se perceber a presença de macroporos gerados pela dissolução de partículas grosseiras e aglomerados, na rede do titânio. Na amostra de 1500 °C pode-se perceber que ela não apresenta homogeneidade microestrutural (Figura 2).

As análises por EDS permitiram uma investigação mais detalhada da origem da formação desses macroporos presentes nas amostras. Sendo possível determinar que os poros são formados pela dissolução muito rápida dos aglomerados e partículas grandes de alumínio e ferro. Na Figura 3, são apresentados uma partícula de ferro e um aglomerado de alumínio (maiores que 100 $\mu$ m) na amostra da liga após prensagem isostática a frio (CIP). Na Figura 4 são apresentadas imagens de MEV da amostra sinterizada a 1100 °C, estas figuras permitem a percepção de como acontece dissolução dos elementos de liga. A principal diferença entre o poro formado pelo alumínio e pelo ferro é devido ao Al ser um estabilizador  $\alpha$ , logo sua dissolução não gera fase  $\beta$ , já a dissolução do ferro provoca a estabilização da fase  $\beta$ , apresentando um macroporo imerso em estrutura Widmanstätten. Na Figura 4C temos a dissolução de outro estabilizador de fase  $\beta$ , o vanádio que tem uma dissolução mais lenta e permitindo a densificação, sem a geração de poros.



**Figura 3:** Identificação de alumínio e ferro por EDS em amostra após prensagem isostática a frio (CIP/MEV).



**Figura 4:** Identificação dos macroporos, por MEV.

Na Tabela 1 estão apresentados os resultados da Microdureza Vickers. Os valores obtidos são mais altos que o esperado (teórico), isso se explica provavelmente por um teor alto de oxigênio na rede cristalina. A densidade teve o comportamento esperado aumentando

gradativamente com a elevação temperatura de sinterização, porém ainda são resultados muito abaixo da densidade teórica.

**Tabela 1:** Densidade e microdureza da liga ATI-425.

ATI – 425 PE	Verde	800°C	900°C	1000°C	1100°C	1200°C	1300°C	1400°C	1500°C	Teórica
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	3,21	3,58	3,62	3,59	3,87	3,93	4,00	4,16	4,16	<b>4,48</b>
Dureza (HV)	-	-	-	206,6	299,1	313,2	592,4	490,58	542,0	<b>354,0</b>

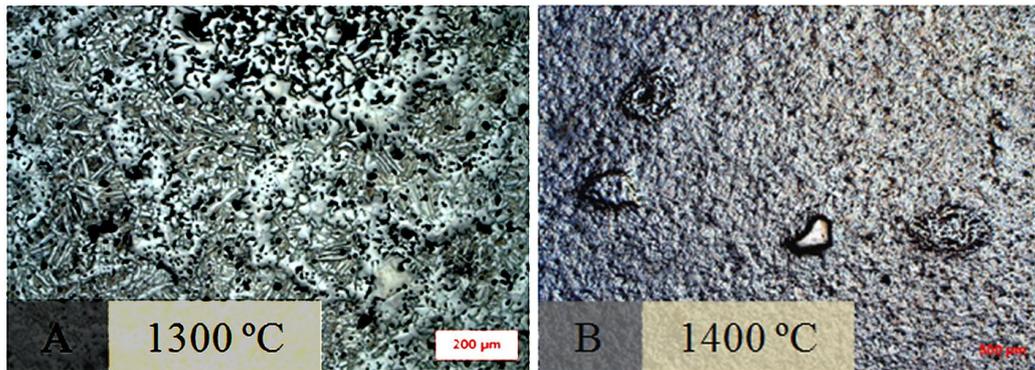
### 3.2- Rota 2- Pós pré-ligados

As amostras obtidas pela Rota 2 apresentaram alta homogeneidade da microestrutura, mostrando-se totalmente Widmanstätten, como pode ser visualizado na Figura 5 para a amostra sinterizada a 1500 °C. Revelando que o uso de pós pré-ligados é uma escolha muito eficiente na busca de uma microestrutura homogênea. Por meio da microscopia óptica foi possível o estudo da formação dessa microestrutura, possibilitando perceber que a utilização dos pós pré-ligados além de melhorar a homogeneidade da microestrutura, eliminou com sucesso a formação dos macroporos presentes nas amostras da Rota 1 oriundos da dissolução do Fe e do Al.



**Figura 4:** Microestrutura da liga ATI-425 rota 2, sinterizada à 1500 °C.

Como pode ser observado na Tabela 2 a densidade da liga, melhorou consideravelmente, atingindo-se valores bem próximos aos teóricos. Na Figura 6 pode-se perceber a evolução crescente da estrutura Widmanstätten a partir da dissolução dos pós pré-ligados a 1300°C e que ainda existe a presença de aglomerados ou partículas grandes do pré-ligado  $Fe_2Al_5$ , formando regiões porosas e que só são consumidas a 1500 °C. Apesar da macroporosidade ter sido totalmente eliminada e a densidade melhorada, há a necessidade ainda de avaliações principalmente referente a granulometria dos pós, visando a eliminação de partículas grosseiras. A otimização do tempo de mistura pode ser um fator importante para a eliminação dos aglomerados ainda existentes.



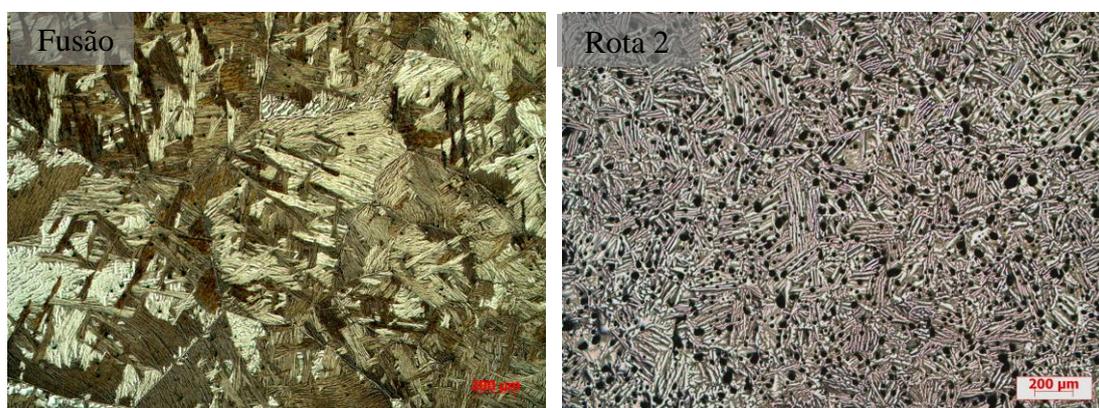
**Figura 5:** Microestrutura da liga ATI-425 rota 2, sinterizada à 1300 e 1400 °C.

**Tabela 2:** Densidade e microdureza da liga ATI-425.

ATI – 425 PP	900°C	1100°C	1300°C	1400°C	1500°C	Teórica
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	3,71	3,93	4,25	4,30	4,39	<b>4,48</b>
Dureza (HV)	-	310,56	464,42	469,82	462,0	<b>354,0</b>

### 3.3-Fusão

A liga ATI-425 foi também obtida a partir da técnica de fusão à arco. Fazendo-se uma comparação com a microestrutura obtida por metalurgia do pó, pode-se notar que a liga produzida por M/P apresenta porosidade residual enquanto que a por fusão mostra-se totalmente densificada, explicando os valores de densidade mais baixos. A microestrutura alcançada em ambos os casos mostra-se, totalmente Widmanstätten e homogênea, na fusão percebe-se contornos de grãos bem definidos e grosseiros, já na liga obtida por metalurgia do pó, os contornos de grãos são bem menores. As duas ligas apresentam também valores elevados de microdureza (Tabela 3), provavelmente devido à presença de O.



**Figura 2:** Microestrutura da liga ATI-425 obtido pela técnica de fusão à arco.

**Tabela 3:** Densidade e microdureza da liga ATI-425 obtida por fusão e M/P.

ATI - 425	FUSÃO	Teórica
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	4,46	<b>4,48</b>
Dureza (HV)	425,9	<b>354,0</b>

#### 4 – Conclusões

Os resultados microestruturais indicaram que a liga AT-425 tem um elevado potencial de produção por M/P. A utilização do pó de hidreto de titânio ( $TiH_2$ ) é eficiente para a produção da liga e uma de suas principais vantagens reside na eliminação do hidrogênio durante a sinterização, permitindo uma maior densificação. A estrutura Widmanstätten aumenta com a dissolução das partículas de ferro e de vanádio ( $\beta$ -estabilizadores), que atuam como agente de nucleação para a propagação da microestrutura. Os macroporos presentes na microestrutura da Rota 1 são devido à rápida dissolução das partículas de Fe e Al, em matriz de titânio (efeito Kirkendall). Na Rota 2 observa-se uma maior homogeneidade da microestrutura e redução da macroporosidade Kirkendall, devido a a utilização dos pós pré-ligados TiAl e  $Fe_2Al_5$ . A utilização de pós pré-ligados na Rota 2 é mais eficientes para a produção da liga, pois possibilitou uma melhor densificação e homogeneidade microestrutural sem a formação de macroporos. Porém os parâmetros de mistura ainda precisam de atenção, pois aglomerados ainda são encontrados. Este estudo representa os primeiros resultados da obtenção dessa liga por M/P e será divulgado brevemente em revista científica da área de materiais avançados.

#### 5 – Referências

1. Foltz J., Haas E., Bayha T. D., Mahoney B., et al, “Development of Electron Beam Single Metting (EBSM) of ATI 6-4 TM Alloy and ATI 425® Alloys,” AeroMat 2013.
2. <http://www.william-rowland.com/news/new-titanium-alloy-ati-425> in 17/03/2014 at 10:32.
3. [http://www.atimetals.com/Documents/ati\\_425\\_alloy\\_tds\\_en\\_v5.pdf](http://www.atimetals.com/Documents/ati_425_alloy_tds_en_v5.pdf) in 20/03/2014 at 14:43.
4. <http://www.atimetals.com/products/425-alloy/Pages/default.aspx> in 20/04/2014 at 11:13.
5. [http://en.wikipedia.org/wiki/ATI\\_425\\_Titanium\\_Alloy](http://en.wikipedia.org/wiki/ATI_425_Titanium_Alloy) in 20/04/2014 at 11:20
6. <http://pdf.secdatabase.com/1429/0000950123-10-068963.pdf> in 13/05/2014 at 9:00.
7. [http://www.thefreelibrary.com/ATI+425\(R\)+Titanium+Alloy+Key+Material+for+Mars+Lander+Analytical...-a0172184733](http://www.thefreelibrary.com/ATI+425(R)+Titanium+Alloy+Key+Material+for+Mars+Lander+Analytical...-a0172184733) 19/04/2014 at 11:05.
8. Young K. W., Martinez M. E., “The Qualification of ATI 425 ® Alloy Titanium for Boeing CH-47 Chinook Helicopter Rotor Blade Erosion Caps,” AeroMat 2012.