

## Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Estudo da compactação e densificação de pós de hidreto de titânio

Bolsista: Cássia Costa Giroto

Orientador(a): Sergio Luis Graciano Petroni

Período a que se refere o relatório: Fevereiro de 2014 – Julho de 2014

### Resumo

A metalurgia do pó (M/P) é uma alternativa favorável para produção de componentes de titânio por permitir a obtenção de peças com dimensões próximas ao formato final, homogeneidade microestrutural e porosidade controlada. Das rotas de processo existentes para a obtenção de componentes por M/P, a consolidação direta utilizando pós de hidreto de titânio ( $TiH_2$ ) é uma alternativa economicamente vantajosa e ambientalmente sustentável, justamente por realizar a desidrogenação dos pós simultaneamente à sinterização. O objetivo deste trabalho é estudar a compactação e densificação de pós de hidreto de titânio visando o dimensionamento de um processo de produção de componentes em escala piloto. Para isso, foram avaliadas a influência do tamanho de partícula dos pós, teor de lubrificantes e tempo de sinterização sobre a porosidade e densidade das amostras sinterizadas.

### 1. Introdução

O titânio é um elemento com excelentes propriedades físicas sendo utilizado em aplicações nas áreas aeroespacial, química, biomédica e de arquitetura <sup>[1,2]</sup>. Dentre estas excelentes propriedades físicas estão: sua elevada relação resistência/densidade, excelente biocompatibilidade, resistência à corrosão e resistência mecânica em temperaturas relativamente altas <sup>[1,3]</sup>.

A metalurgia do pó (M/P) é um conjunto de técnicas utilizadas para a produção de componentes metálicos ou cerâmicos por meio de produção do pó e da sua consolidação pela aplicação de pressão e calor em temperaturas abaixo do ponto de fusão do constituinte majoritário <sup>[4]</sup>. Por este motivo, a M/P é apontada como uma alternativa favorável para

produção de componentes de titânio por apresentar uma série de vantagens, como a obtenção de peças com dimensões próximas ao formato final (evitando desperdícios), homogeneidade microestrutural e porosidade controlada <sup>[5]</sup>. Das rotas previstas para a obtenção de peças por M/P, a consolidação direta utilizando pós de  $TiH_2$ , apresenta-se como uma técnica rentável e ambientalmente sustentável por suprimir a etapa de desidrogenação. Além disso, apresenta outras vantagens, como a maior densificação em função da saída do hidrogênio e porosidade mais fina e melhor distribuída <sup>[6]</sup>.

O objetivo deste trabalho é estudar a compactação e densificação de pós de hidreto de titânio visando a determinação de parâmetros para o dimensionamento de um processo de produção de componentes de titânio em escala piloto. Para isso foram avaliadas a influência das variáveis: tamanho de partícula, teor de lubrificante e tempo de sinterização sobre a quantidade de poros e densidade das amostras sinterizadas. Pode-se analisar também se a adição de lubrificantes é vantajosa, já que pode minimizar o atrito entre as partículas do pó e do pó com a matriz, podendo evitar falhas e/ou trincas e também o desgaste excessivo das ferramentas.

## 2. Materiais e métodos

### 2.1 Utilização dos pós de $TiH_2$

Foi utilizado pó de  $TiH_2$  preparado a partir da hidrogenação de finos de esponja de titânio produzidos na Divisão de Materiais do IAE, na faixa granulométrica  $< 355 \mu m$  e  $< 155 \mu m$ . Foram preparadas amostras de 1,0 g de pó com a adição de lubrificantes nas concentrações de 0,5 % e 1,5 %. Os lubrificantes utilizados foram Acrawax C em pó (ACP), Estearato de Zinco (EZN), Kenolube (KL), Lube E (LE). Todos os ensaios foram feitos em duplicata.

### 2.2 Ensaios de extração

As amostras foram compactadas em matriz cilíndrica de aço de 10 mm de diâmetro até 600 MPa. Depois de compactadas, foram submetidas a ensaios de extração em máquina universal de ensaios mecânicos INSTRON 4301, para que fosse possível analisar a força de extração da matriz. As densidades a verde ( $\rho_g$ ) das amostras compactadas foram calculadas por meio das medidas de suas dimensões com micrômetro e respectivas massas. Em seguida, as amostras

foram sinterizadas em forno à vácuo Thermal Technology 1000, à 1200 °C por 1 h e 2 h, e tiveram suas medidas de densidade sinterizada ( $\rho_s$ ) efetuadas.

### **2.3 Análise química e microestrutural**

Depois de sinterizadas, as amostras foram cortadas, embutidas, lixadas e polidas como parte da preparação metalográfica. Após a preparação, as amostras foram atacadas por uma solução Kroll para que pudesse ser feita a análise microestrutural em microscópio óptico Zeiss Axio Imager A2M. Além disso, foram determinados, por análise química nos equipamentos LECO CS200 e TC500, os teores de elementos intersticiais (C, O e N) pelas técnicas de combustão e detecção por infravermelho e termococondutividade.

## **3. Resultados**

### **3.1 Ensaio de extração**

Nas Figuras 1 e 2 são mostradas as curvas obtidas no ensaio de extração, onde se pode observar que o uso de lubrificantes reduz significativamente a força de extração das amostras. Além disso, para sacar as amostras com maior teor de lubrificante (1,5%), foi necessária uma menor força comparada às amostras com menor teor de lubrificante (0,5%), indicando uma relação inversamente proporcional entre a quantidade de lubrificante e a força de extração. Analisando a diferença de comportamento entre os lubrificantes, pode-se observar pouca variação entre eles, não tendo sido verificada a mesma sequência de forças de extração quando da variação da concentração de lubrificantes de 0,5 para 1,5 %. Quanto ao tamanho de partícula (<150  $\mu\text{m}$  e <355  $\mu\text{m}$ ), pode-se observar que para tamanho de partícula maior, a força necessária para extração foi menor do que para o pó mais fino.

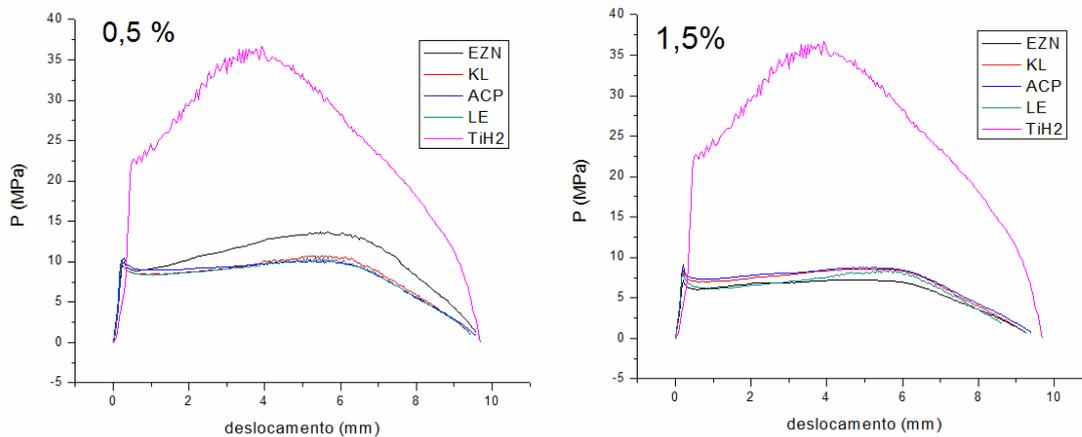


Fig. 1. Ensaio de extração com lubrificantes. (Utilizando pó de  $\text{TiH}_2 < 150 \mu\text{m}$ )

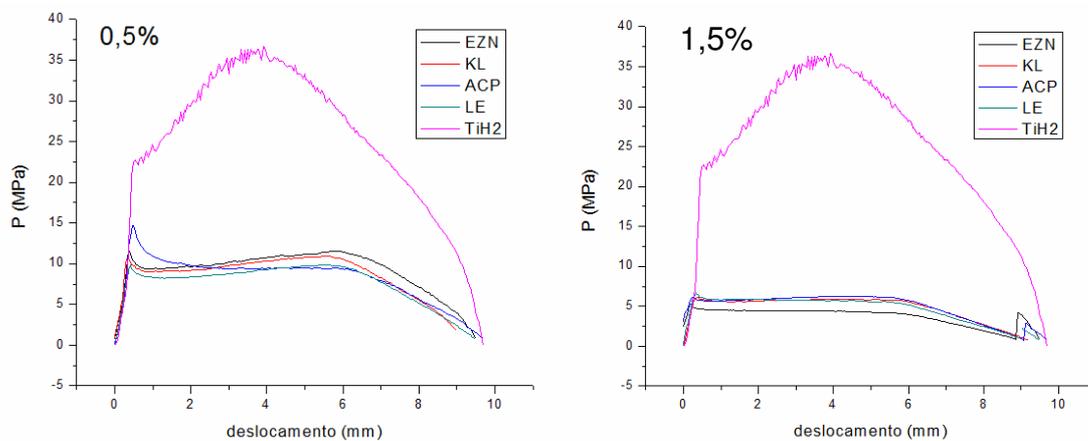


Figura 2. Ensaio de extração com lubrificantes. (Utilizando pó de  $\text{TiH}_2 < 355 \mu\text{m}$ )

Na Tabela 2 são apresentadas as densidades a verde e sinterizada das amostras preparadas com  $\text{TiH}_2$  com tamanho de partícula de  $< 355 \mu\text{m}$ , com e sem a adição de lubrificantes.

Tabela 2. Densidades a verde e sinterizada das amostras com lubrificantes.

	$\rho_g \text{ (g/cm}^3\text{)}$		$\rho_s \text{ (g/cm}^3\text{)}$	
	0,5 %	1,5 %	0,5 %	1,5 %
$\text{TiH}_2$	3,105 ± 0,005		4,076 ± 0,038	
$\text{TiH}_2 \text{ (ACP)}$	3,099	3,137	4,093	4,094
$\text{TiH}_2 \text{ (EZN)}$	3,105	3,135	4,098	4,079
$\text{TiH}_2 \text{ (KL)}$	3,100	3,137	4,092	4,082
$\text{TiH}_2 \text{ (LE)}$	3,130	3,106	4,107	4,049

É possível observar que a adição de lubrificantes não provocou alteração significativa dos valores de densidade em função do lubrificante utilizado nem em comparação à amostra sem lubrificante. O aumento da concentração de lubrificante resultou em um ligeiro aumento das

densidades a verde. Os valores das densidades sinterizadas representam uma densificação de aproximadamente 91 %, que é considerado um valor baixo para M/P.

Já na Tabela 3 são apresentadas as densidades das amostras de  $TiH_2$  com EZN, com tamanhos diferentes de partículas e diferentes tempos de sinterização. É possível observar que quanto maior o tempo de sinterização, maior a densidade da amostra. Além do tamanho de partícula que houve maior alteração nas amostras com tamanho de partícula  $<150 \mu m$ . Para as amostras sinterizadas por 2 h foi alcançada a densificação de até 94 %, o que já é um valor aceitável para M/P.

Tabela 3. Densidades a verde e sinterizada das amostras com EZN

Tempo de sinterização	Tamanho de partícula	%EZN	$\rho_g$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho_s$ (g/cm <sup>3</sup> )
1 h	$<355 \mu m$	0,5	3,125	3,933
		1,5	3,169	3,937
	$<150 \mu m$	0,5	3,124	4,021
		1,5	3,153	4,019
2 h	$<355 \mu m$	0,5	3,144	4,115
		1,5	3,174	4,086
	$<150 \mu m$	0,5	3,140	4,196
		1,5	3,168	4,193

### 3.2 Análise química e microestrutural

Nas Figuras 3, 4, 5 e 6 são apresentadas as micrografias das amostras sinterizadas a partir do pó de  $TiH_2$  com adição de 1,5 % do lubrificante EZN e tempos de sinterização de 1 h e 2 h.

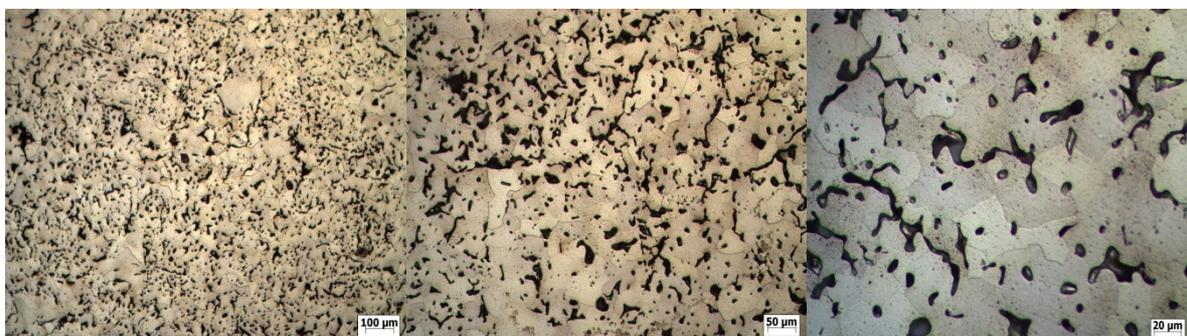


Figura 3. Amostras de Ti com 1,5% EZN/ $<355 \mu m$ /1h

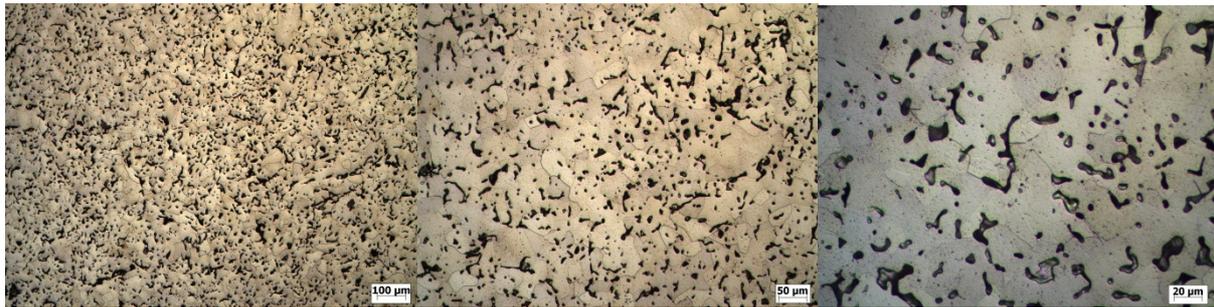


Figura 4. Amostras de Ti com 1,5% EZN/ $< 150 \mu\text{m}</math>/1h$

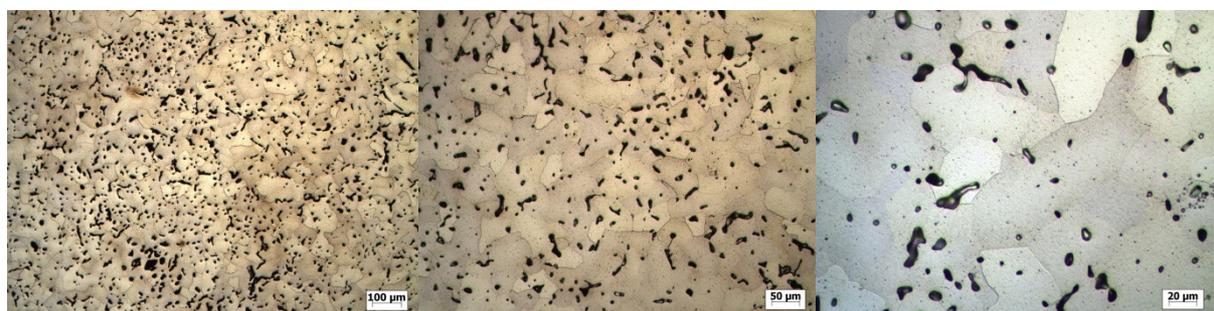


Figura 5. Amostras de Ti com 1,5% EZN/ $< 355 \mu\text{m}</math>/2h$

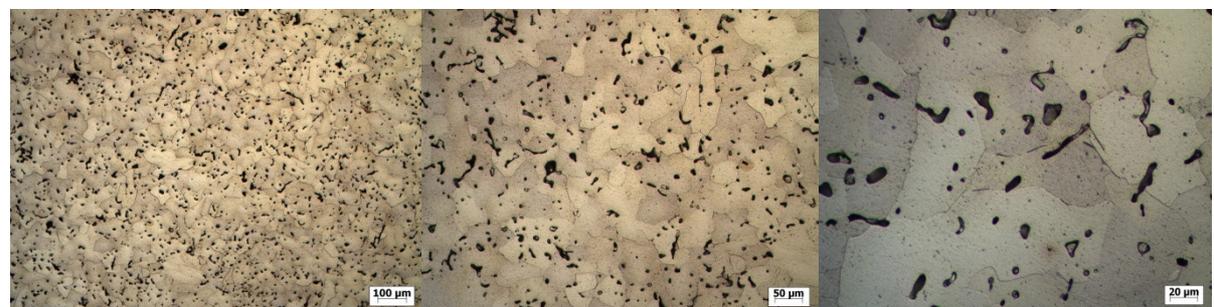


Figura 6. Amostras de Ti com 1,5% EZN/ $< 150 \mu\text{m}</math>/2h$

Não foi observada a formação de precipitados de carbonetos ou outros precipitados nos contornos de grão em função da adição do lubrificante de EZN. A porosidade obtida é uma característica inerente à técnica de M/P. Apesar disso, pode-se observar maior porosidade para as amostras correspondentes à utilização de pós mais grossos e menor tempo de sinterização (1 h). Quando foram utilizados o tempo de sinterização de 2 h e pó mais fino, obtém-se menos porosidade. Ainda com relação à possibilidade de contaminação das amostras pelo uso de lubrificantes, na Tabela 4 são apresentados os resultados das análises dos teores de C, O e N nas amostras sinterizadas.

Tabela 4. Teores de C, O e N nas amostras sinterizadas.

	C (%)		O (%)		N (%)	
	0,5 %	1,5 %	0,5 %	1,5 %	0,5 %	1,5 %
TiH <sub>2</sub>	0,063 ± 0,025		0,548 ± 0,042		0,049 ± 0,006	
TiH <sub>2</sub> (ACP)	0,050	0,059	0,523	0,512	0,039	0,056
TiH <sub>2</sub> (EZN)	0,048	0,053	0,501	0,534	0,048	0,052
TiH <sub>2</sub> (KL)	0,068	0,071	0,627	0,579	0,038	0,036
TiH <sub>2</sub> (LE)	0,065	0,062	0,585	0,537	0,059	0,048

Considerando os teores de C, O e N nas amostras com lubrificantes em relação à amostra sem lubrificante (Tabela 4), pode-se inferir que a adição de lubrificantes não provoca a contaminação das amostras sinterizadas.

#### 4. Conclusões

O estudo realizado de consolidação direta de pós de TiH<sub>2</sub> revelou que a adição de lubrificantes melhora significativamente a extração das amostras da matriz sem alterar os valores de densidade sinterizada. Não foi possível observar diferença significativa de desempenho entre os lubrificantes utilizados. Pode-se observar também que o aumento do tempo de sinterização de 1 h para 2 h aumenta a densificação e reduz a porosidade das amostras. As análises químicas dos teores de C, O e N e a análise microestrutural das amostras sinterizadas não evidenciaram qualquer tipo de contaminação por elementos intersticiais.

#### Referências

- [1] LUTJERING, G.; WILLIAMS, J.C. Titanium, Springer Verlag, Berlin, 2007.
- [2] BOLZONI, L.; RUIZ-NAVAS, E.M.; NEUBAUER, E.; GORDO, E. Inductive hot-pressing of titanium and titanium alloy powders, *Materials Chemistry and Physics*, v. 131, p. 672-679, 2012.
- [3] LEYENS, C.; PETERS, M. Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications. Wiley-VCH, Köln, Germany, 2003.



- [4] BRAGA, N. A.; BALDAN, M. R.; FERREIRA, N. G.; CAIRO, C. A. A. A.; NETO, F. P. Aspectos relacionados à obtenção e à caracterização de titânio com porosidade tridimensional, *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, v. 27, n. 3, p. 119-124, 2008.
- [5] FROES, F.H.; EYLON, D.; EICHELMAN, G.E.; BURTE, H.M. Developments in titanium powder metallurgy, *Journal of Metals*, v. 32, n. 2, p. 47-54, 1980.
- [6] ROBERTSON, I.M.; SCHAFFER, G.B. Comparison of sintering of titanium and titanium hydride powders, *Powder Metallurgy*, v. 53, n. 1, p. 12-19, 2010.