



Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Aperfeiçoamento de técnicas de metalurgia do pó para obtenção de ligas de titânio

Bolsista: JAMILSON OLIVEIRA COSTA

Orientador(a): Vinícius André Rodrigues Henriques

Período a que se refere o relatório: Agosto de 2014 a Julho de 2015

RESUMO.

Este estudo visou a produção da liga Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr por metalurgia do pó para utilização em peças de trem de pouso de aviões, em virtude de sua elevada relação resistência mecânica/peso. A obtenção de peças desta liga por metalurgia do pó pode contribuir para redução de custos devido à facilidades operacionais e elevado aproveitamento de materiais. Utilizando esta técnica foram produzidas amostras onde a adição de pó de Alumínio (causadora de porosidade) foi substituída por pó pré-ligado de TiAl e utilizados novos pós de Mo. Além disso, utilizou-se um novo processo de mistura visando alcançar uma maior homogeneidade microestrutural, que foi um dos problemas apresentados em experimentos anteriores. Após a mistura estequiométrica, as amostras foram prensadas uniaxial e isostaticamente a frio e sinterizadas a 1400° C. Neste relatório são apresentados resultados microestruturais, densificação e dureza das amostras produzidas. As amostras sinterizadas apresentaram microestruturas com elevada homogeneidade, o que possibilitou a finalização do desenvolvimento microestrutural de uma liga importante para o setor aeroespacial e de elaboração muito complexa.

1. INTRODUÇÃO.

As aplicações da liga Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr na indústria aeroespacial são tipicamente em componentes de fuselagem e para alta resistência como trens de pouso e componentes de flap. Ela pode substituir a liga Ti-10V-2Fe-3Al, em quase todas as aplicações aeroespaciais



devido a sua elevada temperabilidade e por possibilitar forjamentos de seção de maior espessura [1-2].

Dependendo do tipo de componente a ser produzido, em particular com formas complexas e próximos da geometria final, a metalurgia do pó (M/P) pode ser preferida. No entanto, se deve ter em mente que a microestrutura final e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas da liga, será fortemente dependentes de processos [3-4].

Desta forma, o desenvolvimento de processamento para a produção da liga Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr por M/P a partir de pós pré-ligados de TiAl pode ser uma rota eficiente e econômica, considerando seus custos mais baixos (uma condição necessária para viabilizar a expansão do uso da ligas de titânio). A principal contribuição deste trabalho situa-se na definição de parâmetros de processamento e na compreensão da evolução microestrutural para possibilitar a fabricação de peças com propriedades próximas às obtidas pelas técnicas convencionais.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1- Matérias-Primas e Mistura

Os pós de titânio foram produzidos a partir do processo de hidrogenação e utilizados em seu estado hidrogenado. O pó de cromo e molibdênio foi adquirido da Alpha Aesar. O pó pré-ligado de Ti-Al foi obtido por fusão a arco em atmosfera de argônio e posterior moagem dos lingotes por 3 horas. Todos os pós foram peneirados para a obtenção de uma granulometria média de 37 μm . O pó de vanádio foi obtido após purificação de lingotes e posterior moagem.

Foram utilizados dois processos de mistura. Um convencional, que utilizou um misturador rotativo vibratório por 2h e um segundo com misturador rotativo termomagnético, a úmido, por 1h, a 180 C°, em um Becker de vidro de 250 mL com 80 mL de álcool etílico e um elemento girante magnético ("peixinho") para 100 g de mistura da liga.



2.2- Compactação e Sinterização

As amostras foram prensadas uniaxialmente a frio a 100 MPa em matriz de aço de 15mm de diâmetro e isostaticamente a frio a 400 MPa. As amostras foram então sinterizadas em 1400 °C, em vácuo de 10^{-7} Torr, com taxa de aquecimento de 20 °C/min. Após atingir a temperatura especificada, as amostras permaneceram nesse patamar por 1 h.

2.3- Caracterização microscópica.

A preparação metalográfica envolveu etapas de embutimento em baquelite, lixamento, polimento (alumina + ácido oxálico) e ataque químico (reagente Kroll) na proporção de 3 mL HF: 6 mL HNO₃: 100 mL H₂O. As micrografias foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com identificação da composição química das fases presentes por EDS. Medidas de densidade foram realizadas pelo método de arquimedes.

2.4- Caracterização de Dureza e Difração de raio-x.

A dureza através de equipamento Microdurometro, com média de 10 pontos com carga aplicada de 300g por 12s. A difração de raios-X foi realizada usando radiação Cu-K α a 30kV (Rich-Seifert) para observação das fases presentes.

3. RESULTADOS.

3.1- Análise Microestrutural

Durante o desenvolvimento desse trabalho, a obtenção de amostras microestruturalmente homogêneas da liga Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr mostrou-se ser bastante complexa, principalmente devido à lenta dissolução das partículas de molibdênio em razão de seu elevado ponto de fusão (2610°C) [5]. Portanto várias técnicas foram utilizadas durante o período de desenvolvimento deste trabalho que incluíram o peneiramento dos pós, utilização de pós pré-ligados de Ti-Al e utilização de uma etapa de mistura mais eficiente. Neste relatório é dado ênfase à utilização de um pó de molibdênio recentemente adquirido (utilizado



em virtude da oxidação verificada no pó utilizado anteriormente) e manutenção da utilização do misturador magnético (por ter apresentado melhores resultados nos experimentos anteriores).

A Figura 1 apresenta uma comparação entre os resultados microestruturais obtidos pelo processo utilizado no relatório anterior e o obtido a partir dos novos parâmetros utilizados. No processo anterior, observou-se que com a utilização do misturador magnético foi possível obter uma mistura mais eficiente, o que possibilitou a dissolução das partículas de molibdênio (o que já foi uma evolução). Entretanto, observou-se que nas regiões onde havia uma certa concentração de partículas de Mo, houve uma consequente concentração de regiões de fase β circundadas por grande regiões de fase α , não obtendo-se uma homogeneidade microestrutural adequada. Com o novo processo e a utilização do novo pó de Mo a mistura pode ser feita com muito maior eficiência em virtude principalmente de redução na oxidação e umidade em relação ao pó antigo, que possivelmente proporcionavam pequenos aglomerados.

A utilização do novo pó de molibdênio em virtude de sua reduzida condição de umidade e oxidação permitiu a obtenção de uma microestrutura bifásica ($\alpha+\beta$) do tipo Widmanstätten com elevada homogeneidade e densificação (Figura 2).

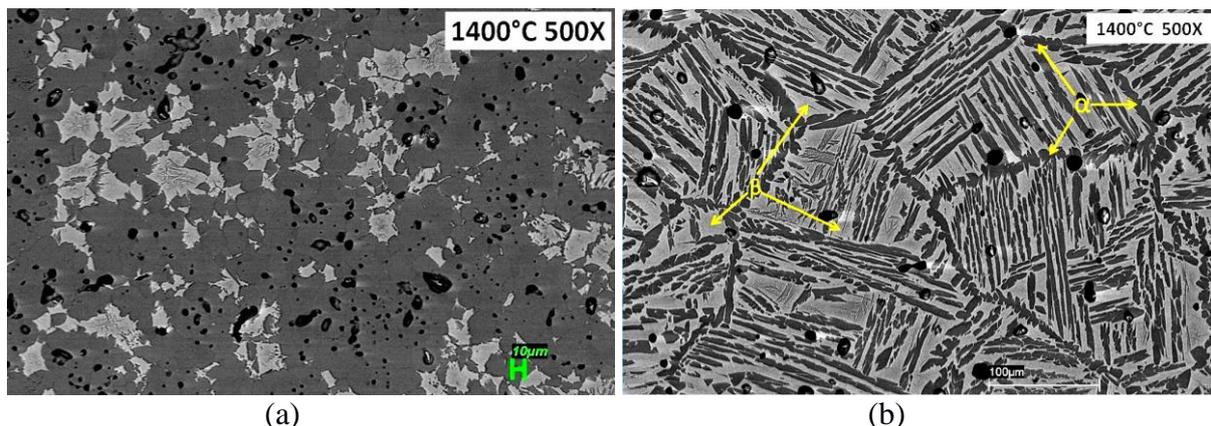


Figura 1 – Microestruturas de amostras da liga Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr sinterizadas a 1400°C/1h. (a) microestrutura obtida nos experimentos do relatório anterior e (b) microestrutura obtida com os novos parâmetros.

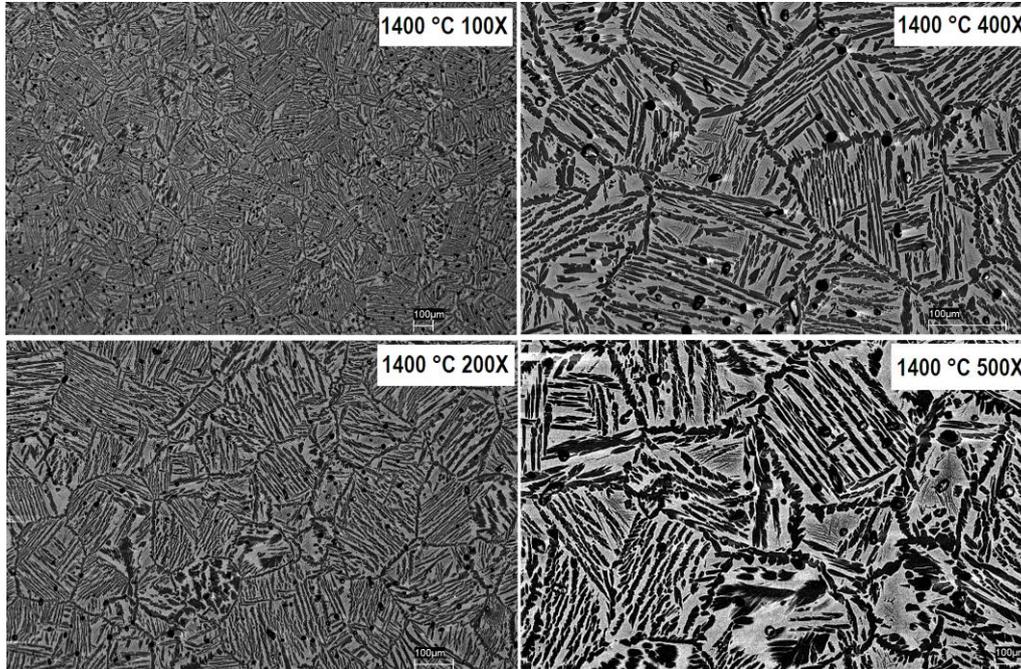


Figura 2 – Microestrutura de amostra da liga Ti-5V-5Mo-5Al-3Cr sinterizada a 1400°C/1h utilizando-se os novos parâmetros.

3.2- Análises por EDS

No processo inicial de mistura com misturador rotativo após sinterização a 1400°C, observou-se a presença de grandes aglomerados de molibdênio da ordem de 80 µm (Figura 3), enquanto pelo processo atual (Figura 4), a amostra apresentou-se microestruturalmente homogênea e não contém mais materiais em dissolução.

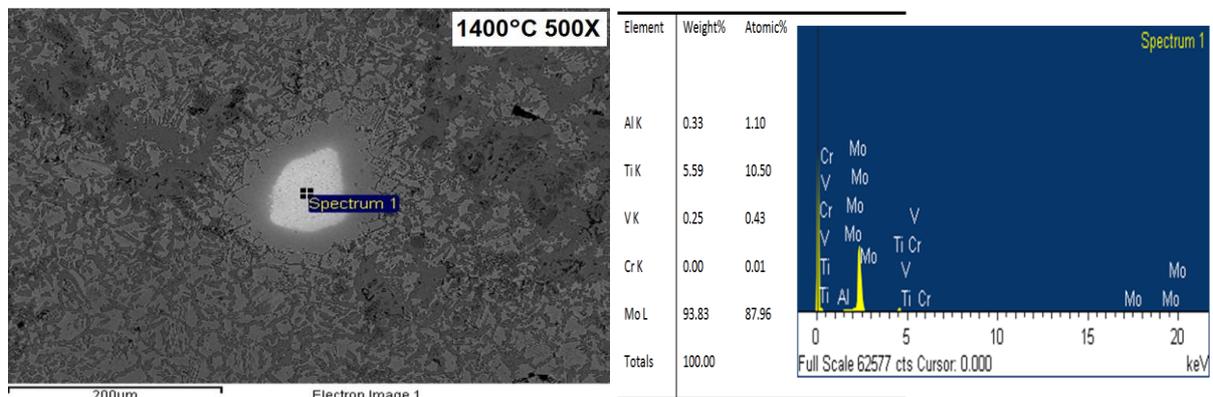


Figura 3 - Mistura rotativa com vibração, análises químicas por EDS na microestrutura de amostra sinterizada a 1400°C/1h.



Análises por EDS revelaram a composição das fases α e β presentes na microestrutura a 1400°C para a nova rota (Figura 4).

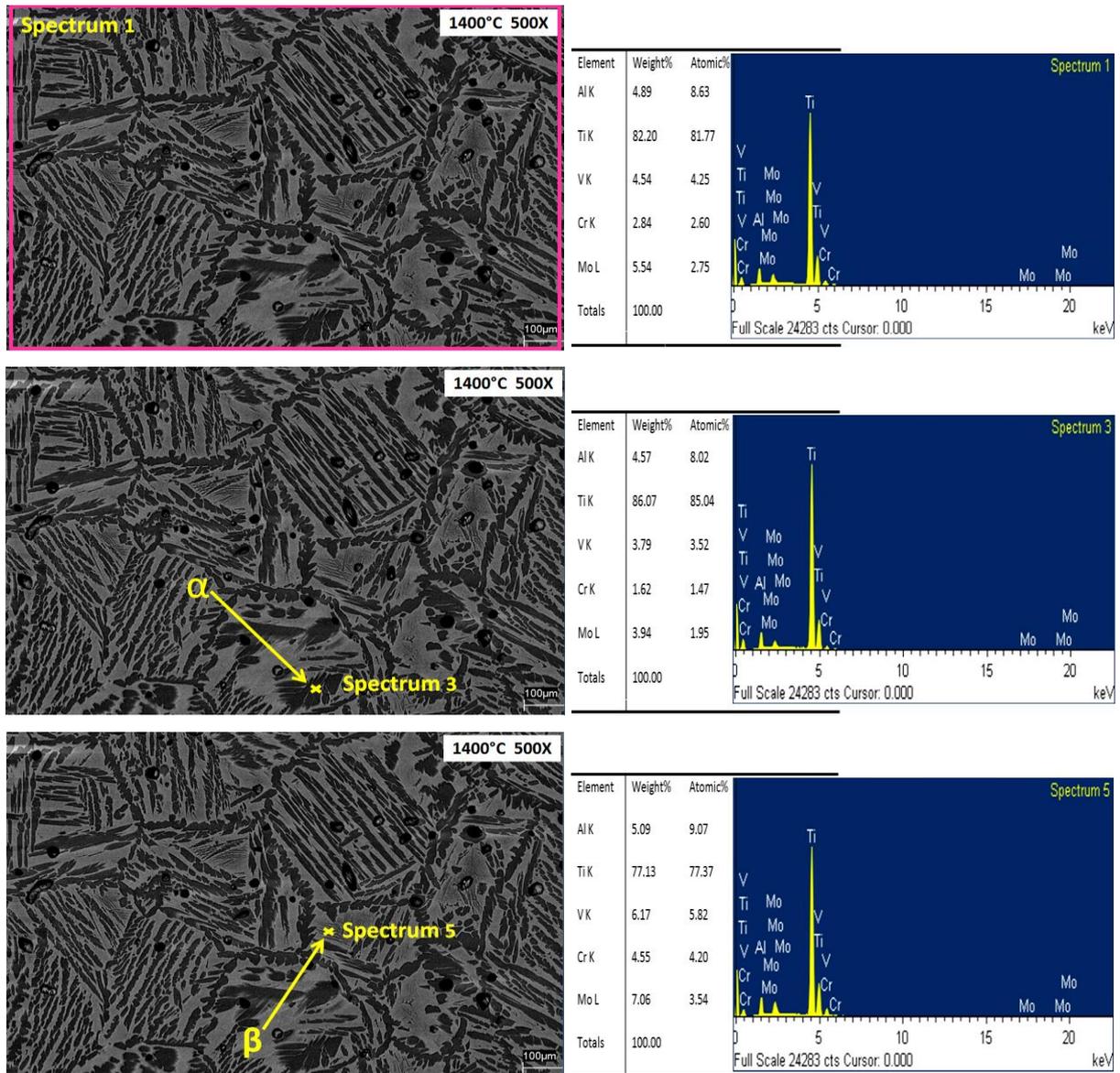


Figura 4 - Análises químicas por EDS nas fases α e β presentes na microestrutura de amostra da liga Ti-5V-5Mo-Al-Cr₃ sinterizada a 1400°C/1h, segundo os novos parâmetros.

3.3- Análises de Densidade

As análises de densidade mostraram um padrão coerente de aumento de densificação (em relação à densidade teórica: 4,67g/cm³) com o aumento da temperatura de sinterização



motivado pela aceleração dos processos difusivos. Dessa forma, a densificação máxima foi de $4,54\text{g/cm}^3$ (97,3%) da densidade teórica ($4,67\text{g/cm}^3$).

Observou-se um relevante aumento de densificação ao se comparar o processo atual com os processos anteriores (Figura 5).

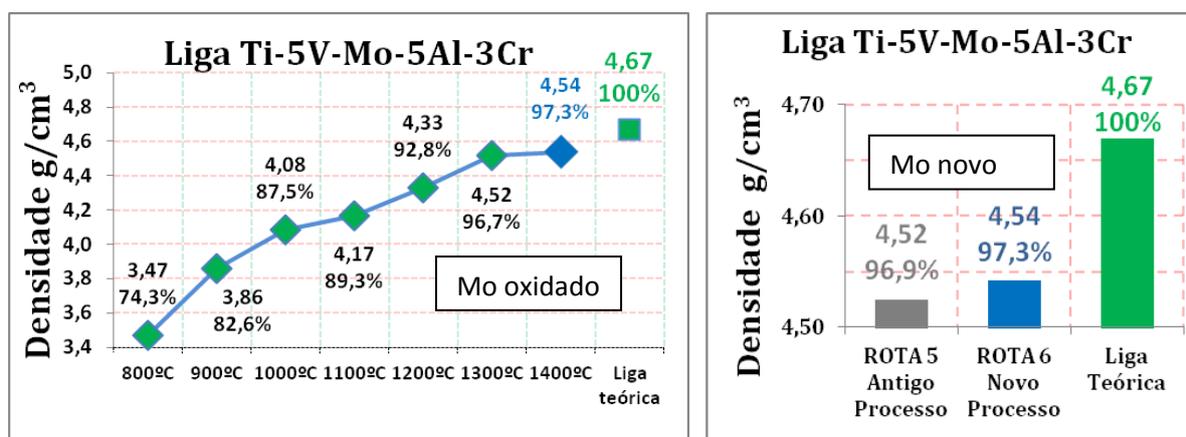


Figura 5 - Análises de densidades entre as diversas rotas da liga Ti-5V-5Mo-5Al-3Cr sinterizadas entre 800 °C a 1400 °C com patamar de 1h.

3.4- Análise de Dureza.

Observou-se um aumento crescente da dureza (Figura 6) em função do aumento da temperatura de sinterização motivado pelo aumento dos processos difusivos e de transporte de massa que promoveram densificação nas amostras.

Observa-se que os valores de dureza foram se aproximando do valor teórico com o aperfeiçoamento das rotas de processamento, obtendo-se o menor valor (492,39 HV) para a nova rota desenvolvida (Mo novo e uso de misturador magnético a úmido).

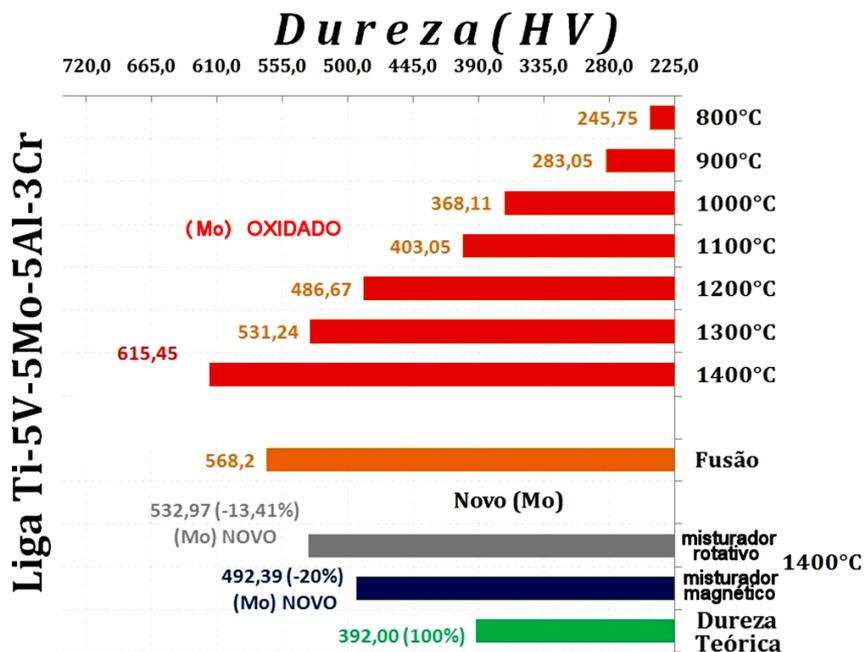


Figura 6 - Análises de dureza entre as rotas de sinterização com o pó de Mo oxidado (800-1400°C) e Mo novo (misturadores rotativo e magnético – 1400°C) da liga Ti-5V-5Mo-5Al-3Cr.

3.5- Análises por Difração de raios-X.

As análise de difração apenas indicaram picos das fases α e β coerentes com a microestrutura bifásica Widmanstätten. Não sendo observados picos de fases intermetálicas ou de outras impurezas.

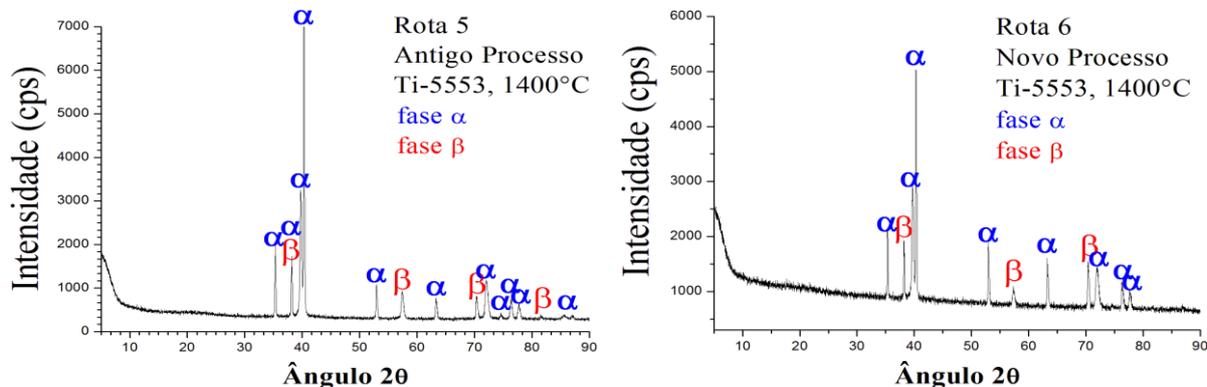


Figura 7 - Análises de difração de raio-X liga Ti-5V-5Mo-5Al-3Cr entre os processos de mistura rotativa (antigo) e mistura magnética (novo) ambos com Mo novo.



4- CONCLUSÕES

- 1- Na comparação de amostras sinterizadas utilizando o processo antigo de mistura e granulometria e o processo atual observa-se claramente uma evolução microestrutural mais rápida e eficiente, proporcionando uma microestrutura sem aglomerados de Mo e pela primeira vez totalmente homogênea (Widmanstätten), o que demonstra a eficiência do processo desenvolvido.
- 2- O desenvolvimento do trabalho demonstrou a necessidade de uso de pós finos obtidos por peneiramento, utilização de misturador magnético a úmido e uso de pós com oxidação e umidade controladas;
- 3- As análises de dureza e densidade demonstraram a eficiência da rota utilizada obtendo a densificação máxima foi de $4,54\text{g/cm}^3$ (97,3%) da densidade teórica ($4,67\text{g/cm}^3$). A dureza obtida para a liga foi de 492,39 HV (125,6%) da dureza teórica de 392,00 HV no processo por fusão.
- 4- Visto que o valor obtido para dureza no processo mistura rotativa na rota anterior foi de 615,45 HV, para uma dureza teórica de 390 HV, foi constatado que elemento químico molibdênio estava oxidado devido ao tempo de armazenamento, com sua substituição a dureza obtida na nova rota foi de 492,39, uma redução de (20%) . É possível que se obtenha um índice de redução nos 25,6% a mais de dureza (HV) em uma nova rota utilizado também o elemento vanádio de um lote novo.
- 5- É fundamental para aproximar-se dos valores teóricos, um bom controle estequiométrico e materiais com o menor grau de oxidação possível.
- 6- Como trabalhos futuros é recomendado um estudo aprofundado do desempenho mecânico das amostras com a nova rota a partir de ensaios de compressão e flexão.

5. REFERÊNCIAS.

- [1] Kar, S.K., Ghosh, A., Fulzele, N., Bhattacharjee, A. **Quantitative microstructural characterization of a near beta Ti alloy, Ti-5553 under different processing conditions**, Materials Characterization, 81, 37-48, 2013.



- [2] Sabol, J.C., Pasang, T., Misiolek, W.Z., Williams, J.C. **Localized tensile strain distribution and metallurgy of electron beam welded Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr titanium alloys**, Journal of Materials Processing Technology, 212(11), 2380-2385, 2012.
- [3] Dehghan-Manshadi, A., Dippenaar, R.J. **Development of α -phase morphologies during low temperature isothermal heat treatment of a Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr alloy**, Materials Science and Engineering: A, 528(3), 1833-1839, 2011.
- [4] R.M, German, **Powder metallurgy science**, Metal Powder Industry Federation, 1984.
- [5] R.M, German, **Sintering Theory and Practice**, John Wiley & Sons, Inc, 1996.