

Artigo

Fabricação e caracterização por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos produzidos a partir de uma liga de titânio grau V (TiAl6V4) pelo processo de metalurgia de pó

Lucas Fabiano Lopes Leão ^[1], Manoel Quirino da Silva Junior ^[2]

^[1] Universidade Federal Rural do Semiárido, Engenharia Mecânica; Aluno; lf-leao@live.com

^[2] Universidade Federal Rural do Semiárido, Engenharia Mecânica; Orientador; manoel.quirino@ufersa.edu.br

Data da defesa: 15/junho/2022;

Resumo: Este trabalho analisa a influência da pressão de compactação e da temperatura de sinterização na tensão indireta à tração por compressão diametral de corpos de prova de Ti-6Al-4V fabricados pelo método de metalurgia do pó. Os corpos de prova foram fabricados utilizando um método de prensagem uniaxial e sua sinterização ocorreu sem a presença de uma atmosfera protetora ou vácuo. Métodos de análise microestrutural como microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura foram utilizados para verificar a microestrutura e porosidade dos espécimes. Uma análise posterior da composição química através da espectrometria por fluorescência de raios-X mostrou que a matéria-prima não se enquadra como uma liga de Ti-6Al-4V e sim como uma Ti-6Al-4V-5Fe. Os resultados apresentaram que a influência da temperatura de sinterização na resistência indireta à tração foi superior aos efeitos nocivos da oxidação promovidos pela atmosfera. Os valores da resistência indireta à tração obtidos estão bem abaixo da média de resistência da liga fabricada por metalurgia do pó com atmosfera protetora. Contudo os objetos de estudo produzidos apresentaram uma elevada porosidade que possivelmente permitiria ao material ser utilizado em aplicações como filtragem mecânica e em sistemas de amortecimento acústico e de vibrações.

Palavras-chave: Metalurgia do Pó; Compressão Diametral; Porosidade;

1. INTRODUÇÃO

O titânio é um metal que reúne um conjunto de propriedades interessantes, resistência mecânica elevada, baixo peso específico, resistência a corrosão e biocompatibilidade são alguns de seus pontos fortes [1-2]. Por ser um elemento alotrópico ele pode formar mais de um tipo de estrutura cristalina, rede hexagonal compacta quando em temperatura ambiente chamado de fase alfa e quando aquecido a temperaturas acima de 883 °C inicia-se a formação da fase beta, cuja estrutura cristalina predominante é a cúbica de corpo centrado (CCC) [2].

Devido a essas características há um grande interesse no desenvolvimento de ligas metálicas a base de titânio, elas estão presentes em diversas aplicações em nossa sociedade (indústria aeroespacial, automotiva, biomédica e eletrônica) e se dividem em três principais grupos: α , $\alpha+\beta$ e β [3].

Apesar das ligas de titânio apresentarem propriedades excelentes, elas possuem um custo elevado tanto na obtenção da matéria-prima quanto na fabricação de produtos. Os processos de fabricação tradicionais que envolvem a conformação mecânica ou a retirada de material por meio de operações de usinagem podem tornar o produto oneroso ao ponto de ser economicamente inviável [2,4].

A metalurgia do pó é um processo de fabricação que favorece a produção em massa e reduz o desperdício de matéria-prima originado de operações de remoção de material ou de acabamento [4]. Devido à natureza do processo as peças fabricadas podem apresentar graus diferentes de porosidade em função da geometria e tamanho da matéria-prima utilizada e, dos métodos de compactação e sinterização empregados [3,5].

A fabricação de componentes por metalurgia do pó é dividida em 3 etapas: obtenção dos pós metálicos, compressão do pó em uma matriz ou molde cuja forma é definida em função da peça a ser fabricada e a sinterização do compactado verde à temperaturas que promovam uma adequada coalescência das partículas [6].

Para as ligas de titânio o método de menor custo dentro da metalurgia do pó baseia-se no princípio de prensar o pó em uma matriz rígida, cuja dimensões internas correspondem a geometria final da peça seguido pela sinterização do compactado em atmosfera controlada, geralmente composta por gás argônio ou no próprio vácuo [3,6]. A atmosfera protetora é utilizada devido à grande afinidade química do titânio com elementos presentes na atmosfera como o oxigênio, hidrogênio e nitrogênio que quando não controlados influenciam negativamente nas propriedades mecânicas finais do produto [1].

As propriedades mecânicas e químicas de um material definem o tipo de aplicação a qual uma peça pode ser utilizada, entre elas a resistência a tração pode ser obtida de forma indireta por meio de ensaios de compressão diametral. O ensaio de compressão diametral é um ensaio destrutivo que mede a resistência indireta a tração das amostras através da compressão da linha diametral. A norma estabelece que os corpos de prova (CP) devem ser circulares e devem obedecer a uma relação de espessura por diâmetro (t/D) entre 0,2 e 0,75. A tensão indireta a tração por compressão diametral para pratos planos é explicitada na Equação 1.

$$\sigma_t = \frac{2P}{\pi t D} \quad (1)$$

Onde σ_t é a tensão indireta a tração medida em MPa; P a força máxima obtida no ensaio em Newtons; t e D representam o comprimento e diâmetro do CP respectivamente e devem ser expressos em milímetros. Opcionalmente pode se fazer a utilização de placas de madeira dura (compensado) com até 6,4mm de espessura para que haja uma melhor distribuição das cargas compressivas no corpo ensaiado [7].

O objetivo desse estudo é fabricar corpos de prova pelo processo de metalurgia do pó utilizando técnicas de baixo custo, como a compactação uniaxial a frio e a sinterização sem atmosfera protetora. A caracterização por compressão diametral dos corpos de prova de Ti6Al4V busca compreender a influência da pressão de compactação e da temperatura de sinterização na resistência máxima à tração indireta dos espécimes. Métodos de análise como Fluorescência de Raios-X (FRX), Microscopia Óptica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foram utilizados para complementar os resultados.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

A matéria-prima (pó) utilizada nesse estudo foi fabricada pela empresa Multicel e consiste em uma liga de Titânio Grau V (Ti6Al4V) com partículas de 250 MESH, foi adquirida através da revendedora MARQ TECH. A parte experimental do trabalho iniciou na fabricação dos corpos de prova através do método de metalurgia do pó, seguido pela análise da composição química e da microestrutura das amostras, culminando na caracterização por compressão diametral.

Os corpos de prova foram fabricados seguindo as operações descritas: 1,8 gramas de massa do pó metálico composto de titânio grau V (Ti6Al4V) foi medida com o auxílio de um vidro de relógio e uma balança analítica modelo FA2204B, da marca BIOSCALE® com sensibilidade de 0,0001g e capacidade máxima de 220g.

Uma matriz metálica de aço temperado SAE 4340 com 10mm de diâmetro interno foi preparada através de uma limpeza prévia utilizando álcool isopropílico, posteriormente foi aplicada uma solução de acetona e estearato de zinco nas superfícies internas da matriz para atuar como elemento lubrificante e facilitar o desmolde do CP após a compactação.

O pó então foi transferido para a matriz utilizando um funil de vidro e sua compactação foi realizada com o auxílio de uma prensa hidráulica manual de 10 Toneladas modelo P10300 da marca BONEVAU®. A compactação do pó ocorreu de maneira uniaxial com progressão de 1 Tf a cada intervalo de 30s, ao atingir a pressão de compactação desejada a força era mantida por mais 30 segundos.

Após compactado, o corpo de prova “verde” foi removido da matriz e teve suas dimensões (diâmetro e comprimento) medidas com ajuda de um paquímetro analógico MITUTOYO® de 150mm com graduação de 0,05mm, sua massa também foi medida na balança analítica para quantificar as perdas inerentes ao transporte do pó e ao desmolde.

Os CP's foram sinterizados sem atmosfera protetora em um forno do tipo mufla durante 60 minutos e resfriados no próprio forno até a temperatura ambiente. Após retiradas do forno as amostras tiveram sua massa e dimensões medidas novamente e suas densidades obtidas pelo método analítico. Foram fabricadas no total 99 amostras, sendo 11 em cada parâmetro de temperatura (675 °C, 750 °C, 850 °C) e pressão de compactação

(874MPa, 999MPa e 1124MPa). A Figura 1 apresenta um fluxograma de todo o processo de fabricação da amostragem utilizada neste trabalho.

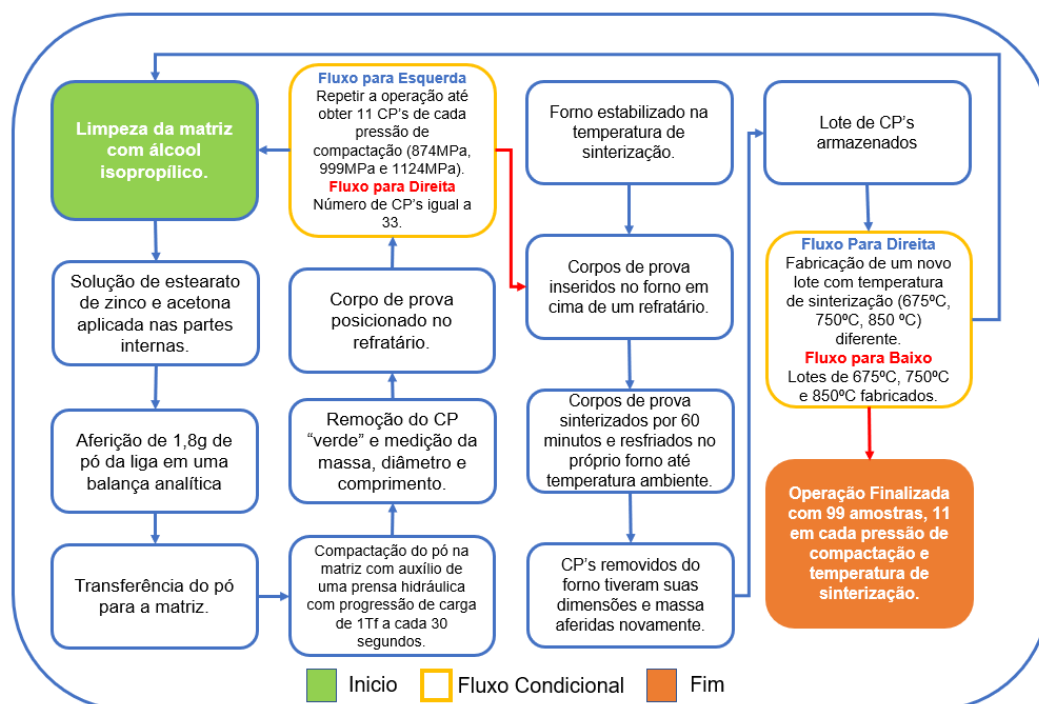


FIGURA 1. Fluxograma que representa a ordem das operações realizadas para a fabricação dos CP's.

Um teste de Fluorescência de Raios-X foi realizado no pó utilizado na fabricação dos corpos de prova para verificar a composição química da matéria-prima, o experimento foi conduzido em um espectrômetro de fluorescência de raios-X por energia dispersiva da SHIMADZU® modelo EDX-7000.

Nove amostras em diferentes parâmetros de compressão e sinterização foram utilizadas na análise microestrutural, elas tiveram suas superfícies preparadas através da utilização de lixas com diferentes granulometrias, iniciando na 220 e terminando na 800. Por fim foi realizada o polimento das superfícies com uma solução a base de alumina com granulometria média de 1µm da TECLAGO®. As amostras então foram analisadas em um microscópio óptico modelo GX51 da marca OLYMPUS® utilizando lentes de ampliação de 100x e 200x. As imagens foram capturadas no campo claro e escuro para observar a microestrutura e porosidade respectivamente.

O ensaio de compressão diametral dos CP's se desenvolveu da seguinte forma: duas chapas retangulares de compensado com 20mm de comprimento, 15mm de largura e 4mm de espessura foram centralizadas e fixadas com o auxílio de uma fita dupla face nos pratos do ensaio de compressão. O corpo prova então foi posicionado no centro das chapas e uma pré-carga de aproximadamente 50N foi realizada para acomodar o CP entre elas. O ensaio então foi realizado com uma velocidade de deslocamento linear de 0,6mm/min até a ruptura dos espécimes. No total 90 CP's foram ensaiados, 10 em cada parâmetro de sinterização e pressão de compactação.

Por fim foram realizadas capturas de imagem através de um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) para analisar a geometria e dimensões das partículas do pó metálico, verificar a porosidade dos CP's e estudar o comportamento das áreas fraturadas após os ensaios de compressão diametral.

3. RESULTADOS

3.1. Análise do pó metálico.

3.1.1. Composição Química

Um teste de Fluorescência de Raios-X foi realizado para verificar se os percentuais de titânio, alumínio e vanádio estavam coerentes com os valores normatizados da liga Ti6Al4V grau V (Tabela 1) [8].

TABELA 1. Compara os valores padrões para da liga grau V com os valores obtidos no teste (%m).

<i>Elementos</i>	<i>Titânio</i>	<i>Alumínio</i>	<i>Vanádio</i>	<i>Ferro</i>	<i>Impurezas</i>
ASTM B988 (%p)	Balanço	5,5-6,75%	3,5-4,5%	≤0,40%	≤0,40%
Pó utilizado (%p)	80,23%	5,76%	4,53%	4,83%	4,65%

É possível observar que existe uma diferença nas proporções adequadas dos elementos de liga entre o padrão aceitável da norma e o pó utilizado [8]. Entre os elementos principais da liga, nota-se que o alumínio está dentro do limite aceitável e o vanádio levemente superior (0,03%). É esperado que o ferro nessas proporções atue como estabilizador da fase beta em conjunto com o vanádio [1]. O percentual de massa dos elementos intersticiais é desconhecido e a presença dos demais elementos entram como impurezas e suas concentrações também estão muito acima dos valores aceitáveis. Dessa forma os comportamentos e resultados obtidos nesse trabalho baseiam-se em uma liga de titânio com 6% de alumínio 4% de vanádio e 5% de ferro.

3.1.2. Morfologia do pó

A geometria do pó foi analisada por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV). É possível observar que o formato do pó é irregular com diferentes tamanhos entre as partículas, essa morfologia é parecida com o formato do pó de Ti6Al4V e favorece a fabricação pelos métodos tradicionais de compressão por conferir um melhor entrelaçamento mecânico que promove uma melhor densificação e resistência verde dos corpos (Figura 2) [9-10].

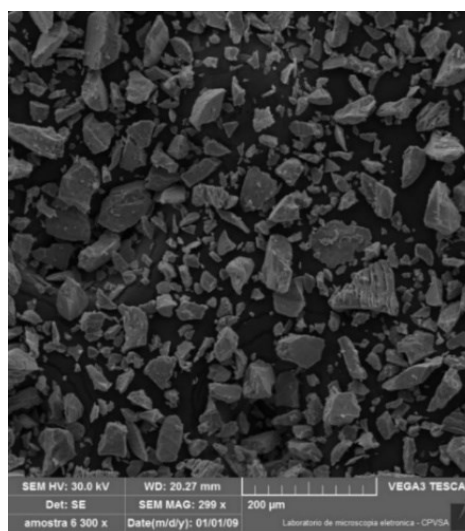


FIGURA 2. Resultado da microscopia eletrônica de varredura de uma amostra do pó metálico com ampliação de 299x demonstra o tamanho e formato irregular das partículas.

3.2. Microestrutura das Amostras

3.2.1. Microscopia óptica

A microestrutura formada após o processo de sinterização das amostras apresentou duas fases, a fase clara e a fase cinza com um crescimento dos grãos de forma equiaxial [11]. Como não foram aplicadas técnicas para identificação das fases como a difração de elétrons retroespalhados (EBSD), não é possível afirmar qual das fases (clara e cinza) se caracteriza como alfa ou beta [12]. A Figura 3 apresenta a microestrutura de um CP compactado a 1124MPa e sinterizado a 675 °C.

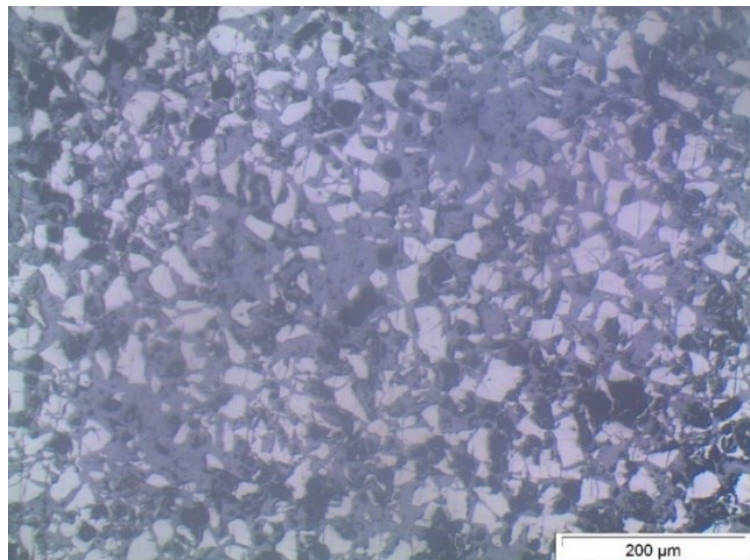


FIGURA 3. Microestrutura equiaxial com a presença da fase clara e cinza bem definidas de uma amostra sinterizada a 675 °C com ampliação de 100x realizada em um microscópio óptico.

3.2.2. Porosidade

Os corpos de prova produzidos apresentaram uma elevada porosidade que atua de forma negativa nas propriedades mecânicas [1]. Possuem também em seus poros trincas internas que reduzem a resistência à fadiga da peça e criam áreas vulneráveis a propagação de trincas [3].

É possível verificar pelo campo escuro a existência de poros em grandes quantidades (Figura 4), uma análise complementar por meio de um microscópio eletrônico de varredura reforça a existência dos poros (Figura 5.a) e permite uma melhor análise de sua estrutura interna (Figura 5.b).

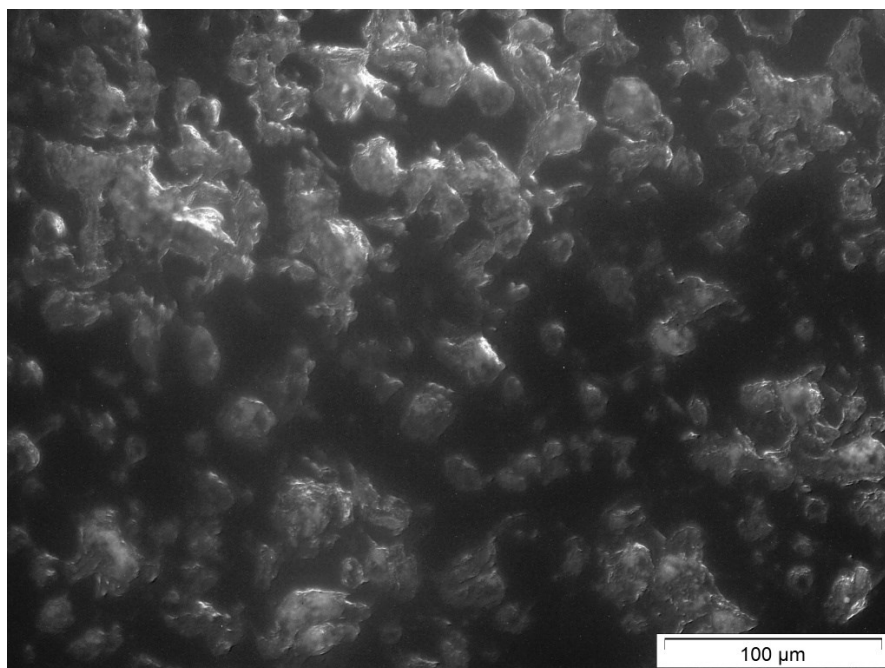


FIGURA 4. Microscopia em campo escuro de uma amostra sinterizada a 750 °C com ampliação de 200x.

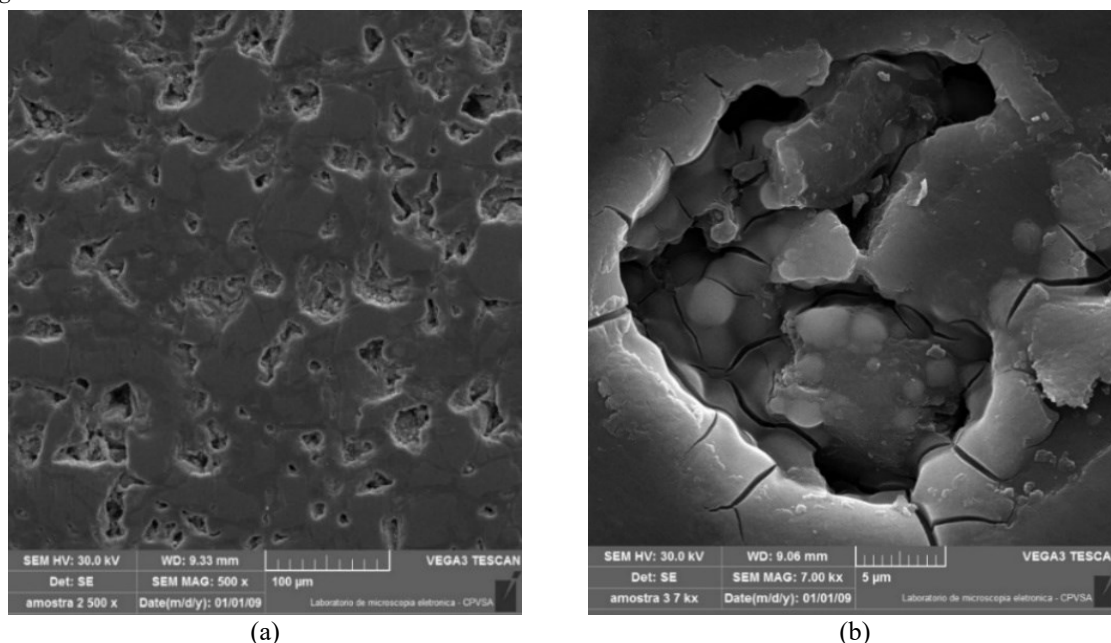


FIGURA 5. (a) Elevada porosidade observada em uma imagem obtida por meio de MEV da microestrutura de uma amostra sinterizada a 750 °C com ampliação de 500x; (b) Imagem de um poro apresentando várias trincas tanto em sua borda quanto em sua parte interna com ampliação de 7000x.

3.3.2. Análise da fratura

A análise por MEV da superfície fraturada dos CP's mostrou dois padrões diferentes de comportamento. A Figura 6.a mostra regiões de superfícies planas com fraturas intragranulares apontando indícios de um comportamento frágil [13]. Na Figura 6.b vemos um padrão diferente do anterior, apresentando regiões não regulares com várias cavidades que sugerem uma ruptura por deformação plástica [13]. Entretanto devido à porosidade elevada das amostras é possível que essas cavidades sejam apenas vazios do próprio material. Outro fator que contrapõe à ideia de ruptura por deformação plástica é a sinterização sem atmosfera protetora, que promove um aumento do percentual de oxigênio nas amostras afetando a ductilidade de maneira intensa [14]. Dessa forma entende-se que a ruptura dos CP's tenha um comportamento predominante de natureza frágil.

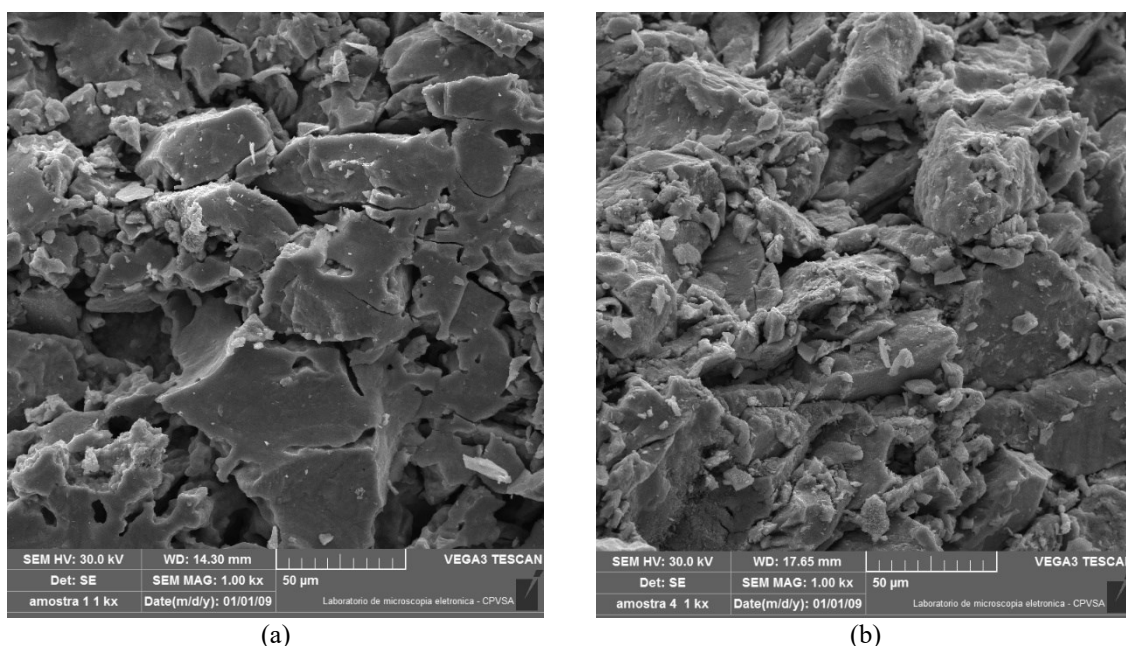


FIGURA 6. (a) Microscopia eletrônica de varredura da área fraturada em uma amostra sinterizada a 850 °C com ampliação de 1000x. (b) Microscopia eletrônica de varredura da área fraturada em uma amostra sinterizada a 750 °C com ampliação de 1000x.

3.3. Propriedades das amostras

3.3.1. Densidade

Os corpos de prova apresentaram uma variação significativa entre suas densidades antes e após a sinterização (Figura 7). As amostras sinterizadas a 850 °C e compactadas em 1124MPa apresentaram um valor médio maior se comparadas com as amostras dos demais parâmetros. Entende-se que a densificação das peças fabricadas por metalurgia do pó melhora conforme se eleva a temperatura de sinterização [15]. Para as ligas de titânio esse efeito ocorre de maneira mais significativa em temperaturas acima de 1200 °C [4]. Como a sinterização das amostras ocorreu sem atmosfera protetora é possível afirmar que houve uma influência da atmosfera na densidade devido aos mecanismos de difusão que proporcionaram aumento de massa e volume das amostras, contudo seu comportamento não foi estudado neste artigo [16].

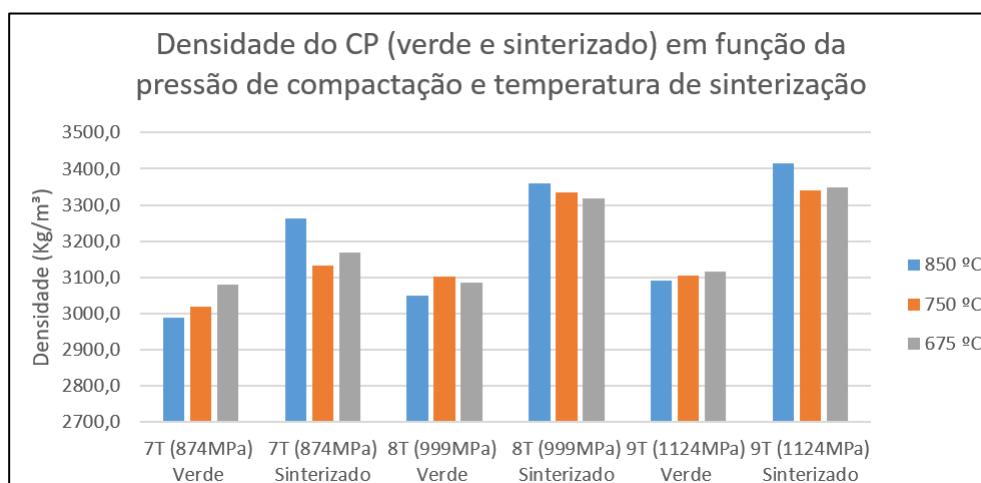


FIGURA 7. Gráfico que apresenta os valores médios da densidade dos CP's (verde e sinterizado) em função da pressão de compactação e temperatura de sinterização.

3.3.2. Resistência indireta à tração

Este tópico discute a influência dos parâmetros de temperatura e pressão de compactação na resistência indireta à tração dos corpos de prova. A pressão de compactação promoveu um aumento significativo na resistência indireta a tração da peça, esse comportamento é esperado e está relacionado ao aumento da densidade dos CP's que tende a reduzir a porosidade conforme se aumenta a pressão de compactação (Figura 8) [14].

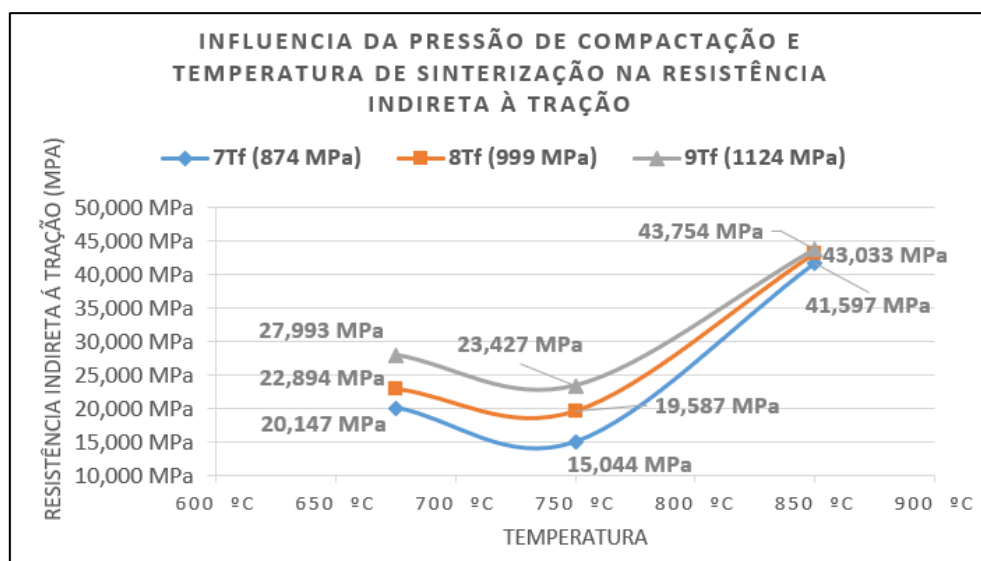


FIGURA 8. Gráfico que relaciona o valor médio da resistência indireta a tração dos corpos de prova em cada pressão e temperatura de sinterização.

A análise da temperatura, no entanto apresentou um comportamento diferente do previsto. Como a sinterização da liga ocorreu sem a presença de uma atmosfera protetora, era esperado que ao se elevar a temperatura os efeitos da difusão intersticial dos elementos como oxigênio e nitrogênio promovessem uma elevada formação de óxidos que dificultariam a coalescência adequada das moléculas e, em consequência disso os CP's apresentariam uma menor resistência indireta à tração [15-16].

Esse comportamento de fato ocorre entre as temperaturas de 675 °C e 750 °C, contudo entre as faixas de 750 °C e 850 °C as tensões máximas se elevam à medida que a temperatura aumenta, tal comportamento poderia ser explicado pela melhor densificação e homogeneização dos elementos quando submetidos a temperaturas maiores [15].

Nesse sentido temos dois possíveis fatores que influenciaram no resultado: a difusão dos elementos da atmosfera como agente redutor da propriedade mecânica e, a temperatura de sinterização como fator positivo. Entende-se que o balanço desses fatores poderia explicar o comportamento das curvas obtidas. Apesar disso, a resistência indireta a tração dos espécimes é significativamente menor que o de componentes fabricados em atmosfera controlada [4].

4. CONCLUSÃO

A composição química do pó utilizado na fabricação dos corpos de prova diverge dos padrões normativos para uma liga de Ti6Al4V Grau V devido a elevada presença de ferro (4,83%) e de impurezas (4,65%), contudo, de acordo com as proporções dos elementos apresentados (6%Al, 4%V e 5%Fe) essa liga pode ser classificada como uma $\alpha+\beta$, o alumínio atuando como estabilizador da fase alfa e, o vanádio e ferro como estabilizadores da fase beta. Essa afirmação se confirma pela análise da microestrutura das amostras que apresentam a presença de ambas.

Referente a porosidade, eram esperados valores elevados devido a sinterização em atmosfera livre, que permite uma maior difusão de elementos intersticiais, favorecendo a formação de óxidos que atuam de forma negativa na consolidação das partículas. A ausência de técnicas posteriores para redução da porosidade como a compressão isostática a quente também influenciou o resultado obtido.

Os valores obtidos da resistência indireta à tração dos corpos de prova apresentam um resultado não previsível. Foi possível notar pelo comportamento das curvas no intervalo de 675 °C a 750 °C que a oxidação e os efeitos da difusão dos elementos da atmosfera no material promoveram um efeito negativo na propriedade mecânica. Contudo no intervalo posterior de 750 °C a 850 °C pode-se observar um aumento significativo da resistência indireta a tração dos CP's, tal comportamento pode ser atribuído a uma melhor coalescência e densidade promovida pelo aumento da temperatura.

Conclui-se que o processo de fabricação desse estudo apresenta uma abordagem econômica dentro da metalurgia do pó pois não faz uso de técnicas avançadas de compactação ou de meios de controle da atmosfera durante o processo de sinterização. Os valores de resistência indireta à tração obtidos no trabalho são bem menores que os valores de resistência de componentes fabricados por metalurgia do pó com a presença de uma atmosfera controlada. A metodologia de fabricação aplicada nesse estudo promoveu uma elevada porosidade no material que dificulta sua aplicação em situações de esforço cíclico, mas pode ser interessante em aplicações que utilizam materiais metálicos porosos como por exemplo, filtragem mecânica, sistemas de amortecimento acústico e de vibração.

5. AGRADECIMENTOS

Esta pesquisa foi financiada pela Universidade Federal Rural do Semiárido.

Agradecimentos: Ao programa PIVIC (IC) da PROPPG/UFERSA pelo desenvolvimento da pesquisa “Caracterização microestrutural de amostras da liga TiAl6V4 obtida por Metalurgia do Pó” que auxiliou de forma positiva no desenvolvimento desse trabalho.

Ao meu orientador o prof. Dr. Manoel Quirino da Silva Júnior pela disponibilidade e auxílio no desenvolvimento desta pesquisa.

Ao técnico Fabrício pelo suporte prestado durante os ensaios e ao técnico Bruno por operar o microscópio eletrônico de varredura e pela captura das imagens.

Aos alunos de graduação Erbênia e Ricardo pelo auxílio na fabricação dos corpos de prova e a Ana pelo fornecimento dos compensados utilizados no ensaio de compressão diametral.

Ao Laboratório de Análises Magnéticas e Ópticas (LAMOp) da Universidade Estadual do Rio Grande do Norte (UERN) pela análise da composição química por FRX da matéria-prima utilizada.

Aos laboratórios de Ensaio Mecânicos, Microscopia e ao Centro de Pesquisa em Ciências Vegetais do Semiárido pela análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

6. REFERÊNCIAS

- [1] Froes, F.H. Titanium alloys. In Handbook of Advanced Materials: Enabling New Designs, 1st ed.; Wessel, J.K., Ed.; John Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, NJ, USA, 2004, pp. 271–319, doi:10.1002/0471465186.
- [2] FREESE, H. L.; VOLAS, M. G.; WOOD, J. R. Metallurgy and Technological Properties of Titanium and Titanium Alloys. Engineering Materials, p. 25–51, 2001.
- [3] GERD LÜTJERING; WILLIAMS, J. C. Titanium. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2007. p. 1–97.
- [4] FANG, Z. Z. et al. Powder metallurgy of titanium – past, present, and future. International Materials Reviews, v. 63, n. 7, p. 407–459, 28 ago. 2017.
- [5] SHAPOVALOV, V. Porous Metals. MRS Bulletin, v. 19, n. 4, p. 24–28, abr. 1994.
- [6] Chiaverini, V.; *METALURGIA DO PÓ*, 4rd ed.; São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Brasil, 2001; p. 52–61.
- [7] ASTM D3967. Standard Test Method for Splitting Tensile Strength of Intact Rock Core Specimens 1. ASTM International, West Conshohocken, PA, p. 1-5, 2016.
- [8] ASTM B988. Standard Specification for Powder Metallurgy (PM) Titanium and Titanium Alloy Structural Components 1. ASTM International, West Conshohocken, PA, p. 1-4, 2018.
- [9] BARBIS, D. P. et al. Titanium powders from the hydride–dehydride process. Titanium Powder Metallurgy, p. 114, 2015.
- [10] Schwanke, C.M. Obtenção De Titânio Particulado Pelo Processo De Hidretação-Dehidretação. Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2000.
- [11] ATAPOUR, M. et al. Corrosion Behavior of Ti-6Al-4V with Different Thermomechanical Treatments and Microstructures. CORROSION, v. 66, n. 6, p. 065004-3, jun. 2010.
- [12] YAN, M. Microstructural characterization of as-sintered titanium and titanium alloys. Titanium Powder Metallurgy, p. 555–578, 2015.
- [13] Rocha, G.B.T. et al. Análise fractográfica em MEV – fratura dúctil x fratura frágil. RMCT 2016, 33.
- [14] Wong, H.; Fang, Z.Z.; Sun, P.; A CRITICAL REVIEW OF MECHANICAL PROPERTIES OF POWDER METALLURGY TITANIUM. IJPM 2010, 46, 14.
- [15] CHANG, I.; YUYUAN ZHAO. Advances in powder metallurgy: properties, processing and applications. Oxford: Woodhead Publishing, 2013.
- [16] Jr., W.D. C. Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução. Rio de Janeiro: Grupo GEN, 2020. 9788521637325.