

Artigo

Estudo da variação da microdureza de amostras da liga (Ti-6Al-4V) alterando os parâmetros do processo de obtenção por Metalurgia do Pó

Ricardo Alan da Silva Vieira ^[1], Manoel Quirino da Silva Junior ^[2]

^[1] Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Engenharia Mecânica; Aluno: ricardo.vieira@alunos.ufersa.edu.br

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

Data da defesa: 17/06/2022;

Resumo: O titânio e suas ligas vêm se destacando industrialmente devido suas excelentes propriedades como resistência mecânica em temperaturas elevadas e ótima resistência à corrosão. As principais aplicações destas ligas são nas indústrias aeroespaciais e biomédicas. Partindo desse princípio, surgiu-se a ideia de caracterizar um liga bastante difundida, composta por Ti, Al e V em percentuais de massa distintos. Este trabalho apresenta um estudo sobre a dureza da liga (Ti-6Al-4V) que posteriormente após a aplicação da técnica de espectrometria de fluorescência de raios-X comprovou-se que se tratava de uma liga (Ti-6Al-4V-5Fe). Os corpos de prova foram obtidos em diferentes parâmetros de sinterização. Verificou-se que ao sinterizar o material em atmosfera não controlada, houve influência dos óxidos nos resultados obtidos devido à alta afinidade que o titânio tem por elementos intersticiais como oxigênio, nitrogênio, hidrogênio e carbono presentes na atmosfera, promovendo um aumento na densidade e elevados valores de dureza.

Palavras-chave: processos de fabricação; sinterização; porosidade; liga de titânio; vickers

1. INTRODUÇÃO

O titânio e suas ligas são amplamente utilizados em aplicações industriais, aeroespaciais e biomédicas por apresentar excelentes propriedades mecânicas e químicas, além de resistência a corrosão, biocompatibilidade e baixa densidade [1]. Entre as diferentes ligas de titânio, a liga (Ti-6Al-4V) ($\alpha + \beta$) é a mais utilizada na fabricação de componentes aeroespaciais e implantes biomédicos [2]. As ligas ($\alpha + \beta$) contém entre 4 e 6 % de elementos estabilizadores de fase β , como vanádio, molibdênio, tungstênio, tântalo e silício. O alumínio presente na liga (Ti-6Al-4V) é adicionado como estabilizador e endurecedor da fase α devido ao seu efeito de enriquecimento na resistência da solução enquanto o vanádio estabiliza a fase β dúctil, proporcionando trabalhabilidade à quente [3].

Embora as ligas de titânio ofereçam propriedades favoráveis, o alto custo deve ser levado em consideração. Em geral, o titânio é pelo menos 20 vezes mais caro que o aço carbono e 4 a 5 vezes mais caro que o aço inoxidável. O custo inerente dos processos de fabricação convencionais, como: o desperdício de matéria prima, os desgastes de ferramentas e baixo tempo de produção, é a principal motivação para o avanço e desenvolvimento das pesquisas voltadas para metalurgia do pó [4-5].

A técnica de metalurgia do pó vem sendo utilizada pela humanidade a milhares de anos, porém, as aplicações industriais de obtenção de peças sinterizadas é recente, quando comparada com outros processos metalúrgicos. Os avanços experimentais na metalurgia do pó ocorrido nos anos de 1970 possibilitou aos materiais características como: aumento na performance, melhor controle microestrutural, homogeneidade composicional e materiais com propriedades mecânicas em níveis relevantes, quando comparadas aos produtos obtidos por fundição ou conformação mecânica. A metalurgia do pó caracteriza-se pelo uso de pós metálicos e não-metálicos como matéria prima na produção de peças com formas definidas ou

parcialmente definidas. No processo também é realizada a sinterização em uma temperatura abaixo da temperatura de fusão da liga metálica principal, perante condições controladas de tempo, temperatura e ambiente [6-7].

Diversas tecnologias de fabricação próxima a rede como: Moldagem por Injeção de Pó (PIM), Prensagem Isostática à Quente (HIPping), Forjamento em Pó (P/F), Desenvolvimento de Aditivos e Prensagem Isostática a Frio (CIP) foram integrados a metalurgia do pó para redução de custos e maior eficiência [8].

As propriedades das substâncias podem ser classificadas como intensivas e extensivas. As propriedades extensivas são diretamente proporcionais à quantidade de matéria presente na amostra, ou seja, depende do tamanho da amostra. Massa e volume são propriedades extensivas. Temperatura, pressão e densidade são propriedades intensivas, não dependem do tamanho da amostra [9]. A densidade de uma substância é uma propriedade intensiva, obtida pela razão entre duas propriedades extensivas, sendo uma grandeza definida como a razão entre a massa de uma substância e o seu volume [10].

A dureza e a resistência mecânica do titânio tendem a aumentar com a presença de elementos intersticiais, uma vez que o titânio tem grande afinidade com elementos como hidrogênio, carbono, nitrogênio e oxigênio, todos formadores de soluções sólidas intersticiais. O oxigênio é, normalmente, o elemento intersticial mais importante, comumente o efeito total desse residual é expresso pelo “oxigênio equivalente”, dado pela expressão: $\% OE = \% O + 2 \times \% N + 2/3 \times \% C$ [11].

Dessa forma, o presente trabalho teve como objetivo avaliar a variação da microdureza de amostras confeccionadas a partir da liga (Ti-6Al-4V) em atmosfera não controlada, alterando os parâmetros do processo de obtenção por metalurgia do pó. O trabalho também busca a caracterização das propriedades de dureza e densidade, afim de promover a utilização dessa liga na construção e desenvolvimento de novos produtos.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

A pesquisa referente a caracterização da liga de titânio (Ti-6Al-4V) será realizada conforme o fluxograma do procedimento experimental apresentado na Figura 1.

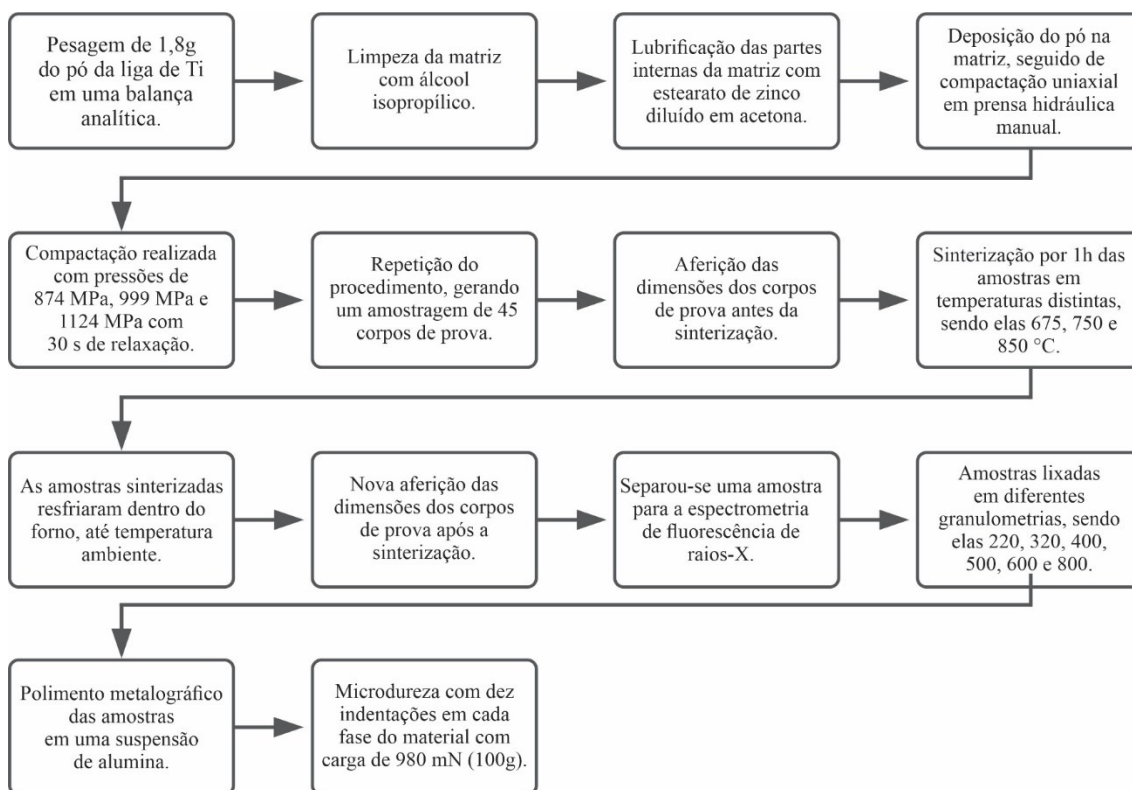


Figura 1. Fluxograma do procedimento experimental.

2.1 Confeção do corpo de prova

Os corpos de prova utilizados nos ensaios foram obtidos a partir da liga de titânio (Ti-6Al-4V) de grau V, comparada na empresa Multicel®, com granulometria de 250 MESH. Para confecção de cada amostra, realizou-se a pesagem de 1,8 g da liga com a utilização de uma balança analítica modelo FA2204B (BIOSCALE®), com sensibilidade de 0,0001g e capacidade máxima de 220 g.

A matriz de compactação foi limpa com álcool isopropílico para retirada de possíveis impurezas, e lubrificada com estearato de zinco diluído em acetona, para evitar a aderência do pó nas paredes da matriz durante a compactação. Posteriormente o pó já pesado foi depositado na matriz fabricada em aço temperado com diâmetro interno de 10,0 mm. Realizou-se a compactação com uma prensa hidráulica manual da marca BONEVAU®, com capacidade de 10 toneladas, em que as amostras foram confeccionadas através da compactação uniaxial à frio com cargas de 7, 8 e 9 toneladas. No momento da prensagem foi dado um tempo de relaxação de 30s a cada tonelada aplicada, após atingir a pressão máxima de compactação, cada corpo de prova foi deixado por pelo menos 30 s antes da retirada do carregamento.

Após a confecção dos corpos de prova cilíndricos, aferiu-se com a utilização de um paquímetro (resolução 0.05) suas respectivas dimensões como espessura e diâmetro. Apontando valores de dimensões média de 7 mm de espessura e 10 mm de diâmetro, como mostrado na Figura 2.

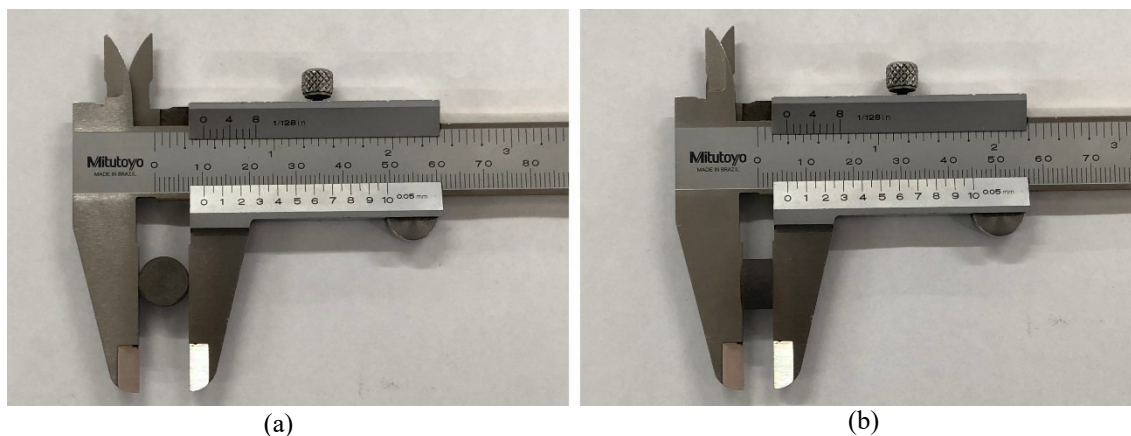


Figura 2 - (a) Aferição do diâmetro; (b) Aferição da espessura.

As amostras compactadas foram sinterizadas em atmosfera não controlada por uma hora, nas temperaturas de 675 °C, 750°C e 850°C, para esse procedimento fez-se o uso de um forno do tipo mufla digital microprocessado (ZEZIMAQ®) com controlador de temperatura Novus N1030. Utilizou-se como base um tijolo refratário inerte para que as amostras não ficassem em contato direto com o material do forno. As amostras sinterizadas resfriaram no forno por um período de 24h até atingir a temperatura ambiente.

De posse das amostras sinterizadas realizou-se uma nova aferição das dimensões de espessura e diâmetro para os cálculos comparativos de densidade antes e depois da sinterização. Para a análise de densidade, avaliou-se separadamente os valores médios das massas e dos volumes das amostras. Para um melhor acabamento na superfície oxidada do material, usou-se lixas d'água em diferentes granulometrias, sendo elas, 220, 320, 400, 500, 600 e 800 para remoção da oxidação oriunda da atmosfera não controlada ao qual os corpos de prova foram expostos no momento da sinterização. A partir do processo de acabamento obteve-se uma superfície com o mínimo de imperfeições para que pudesse ser realizado o ensaio de microdureza vickers. Em seguida utilizou-se um pano para polimento metalográfico modelo RESITEC autoadesivo, e suspensão de alumina de 1,0 µm (TECLAGO) de número 4.

2.2 Análise de espectrometria de fluorescência de raios-X

Empregou-se a técnica de espectrometria de fluorescência de raios-X através do instrumento EDX – 7000 em atmosfera a vácuo, que possibilitou identificar e estabelecer, a proporção de cada elemento presente nesta amostra.

2.3 Microdureza

Por fim, o ensaio de microdureza foi realizado seguindo as recomendações da norma American Society for Testing and Materials – (ASTM) E384 (17) com a utilização de um microdurômetro Shimadzu modelo HMV-2T. Foram realizadas 10 indentações em cada fase apresentado pela liga com carga de 980,7 mN (100g), durante 10 segundos. Posteriormente, utilizou-se lente de aumento de 40x para a mensuração da microdureza Vickers.

3. RESULTADOS

Os resultados apresentados e discutidos a seguir referem-se à análise de espectroscopia de fluorescência de raios-X, densidade e microdureza da liga TiAl6V4 de grau V processadas em condições distintas.

3.1 Análise química da liga

3.1.1 Espectroscopia de Fluorescência de Raios-X

A técnica de espectroscopia de fluorescência de raios-X (FRX) foi utilizada para determinar a composição efetiva da liga utilizada na obtenção dos corpos de prova. A Tabela 1 compara a composição em percentual (%) de peso da liga comercialmente pura [12] com os valores obtidos no FRX.

Tabela 1 – Comparação da composição química da liga de (Ti-6Al-4V) Grau V com a liga utilizada na pesquisa.

Liga	Ti	Al	V	Fe	Impurezas
Liga padrão	Saldo	5,5 – 6,75 %	3,5 – 4,5 %	≤ 0,40 %	≤ 0,1 %
Liga utilizada	80,23 %	5,76 %	4,53 %	4,83 %	4,68 %

Observa-se que a liga em estudo apresenta composição em percentual de peso diferente da liga padrão normatizada pela ASTM B988-18. As quantidades de Al e Fe são superiores ao aceitável, fazendo com que a liga estudada seja diferente da liga padrão, sendo ela uma liga de titânio (Ti-6Al-4V-5Fe). Segundo [13], a adição de ferro entre 2 e 4 % melhora a estabilidade da fase beta, atuando em conjunto com o Vanádio que exerce a mesma função.

3.2 Propriedades das amostras

3.2.1 Densidade

Informações como massa, espessura e diâmetro dos corpos de prova serviram para determinação da densidade antes e depois da sinterização. Observou-se uma variação nos resultados, onde a densidade calculada antes da sinterização foi inferior a densidade calculada depois da sinterização.

Os valores das massas são apresentados na Tabela 2 e percebe-se que houve um aumento de massa dos corpos de prova após a sinterização. Como a sinterização foi realizada em uma atmosfera não controlada, entende-se que o ganho de massa está relacionado com a alta afinidade que o titânio tem por hidrogênio, carbono, nitrogênio e oxigênio quando submetido a temperaturas elevadas [14]. Esses elementos são formadores de soluções sólidas intersticiais, preenchendo os espaços vazios entre os átomos de titânio [15]. O preenchimento dos vazios promove uma maior densificação, visto que diminui a quantidade de porosidades.

Tabela 2 – Valores médios das massas dos corpos de prova obtidos antes e depois da sinterização.

Temperatura	7T (874 MPa)		8T (999 MPa)		9T (1124 MPa)	
	Massa Verde (g)	Massa Sinterizada (g)	Massa Verde (g)	Massa Sinterizada (g)	Massa Verde (g)	Massa Sinterizada (g)
850 °C	1,71 ± 0,009	1,93 ± 0,021	1,71 ± 0,012	1,93 ± 0,027	1,70 ± 0,031	1,94 ± 0,021
750 °C	1,71 ± 0,023	1,90 ± 0,017	1,71 ± 0,030	1,88 ± 0,022	1,71 ± 0,038	1,89 ± 0,031
675 °C	1,71 ± 0,012	1,93 ± 0,015	1,69 ± 0,002	1,92 ± 0,015	1,72 ± 0,014	1,89 ± 0,021

Comportamento semelhante foi observado na análise dos volumes dos corpos de prova antes e após a sinterização, Tabela 3. Possivelmente o aumento do volume está relacionado ao aumento de massa e a gases presos nos poros, oriundos do processo de sinterização [16]. A partir dessas análises, atribui-se o aumento da densidade ao aumento da massa e ao aumento do volume.

Tabela 3 – Valores médios dos volumes dos corpos de prova obtidos antes e depois da sinterização.

Temperatura	7T (874 MPa)		8T (999 MPa)		9T (1124 MPa)	
	Volume Verde (cm ³)	Volume Sinterizado (cm ³)	Volume Verde (cm ³)	Volume Sinterizado (cm ³)	Volume Verde (cm ³)	Volume Sinterizado (cm ³)
850 °C	0,57 ± 0,008	0,59 ± 0,008	0,56 ± 0,005	0,58 ± 0,005	0,55 ± 0,011	0,58 ± 0,007
750 °C	0,57 ± 0,004	0,61 ± 0,013	0,55 ± 0,010	0,56 ± 0,005	0,55 ± 0,001	0,57 ± 0,004
675 °C	0,56 ± 0,006	0,61 ± 0,006	0,55 ± 0,001	0,58 ± 0,011	0,55 ± 0,002	0,56 ± 0,011

3.3 Dureza Vickers

As medidas de dureza Vickers foram realizadas nas fases alfa (α) e beta (β), como mostrado destacado pelos círculos vermelhos na Figura 3, seguiu-se as orientações da ASTM E384-17 que normatiza o teste padrão de dureza de microindentação em materiais, especificando que as medidas de dureza Vickers devem ser realizadas obedecendo uma distância mínima entre as indentações de 2,5 vezes a distância do centro da indentação mais próxima [17].

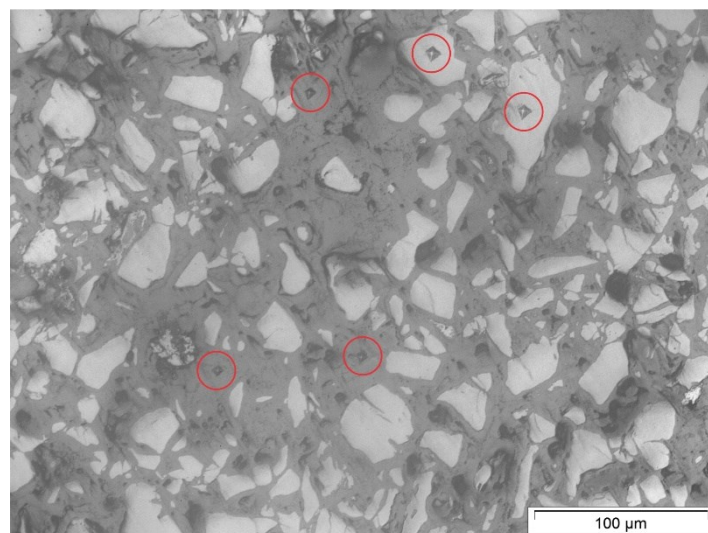


Figura 3. Microestrutura com ampliação de 200x realizada em um microscópio óptico para identificação da indentação nas fases clara e escura da liga em estudo.

Nas Figuras 4 e 5, são apresentados os valores médios de dureza nas fases respectivas. Nota-se que há um aumento dos resultados ao compara-se a dureza na fase (α) com a dureza da fase (β) das amostras sinterizadas a 675 e 750 °C, não é observado o mesmo comportamento em 850 °C. Na fase (β) a 750 °C e 8T (999 MPa), não foi possível realizar as indentações devido à alta quantidade de poros e baixa quantidade de fase clara, como mostrado na Figura 6.

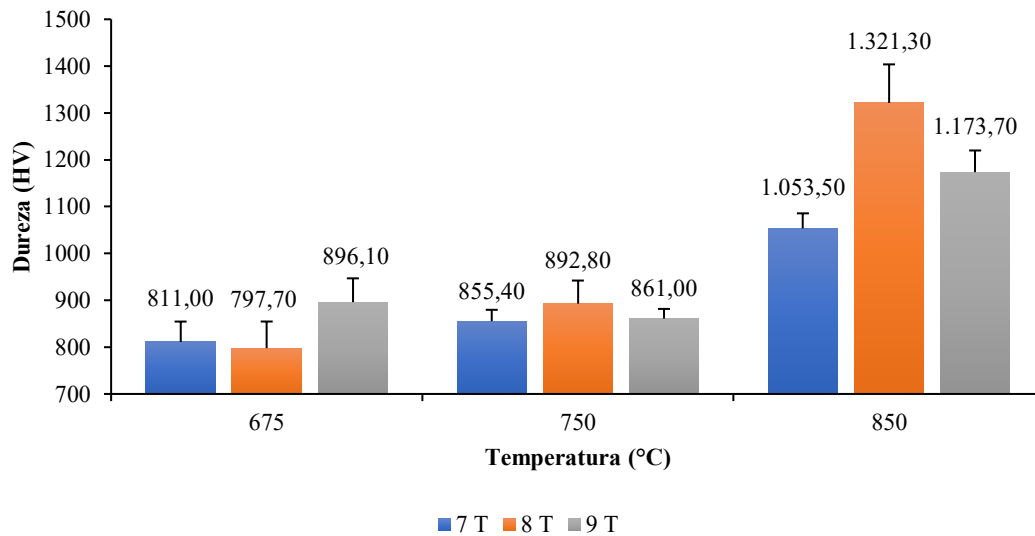


Figura 4 – Valores médios das microdurezas da fase α dos corpos de prova sinterizados.

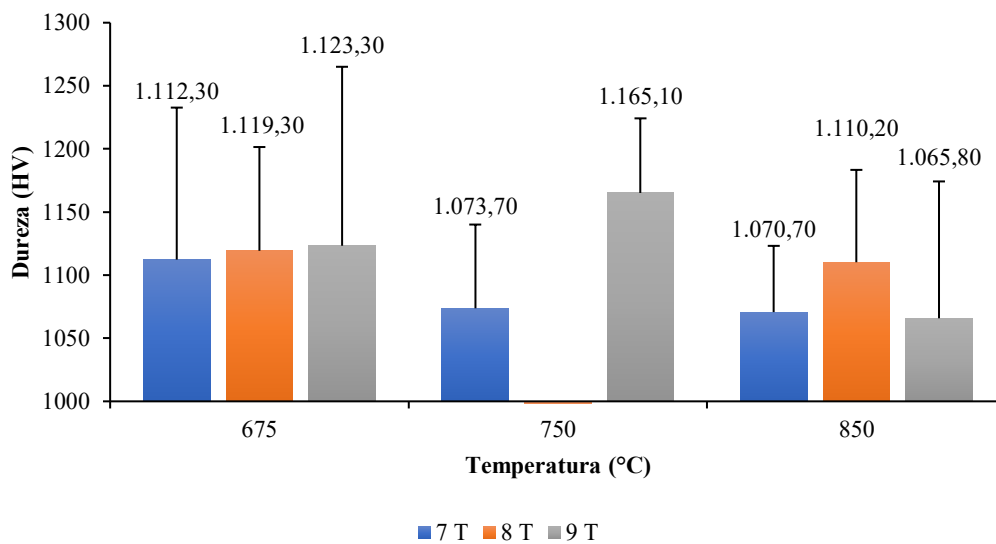


Figura 5 – Valores médios das microdurezas da fase β dos corpos de prova sinterizados.

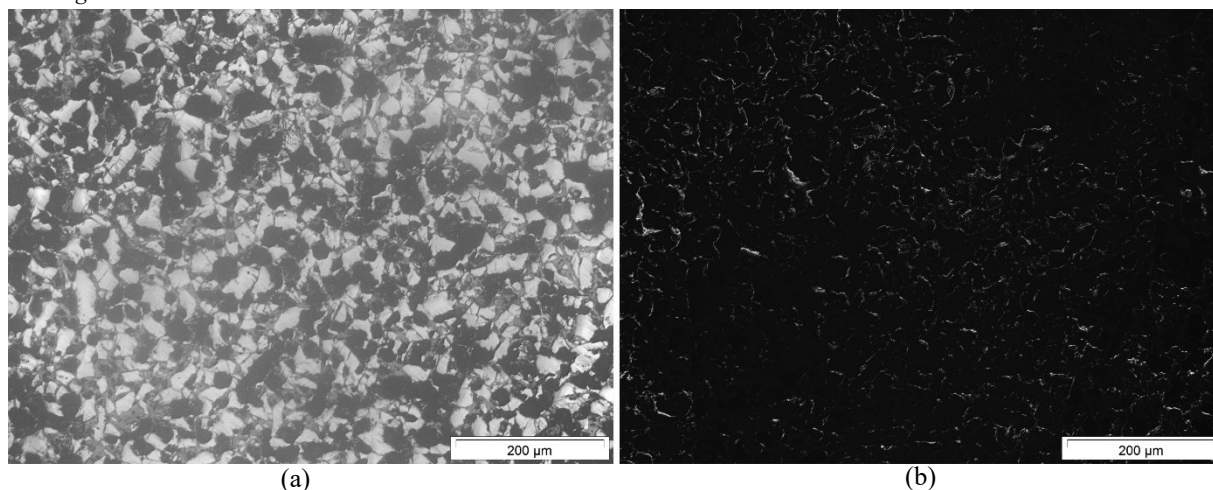


Figura 6 – (a) Microscopia em campo claro de uma amostra sinterizada a 750 °C com ampliação de 100x; (b) Microscopia em campo escuro de uma amostra sinterizada a 750 °C com ampliação de 100x.

A microestrutura da liga (Ti-6Al-4V-5Fe) é semelhante à da liga (Ti-6Al-4V), apresentando-se com fase α e fase β em sua composição. A concentração de fase α aumenta medida que o teor de Fe aumenta de 0 a 5%, e diminui à medida que o teor de Fe é superior a esse intervalo. O Al está concentrado na fase α , enquanto que o Fe e V estão concentrados na fase β . Além disso, o Fe é uma solução eficaz elemento como reforço das ligas de titânio. A liga (Ti-6Al-4V-5Fe) é reforçada pela dissolução átomos de Fe, promovendo o aumento da dureza [18]. A presença de elementos intersticiais como o oxigênio e nitrogênio tende a aumentar a dureza, a resistência mecânica e diminuir a ductilidade do titânio [19-20].

A Tabela 4 expõe os resultados dos óxidos detectados pela espectrometria de fluorescência de raios-X após a sinterização. Entre os óxidos apresentados destaca-se o óxido de alumínio (Al_2O_3) por ser altamente abrasivo e de dureza elevada, sendo bastante utilizado na fabricação de ferramentas abrasivas [20]. Portanto, entende-se que os óxidos tenham influenciado de fato na dureza da liga estudada.

Tabela 4 – Percentual de óxidos presentes na liga Ti-Al10-V4-Fe4.

Liga	TiO_2	Al_2O_3	V_2O_5	Fe_2O_3
Ti-Al10-V4-Fe4	48,202 %	31,595 %	4,262 %	15,941 %

4. CONCLUSÃO

Com os resultados experimentais da liga estudada sob as condições analisadas neste trabalho e através da revisão de literatura foi possível chegar às seguintes conclusões:

A composição do pó utilizado na fabricação dos corpos de prova não se enquadra como uma liga de (Ti-6Al-4V). A técnica de espectroscopia de fluorescência de raios-X mostrou que a quantidades de Fe é superior ao aceitável pela ASTM B988-18, tratando-se de uma liga com 5% Fe.

Essa liga pode ser classificada como uma ($\alpha+\beta$), onde o alumínio atua como estabilizador da fase alfa e, vanádio e ferro como estabilizadores da fase beta.

Houve um aumento na densidade das amostras em todos os parâmetros de sinterização. A massa e o volume dos corpos de prova apresentaram um aumento após a sinterização, justificando o aumento na densidade.

Os resultados da microdureza das amostras em todos os parâmetros de sinterização foram satisfatórios pois apresentou valores elevados, possibilitando uma vasta área de utilização como, pastilhas de freio, discos de embreagem, além de outros materiais de fricção, visto que oferece normalmente longa duração de serviço e desgaste mínimo.

Portanto, conclui-se que os resultados apresentados podem estar relacionados a sinterização realizada em atmosfera aberta, visto que o titânio apresenta elevada afinidade com elementos como hidrogênio, oxigênio, nitrogênio e carbono em elevadas temperaturas. Essa afinidade promove a formação de óxidos que ocupam os espaços vazios da estrutura cristalina de maneira intersticial, elevando a densidade e a dureza.

5. AGRADECIMENTOS

Durante o tempo de desenvolvimento deste artigo, não poderia deixar passar em branco todos que direta ou indiretamente contribuíram para que fosse possível a execução desta pesquisa, por essa razão, gostaria de expressar os meus sinceros agradecimentos:

A Universidade Federal Rural Do Semi-Árido, onde essa pesquisa foi desenvolvida.

Ao meu orientador Dr. Manoel Quirino da Silva Junior pelos ensinamentos e confiança para realizar esse trabalho, e pelas orientações que permitiram meu crescimento acadêmico e profissional.

Ao técnico do laboratório Fabrício Almeida pela dedicação e disponibilidade, contribuindo de forma especial para que eu chegasse até aqui.

A Erbenia Fernandes e Lucas Leão pelo auxílio na confecção dos corpos de prova.

A Edgley Paula pelo suporte e correções.

Aos laboratórios de Ensaios Mecânicos e Microscopia utilizados para os experimentos e análises.

Ao Laboratório de Análises Magnéticas e Ópticas (LAMOp) da Universidade do Estado do Rio Grande do Norte (UERN).

6. REFERÊNCIAS

- [1]. BOLZONI, L.; RUIZ-NAVAS, E. M.; GORDO, E. Quantifying the properties of low-cost powder metallurgy titanium alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 687, n. January, p. 47–53, 2017.
- [2]. D.M. Brunette, P. Tengvall, M. Textor, P. Thomsen, *Titanium in Medicine: Materials Science, Surface Science, Engineering, Biological Responses and Medical Applications*, Springer, New York, USA, 2001.
- [3]. AGRIPA, H.; BOTEF, I. Modern Production Methods for Titanium Alloys: A Review. *Titanium Alloys - Novel Aspects of Their Manufacturing and Processing [Working Title]*, v. 1, p. 1–15, 2019.
- [4]. FANG, Z. Z. et al. Powder metallurgy of titanium—past, present, and future. *International Materials Reviews*, v. 63, n. 7, p. 407–459, 2018.
- [5]. DE JESUS, J. et al. Fatigue failure from inner surfaces of additive manufactured ti-6al-4v components. *Materials*, v. 14, n. 4, p. 1–12, 2021.
- [6]. CHIAVERINI, V. *Metalurgia do pó - Técnicas e produtos*. 3 ed. São Paulo. 1992. 3 p.
- [7]. MORAIS, G.A. *Desenvolvimento da metalurgia do pó*. Natal: EDUFERN, 2012.
- [8]. KIM, Y.; SONG, Y. B.; LEE, S. H. Microstructure and intermediate-temperature mechanical properties of powder metallurgy Ti-6Al-4V alloy prepared by the prealloyed approach. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 637, p. 234–241, 2015.
- [9]. CÉSAR, J.; ANDRADE, J. C. DE. *A Determinação da Densidade de Sólidos e Líquidos*. [s.d.].
- [10]. CHANG, R.; GOLDSBY, K. A. *Química*. 11 ed. Porto Alegre: AMGH, 2013.
- [11]. SILVA, A.L.V.C; MEI, P.R. *Aços e Ligas Especiais*. 3 ed. São Paulo: Blucher, 2010. 460 p.
- [12]. ASTM B988. *Standard Specification for Powder Metallurgy (PM) Titanium and Titanium Alloy Structural Components 1*. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018.
- [13]. NARAYANA, P. L. et al. Microstructural response of β -stabilized Ti-6Al-4V manufactured by direct energy deposition. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 811, 2019.
- [14]. JAFFE, R.I.; CHAMPBELL, I.E. The effect of oxygen, nitrogen and hydrogen on iodide refined titanium, *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, 185, 1949, pp. 646-654.
- [15]. FROES, F.H. *Titanium: Physical Metallurgy Processing and Applications*. ASM International, 2015.
- [16]. GERMAN, R. M. Titanium sintering science: A review of atomic events during densification. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 89, n. February, p. 1–13, 2020.
- [17]. ASTM E384. *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017.
- [18]. WU, D. et al. Effect of Fe content on microstructures and properties of Ti6Al4V alloy with combinatorial approach. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, v. 28, n. 9, p. 1714–1723, 2018.
- [19]. DONACHIE, M. J. *Titanium a technical guide*, ASM, 1988. 97 p.
- [20]. DIFERENÇAS ENTRE ÓXIDO DE ALUMÍNIO E CARBURETO DE SILÍCIO. Disponível online: < <https://vsmabrasivos.com/pt/diferencas-oxido-aluminio-carbureto-silicio/> > Acesso em: 10 de junho de 2022.