

SINTERIZAÇÃO DE ALUMINETOS DE TITÂNIO COM ADIÇÃO DE COBALTO E NÍQUEL

Palavras-Chave: Metalurgia do Pó, Sinterização, Aluminetos de Titânio

Autores/as:

Lorenzo Quaglio – UNICAMP

Prof. Dr. Juliano Soyama (orientador) - UNICAMP

INTRODUÇÃO:

Os aluminetos de titânio são potenciais aspirantes a substituir superligas de níquel devido às suas propriedades intrínsecas, como a baixa densidade e sua resistência específica, as quais propiciam sua utilização sob altas temperaturas mantendo considerável resistência mecânica [1]. Sendo, portanto, interessantes para as áreas comerciais relacionadas à aeronáutica, indústria naval e petroquímica. Sabendo-se disto, e do fato de que a metalurgia do pó é um processo de fabricação o qual apresenta vantagens em relação aos outros convencionais, em termos de eficiência no uso de material, grande flexibilidade de forma de seus produtos e reduções no método de produção [2] [3].

O escopo inicial da iniciação científica fora justamente analisar o processo de sinterização dos aluminetos de titânio com adição de níquel e cobalto, comparando-as com a liga binária Titânio-Alumínio (Ti-45Al), a fim de investigar o comportamento de sinterização, a porosidade residual, as transformações de fase, a formação microestrutural e a composição química destes.

Como, com o decorrer da pesquisa, o cobalto demonstrou maior capacidade para atuar como facilitador da sinterização e densificação em relação ao níquel. Hodiernamente, os trabalhos referentes estão com enfoque para a análise do alumineto de titânio com adição de cobalto em diferentes composições e temperaturas de sinterização, efetuando-se as mesmas análises investigativas praticadas desde o início do projeto.

METODOLOGIA:

A priori, foi feito um planejamento dos Corpos de Prova a Verde (pós elementares compactados), sendo estes, caracterizados de acordo com seus respectivos perfis de composição. Inicialmente, quando a pesquisa ainda considerava a análise da liga ternária com níquel (alumineto de titânio com adição de níquel), os perfis de composição eram descritos por três grupos de ligas principais, os quais, cada grupo apresentava três subgrupos com as respectivas variações de

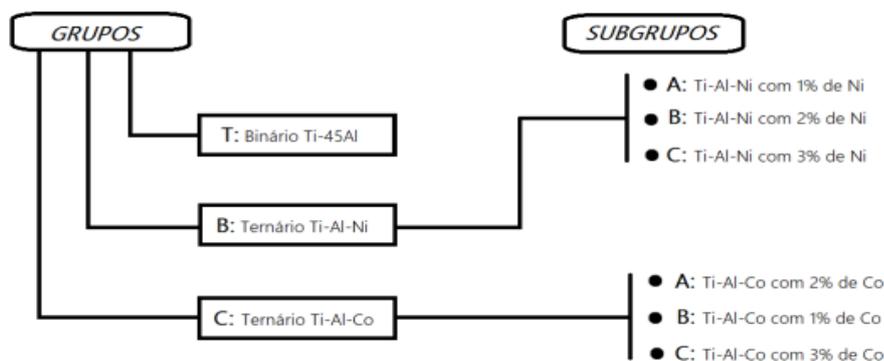


Figura 1 - Esquema antigo de perfis de composição utilizado para caracterização dos corpos de prova

percentuais atômicos (Figura 1).

Como a liga ternária com cobalto demonstrou-se mais significativa na melhora do processo de sinterização e densificação ao níquel, tanto em questão de preservação estrutural quanto a presença de poros mais pequenos e arredondados, além da microdureza mais elevada, decidiu-se focalizar apenas nela, aumentando um subgrupo com percentual atômico mais elevado do que os anteriores para análise comparativa (Figura 2).

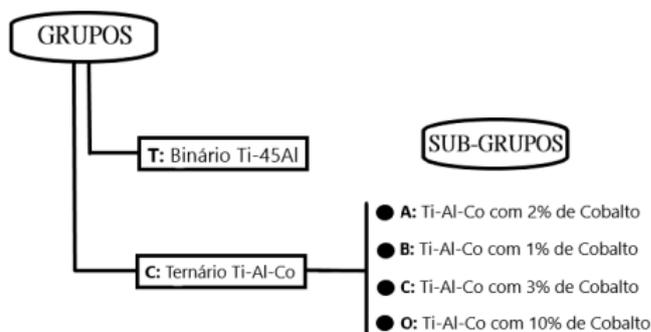


Figura 2 - Esquema atual de perfis de composição utilizado para caracterização dos corpos de prova

Estabelecida a caracterização dos perfis, fora feito para cada percentual atômico sua conversão para percentual em massa. Para assim, haver a possibilidade de se efetuar a devida mistura dos pós elementares na balança científica e obter as amostras com aproximadamente um grama. Para cada uma destas amostras (mistura de pós), fora efetuada uma compactação uniaxial em matriz cilíndrica (Figura 3) por uma prensa hidráulica manual (Figura 4). Processo final que gera os chamados Corpos de Prova à verde. Com isto, os corpos de prova à verde foram sinterizados em um forno elétrico com atmosfera controlada (Figura 5) para temperaturas máximas de ciclo variadas: 1200 °C, 1300 °C e 1400 °C sob atmosfera de argônio.



Figura 3 - Matriz cilíndrica e punções extratores



Figura 4 - Prensa Hidráulica Manual



Figura 5 - Forno Elétrico com atmosfera controlada

Finalizado o processo de sinterização, e com as amostras já preparadas pós metalografia, foram capturadas imagens das amostras em um microscópio óptico. E as quais, foram analisadas no software ImageJ a fim de se obter dados estatísticos para estudo da porosidade residual.

Para a análise microestrutural, utilizou-se de um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) modelo EVO MA15 da Zeiss, com o anseio de realizar um mapeamento de cada amostra utilizando-se o contraste entre fases e a identificação dos elementos em cada região. Para tal, empregou-se, respectivamente, do detector de elétrons secundários, elétrons retroespalhados e a espectroscopia por energia dispersiva (EDS).

Por fim, para estudo da dureza do material, fora utilizado um durômetro Future Tech FV-800 para análise de microdureza Vickers.

Todos os equipamentos aqui descritos são encontrados nos laboratórios da Faculdade de Engenharia Mecânica (FEM), a citar: o Laboratório de Metalurgia do Pó (do Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais), o laboratório multiusuário e o de Metalurgia Física da faculdade.

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Como no projeto objetiva-se o estudo do comportamento de sinterização a partir da adição de diferentes quantidades de elemento de liga. Observou-se a partir dos experimentos que as amostras de liga ternária com elemento de liga cobalto tiveram uma reação bastante expressiva de acordo com o aumento do percentual atômico. Tal como, demonstrada na figura ao lado em que três amostras que foram colocadas para sinterizar na temperatura padrão de teste, 1300 °C, entraram em estado líquido, formando, além da camada de material fundido junto ao cadinho (barca de sustentação para colocar as amostras no forno), um tipo de espuma branca característica de óxidos dos elementos metálicos.



Figura 6 - Resultados das amostras ternárias com 10% de Cobalto após sinterização na temperatura de 1300 °C

Sendo assim, deflagra-se que houve uma mudança da temperatura de fusão do material (que comumente é entorno da temperatura padrão de teste) e, conseqüentemente, na temperatura de sinterização ideal para manutenção da integridade física das amostras. Esse fato impôs a necessidade da diminuição da temperatura a fim de se efetuar mais um ciclo de sinterização. Vale ressaltar que a nova temperatura utilizada, 1200 °C, é uma temperatura muito baixa para a sinterização de alumínetos de titânio do sistema das ligas ternárias com nióbio, Ti-Al-Nb, por exemplo.[1]

Tabela 1 - Valores estatísticos da porosidade residual obtidas das amostras em diferentes temperaturas

DADOS ESTATÍSTICOS DA POROSIDADE RESIDUAL DAS AMOSTRAS						
AMOSTRAS: Liga (Grupo-Subgrupo)	1200 °C		1300 °C		1400 °C	
	Média (%)	Desvio-Padrão (%)	Média (%)	Desvio-Padrão (%)	Média (%)	Desvio-Padrão (%)
Ti-45Al (T)			63,16	2,01	45,77	4,28
Ti-45Al-1Co (C-B)			41,17	7,95	27,68	4,05
Ti-45Al-2Co (C-A)			39,49	7,52		
Ti-45Al-3Co (C-C)			28,15	3,86	25,81	3,36
Ti-45Al-10Co (C-O)	32,04	2,64				

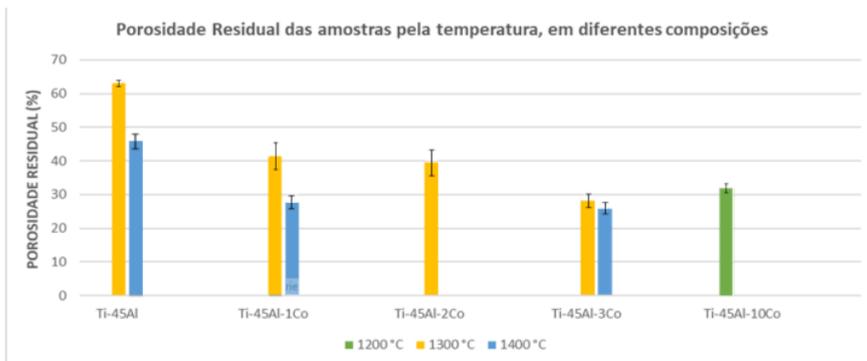


Figura 7 - Porosidade residual das amostras Ti-Al-Co em diferentes temperaturas

fatores de influência (Tabela 2 e Figura 8). Sendo que, para o caso do percentual atômico de 10 % de cobalto houve um aumento significativo na dureza com o uso de uma temperatura bem mais baixa do que as outras amostras. Tal situação abre oportunidades para novas reflexões sobre como, de acordo com o adicional de elemento de liga, a liga em si pode apresentar mudanças significativas tanto no processo de sinterização, quanto nas propriedades do material.

A partir do estudo da porosidade residual por microscopia óptica, observou-se que para as ligas ternárias com cobalto, de acordo com o aumento do percentual atômico do elemento de liga, ocorria uma redução da porosidade das amostras (Tabela 1 e Figura 7).

No quesito dureza, a fim de se estimar a resistência mecânica das ligas sinterizadas, analisou-se que tanto a temperatura de sinterização como a concentração do elemento de liga são

Tabela 2 - Valores estatísticos das durezas obtidas das amostras em diferentes temperaturas

DADOS ESTATÍSTICOS DA DUREZA DAS AMOSTRAS						
AMOSTRAS: Liga (Grupo-Subgrupo)	1200 °C		1300 °C		1400 °C	
	Média (HV)	Desvio- Padrão (HV)	Média (HV)	Desvio- Padrão (HV)	Média (HV)	Desvio- Padrão (HV)
Ti-45Al (T)			283	98	359	38
Ti-45Al-1Co (C-B)			183	58	390	108
Ti-45Al-2Co (C-A)			NÃO SELECIONADAS DEVIDO AO FATO DE ESTAREM MUITO POROSAS			
Ti-45Al-3Co (C-C)			266	54	323	190
Ti-45Al-10Co (C-O)	430	75				

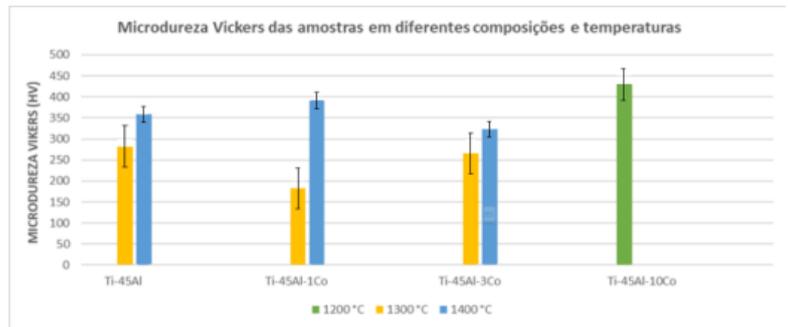


Figura 8 - Microdureza das amostras da liga Ti-Al-Co em diferentes composições e temperaturas

Vislumbrado a significância do aumento do percentual atômico do elemento de liga e, considerando-se o andamento atual da pesquisa, centralizou-se o foco da análise com o MEV nas amostras das ligas Ti-Al-3Co e Ti-Al-10Co obtendo-se informações em relação ao mapeamento das fases e a identificação da distribuição elementos de liga. Para a amostra Ti-Al-3Co, utilizando-se do detector de elétrons secundários, foi possível notar que a amostra apresentou três fases distintas. Sendo que havia a presença de uma matriz com fase γ (Ti-Al) aparecendo em tom acinzentado com pequeno percentual de cobalto em solução sólida, uma fase intermediária rica em cobalto e titânio, em tons mais claros, e colônias lamelares de fase α e γ [4]. As colônias lamelares eram em grande parte circundadas pela fase rica em cobalto e titânio (Figura 9.A e 9.B).

A amostra Ti-Al-10Co demonstrou uma distribuição de fases que lembra a de uma liga eutética, com arranjo lamelar degenerado. Esse fato pode ter contribuído para aumentar a dureza do material [4]. Identificou-se claramente duas fases, sendo que, a fase mais clara apresentou alta concentração de cobalto, o qual aparentemente se difundiu e interligou-se junto ao titânio e alumínio. Observou-se também uma fase mais escura, cuja composição era característica de fase γ (Figura 10.A e 10.B).

Aplicando-se do EDS nas duas amostras, observou-se que, para ambas, mesmo sendo de ligas diferentes, elas apresentaram em média uma diminuição de entorno de dois por cento (2%) do elemento cobalto após o processo de sinterização. É possível supor, devido a esta observação sistemática, que o cobalto esteja reagindo com outro elemento presente na liga, ou talvez, com alguma impureza. Assim, é provável estes fatores estarem fazendo-o evaporar ou perder-se de outra forma durante o processo.

Como nada ainda está claro quanto a isto, a fins comparativos, foram feitas amostras compactadas com 2% a mais de percentual atômico do elemento, esperando-se sanar esta questão de perda de cobalto durante o processamento.

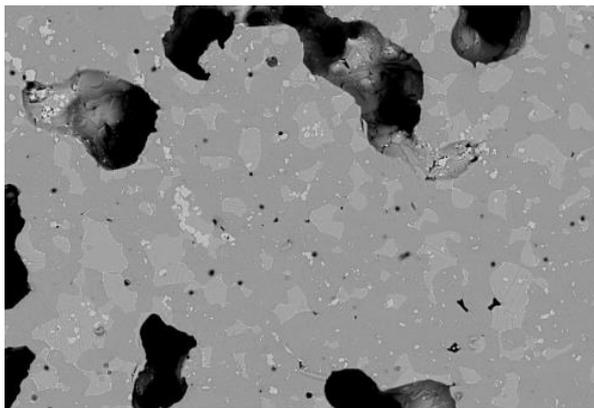


Figura 9.A - Liga Ti-Al-3Co com ampliação de em 500x

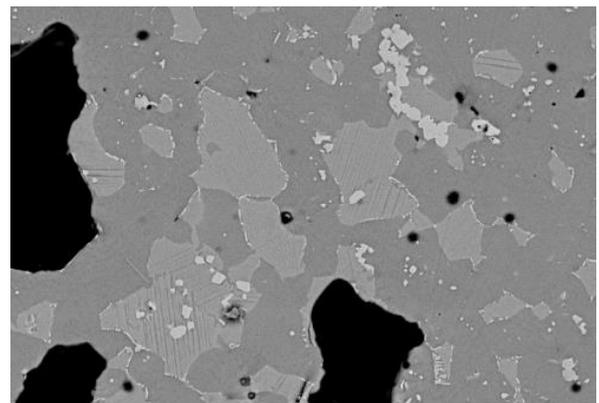


Figura 9.B - Liga Ti-Al-3Co com ampliação de em 1000x

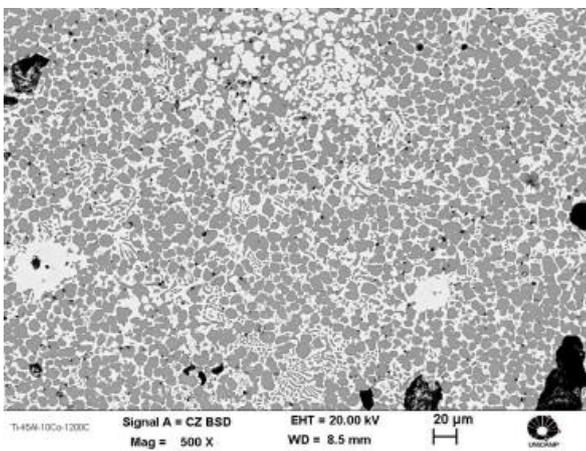


Figura 10.A - Liga Ti-Al-10Co com ampliação de em 500x

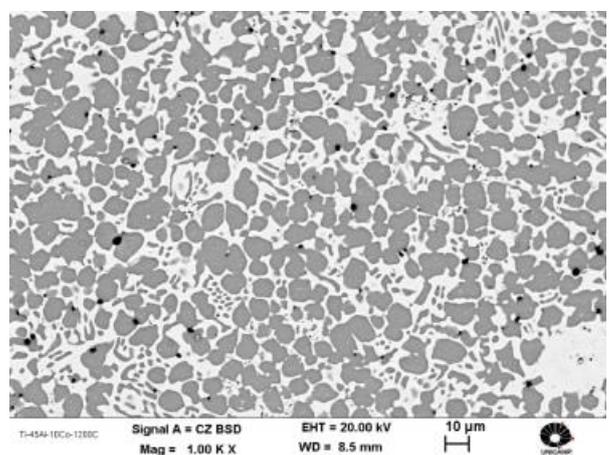


Figura 10.B - Liga Ti-Al-10Co com ampliação de em 1000x

CONCLUSÕES:

Assim como descrito, buscou-se nas análises investigativas observar a alteração no processo de sinterização das ligas com a adição dos elementos de liga. Foi possível observar que, de fato, adições de cobalto modificaram significativamente o comportamento de sinterização quando comparado ao binário Ti-45Al. O efeito do cobalto foi inclusive mais pronunciado que do níquel.

Devido a esta conclusão inicial, hodiernamente, objetivou-se utilizar adições de cobalto com teores mais expressivos a fim de induzir mudanças mais significativas na microestrutura. Foi possível observar que a liga Ti-45Al-10Co não apenas demonstrou um comportamento de sinterização diferenciado (sinterizou a 1200 °C) como também apresentou valores de dureza superiores. Além disso, a microestrutura bifásica e com sinais de formação de microconstituente eutético foi muito diferente da observada com 1 ou 2% de cobalto (totalmente lamelar). Ademais, notou-se uma perda de cerca de 2% at. de cobalto após o processo de sinterização, a qual ainda está sendo investigada na pesquisa. Em suma, estas amostras demonstraram realmente que o elemento cobalto age diretamente na temperatura de sinterização, auxilia na densificação e altera a formação microestrutural.

Sendo assim, até o término do projeto de iniciação científica, serão realizados experimentos de sinterização com pelo menos uma variação adicional na concentração do elemento cobalto, principalmente abaixo do percentual de 10%. Também serão preparadas amostras com uma mistura de pó pré-ligado (Ti-50Al) e pó elementar de Co para fins comparativos.

BIBLIOGRAFIA

- [1] C. Leyens, M. Peters, eds., Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications, 2005.
- [2] F. Thummler, R. Oberacker, An Introduction to Powder Technology, Institute of Materials, 1993.
- [3] M. Qian, F.H. Froes, Titanium Powder Metallurgy: Science, Technology and Applications, Butterworth-Heinemann, 2015.
- [4] CALLISTER, W. D., Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. John Wiley & Sons, Inc., 2016. 9ª ed.