




Efeito da temperatura e pressão nas propriedades da liga de titânio Ti-6Al-4V produzida a partir da metalurgia do pó

Effect of temperature and pressure on the properties of titanium alloy Ti-6Al-4V produced from powder metallurgy

Ricardo Alan da Silva Vieira¹ , Erbenia Taciane Fernandes da Fonseca¹, Manoel Quirino da Silva Júnior¹, Edgley Alves de Oliveira Paula¹ , Fernanda Monique da Silva^{1,2}, Felipe Bento de Albuquerque^{1,3}, Joalis Barbalho de Souza¹, Fernando Rusch¹, Mário Vanoli Scatolino¹, Rafael Rodolfo de Melo¹ 

¹Universidade Federal Rural do Semiárido. Av. Francisco Mota, 572, Costa e Silva, 59625-900, Mossoró, RN, Brasil.

²Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará. Sítio Taperinha, Rodovia CE-377, 62960000, Tabuleiro do Norte, CE, Brasil.

³Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte. Rua Raimundo Firmino de Oliveira, Alto de São Manoel, 59628330, Mossoró, RN, Brasil.

e-mail: ricardo.vieira@alunos.ufersa.edu.br, erbenia.fernandesf@gmail.com, manoel.quirino@ufersa.edu.br, edgley.paula@alunos.ufersa.edu.br, fernanda.monique@ifce.edu.br, felipe.albuquerque@alunos.ufersa.edu.br, joalis.souza@alunos.ufersa.edu.br, fe_rusch@yahoo.com.br, mario.scatolino@ufersa.edu.br, rafael.melo@ufersa.edu.br

RESUMO

Foram caracterizadas micro estruturalmente e mecanicamente a liga Ti-6Al-4V obtida através da metalurgia do pó em atmosfera não controlada variando os parâmetros de sinterização. As amostras foram compactadas em uma prensa uniaxial à 874 MPa, 999 MPa e 1124 MPa, e sinterizadas sem atmosfera protetora ou vácuo, nas temperaturas de 675 °C, 750 °C e 850 °C. Ao sinterizar o material, houve influência dos óxidos nos resultados devido à alta afinidade que o titânio tem por elementos intersticiais, promovendo um aumento na densidade e elevados valores de dureza. A partir dos resultados verificou-se que o tratamento realizado na pressão de 1124 MPa e temperatura de 750 °C foi o que apontou a maior dureza na fase beta (β), sendo o valor de 1165,1 HV. Na fase alfa (α), o maior valor foi de 1321,3 HV, apresentado pelo tratamento realizado na pressão de 999 MPa e temperatura de 850 °C. Os elevados valores na dureza observados na liga estão associados ao reforço promovido pela dissolução átomos de Fe. Materiais com elevada dureza possuem uma vasta aplicação nas indústrias aeroespaciais e biomédicas, que buscam sempre por melhores resultados de resistência mecânica, aumentando assim a vida útil e a aplicabilidades de seus produtos.

Palavras-chave: Processos de fundição; Sinterização; Porosidade; Ligas metálicas.

ABSTRACT

Were characterized microstructurally and mechanically the Ti-6Al-4V alloy obtained through powder metallurgy in an uncontrolled atmosphere, varying the sintering parameters, arose. The samples were compacted in a uniaxial press at 874 MPa, 999 MPa, and 1124 MPa, and sintered without a protective atmosphere or vacuum, at 675 °C, 750 °C, and 850 °C. When sintering the material, the oxides influenced the results due to titanium's high affinity for interstitial elements, promoting increased density and high hardness values. Based on the results, the treatment carried out at a pressure of 1124 MPa and a temperature of 750 °C showed the highest hardness in the beta phase (β), with a value of 1165.1 HV. In the alpha phase (α), the highest value was 1321.3 HV, presented by the treatment performed at a pressure of 999 MPa and a temperature of 850 °C. The high hardness values observed in the alloy are associated with the reinforcement promoted by the dissolution of Fe atoms. Materials with high hardness values use in the aerospace and biomedical industries, which always look for better mechanical resistance results, thus increasing their products' useful life and applicability.

Keywords: Foundry processes; Sintering; Porosity; Metal alloys.

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 e biocompatibilidade [1]. Pesquisadores tem buscado por materiais mais leves e resistentes em aplicações industriais, especialmente no ramo automobilístico e aeroespacial [2]. Componentes mais leves são mais eficientes energeticamente, consequentemente mais econômicos. Devido as exigências por melhores propriedades físicas e mecânicas, as ligas de titânio (Ti) têm sido bastante utilizadas por apresentarem densidade inferior ao do aço [3], geralmente na faixa de 4,37–4,56 g/cm³ [4]. As ligas de titânio apresentam propriedades que as qualificam para serem utilizadas em diversas aplicações. Os materiais provenientes do titânio vêm sendo utilizados pela indústria automobilística desde do ano de 1980, quando foram empregados nos carros da F1. Esses materiais tratados quimicamente eram empregados no revestimento dos motores, visando o aumento da propriedade de dureza [5]. As ligas de Níquel-Titânio apresentam propriedades únicas para aplicações nas indústrias automobilística, aeroespacial e biomédicas. Sendo utilizados para confecção de atuadores automáticos, espaçonaves, sistemas micro eletromecânicos, dispositivos elétricos, fios para cavidade bucal, motores térmicos e componentes para sistemas de orientação de energia solar de satélites [6].

Apesar de oferecem propriedades favoráveis, as ligas de titânio possuem um alto custo que 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 [7, 8]. A liga de titânio Ti-6Al-4V foi criada na década de 1950 por Stanley Abkowitz nos Estados Unidos e sozinha representa mais da metade do uso de materiais a base de titânio no mundo [4]. Isso se dá devido à baixa densidade, alta resistência à corrosão e biocompatibilidade superior [9]. É a principal liga de titânio usada para aplicações médicas e odontológicas. Os exemplos incluem pinos e parafusos ortopédicos, grampos cirúrgicos, molas, aparelhos ortodônticos, substituições de articulações, vasos criogênicos para armazenamento médico e dispositivos de fixação óssea [4]. No entanto descobriu-se que a utilização a longo prazo de implantes fabricados a partir da liga Ti-6Al-4V são prejudiciais à saúde, a fricção causada por atividades humanas leva à liberação contínua de alumínio (Al) e vanádio (V) no corpo humano, e esses elementos de liga provaram ser tóxicos e causar alergias, além de efeitos adversos à saúde que afetam negativamente o ser humano [10]. A liga Ti-6Al-4V é considerada bifásica por apresentar duas fases distintas, fase (α) e fase (β) que contém entre 4 e 6% de elementos estabilizadores de fase β , como vanádio, molibdênio, tungstênio, tântalo e silício. O alumínio presente na liga 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 [11].

A 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, obtidos através dessa técnica, na década 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 realizado a sinterização em uma temperatura abaixo da temperatura de fusão da liga metálica principal, perante condições controladas de tempo, temperatura e ambiente [12, 13].

Atualmente essa temática tem sido alvo de diversas pesquisas. No trabalho desenvolvido por SAXENA *et al.* [14] foi feito uma revisão teórica sobre os reforços utilizados em ligas metálicas, assim como os parâmetros relacionados ao processo de fabricação por metalurgia do pó, sendo eles: a pressão de compactação e a temperatura de sinterização. A variação desses parâmetros são responsáveis por fornecerem melhores propriedades mecânicas. No estudo feito por FANG *et al.* [7] foi avaliado as formas de obtenção do pó de Ti, assim como a influência dos processos de obtenção através da metalurgia do pó. Observou-se a importância da pressão de compactação, promovendo melhores propriedades mecânicas a liga de Ti sinterizada, corroborando com o estudo realizado por SAXENA *et al.* [14].

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 × % N + 2/3 × % C [15]. Como um indicador da resistência dos materiais à deformação, a dureza vickers reflete não apenas a densidade e a resistência dos materiais, mas também as mudanças nas propriedades mecânicas locais [16].

As ligas de titânio possuem como principal limitação a reatividade química com outros materiais em temperaturas elevadas. Por esse motivo desenvolveu-se técnicas não convencionais de fusão e fundição, que vem sendo alternativa viável para a fabricação de produtos a partir dessas ligas. Este trabalho traz uma interessante abordagem sobre como parâmetros de pressão e temperatura de sinterização podem influenciar nas propriedades de microdureza da liga Ti-6Al-4V produzidas a partir da metalurgia do pó. Partindo desse princípio, surgiu-se a ideia de caracterizar a liga Ti-6Al-4V obtida através da metalurgia do pó. O trabalho avaliou as propriedades físicas (massa, volume e densidade) e microestruturais da liga confeccionadas em atmosfera não controlada, variando os parâmetros de pressão de compactação e temperatura de sinterização. O conhecimento dessas propriedades e determinação desses parâmetros poderia viabilizar a utilização dessa liga na construção e desenvolvimento de novos produtos dedicados a indústria automotiva ou aeroespacial.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Obtenção e caracterização dos constituintes da liga

A liga de titânio Ti-6Al-4V de grau V e granulometria de 250 mesh foi obtida da empresa Multicel[®]. As amostras em forma de pó foram submetidas às análises de difração de raios X (DRX) e de espectrometria de fluorescência de raios-X (EFRX). A DRX foi realizada em um difratômetro, modelo Miniflex II da Rigaku[®], com radiação Cu-K α ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$), voltagem de 30 kV e corrente de tubo de 30 mA. As amostras foram analisadas na faixa de 10 a 80° em 2 θ , com abertura de fenda de 0, 15°. O feixe foi defasado em relação a amostra com velocidade de 1° min⁻¹ e passo de 0,02°. Para a construção do difratograma utilizou-se uma interface gráfica Profex[®], e para refinamento aplicou-se o método Rietveld para dados de DRX pelo programa BGMN[®]. A EFRX foi realizada com a utilização de um espectrômetro de fluorescência de raios X por energia dispersiva modelo EDX-7000 da Shimadzu[®].

2.2. Confeção das amostras

As amostras foram confeccionadas a partir do processo de metalurgia do pó. Inicialmente realizou-se a limpeza da matriz de compactação com a utilização de álcool isopropílico para retirada de impurezas (Figura 1a). A matriz foi lubrificada com uma solução de estearato de zinco diluído em acetona para evitar a aderência do pó nas paredes da matriz durante a compactação (Figura 1b). Após o preparo da matriz, realizou-se a pesagem de 1,8 g da liga, com granulometria de 250 MESH, em uma balança analítica com precisão de 0,0001 g, sendo o pó depositado na matriz de aço temperado com diâmetro interno de 10,0 mm. Em relação a temperatura e pressão, foram efetuados ensaios empíricos, com diferentes parâmetros, sendo utilizado os que apresentaram menor grau de oxidação na liga. O material foi compactado com uma prensa hidráulica manual BONEVAU[®], com capacidade de 10 t. As amostras foram compactadas uniaxialmente sob temperatura ambiente e pressão de 874, 999 e 1124 MPa (Figura 1d). No momento da prensagem do material, foi estabelecido um tempo de relaxação de 30 s a cada tonelada aplicada. Após atingir a pressão máxima de 9 t de compactação, cada corpo de prova foi deixado por 30 s antes da retirada do carregamento. Posteriormente, os corpos de prova no formato cilíndricos foram retirados da matriz, e suas medidas de espessuras e diâmetros foram coletadas com a utilização de um paquímetro analógico (resolução 0,05 mm).

Após a etapa de compactação, as amostras foram levadas para uma mufla digital microprocessado (ZEZIMAQ[®]), e sinterizadas em atmosfera não controlada durante um período de 1 h, nas temperaturas de 675 °C, 750 °C e 850 °C (Figura 1e). Durante o processo de sinterização, utilizou-se uma base de tijolo refratário inerte para evitar o contato direto das amostras com o material do forno. As amostras ficaram no forno por um período de 24 h até atingir a temperatura ambiente. Seguidamente, realizou-se o processo de medições das dimensões das amostras após a sinterização (Figuras 1g). No total, foram produzidas 90 amostras nas dimensões de 7 mm de espessura e 10 mm de diâmetro, divididas em três tratamentos (Tabela 1). Informações como massa, espessura e diâmetro dos corpos de prova serviram para determinação da densidade antes e depois da sinterização.

2.3. Metalografia e microscopia óptica

Após o processo de sinterização, as amostras passaram por um processo de acabamento superficial, utilizando lixas d'água com as granulometrias de 220, 320, 400, 500, 600 e 800 para remoção da camada oxidada. Em seguida, realizou-se polimento com um pano metalográfico e alumina em suspensão N° 4. Para a obtenção de uma superfície com o mínimo de imperfeições. A análise foi feita em um microscópio óptico Olympus[®], GX51, com uma ampliação de 100x nas configurações de campo claro e campo escuro.

2.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura foram obtidas das amostras da liga de titânio antes e depois da sinterização por meio de microscópio Tescan Vega 3 LMU (Kohoutovice, República Tcheca), com o intuito de

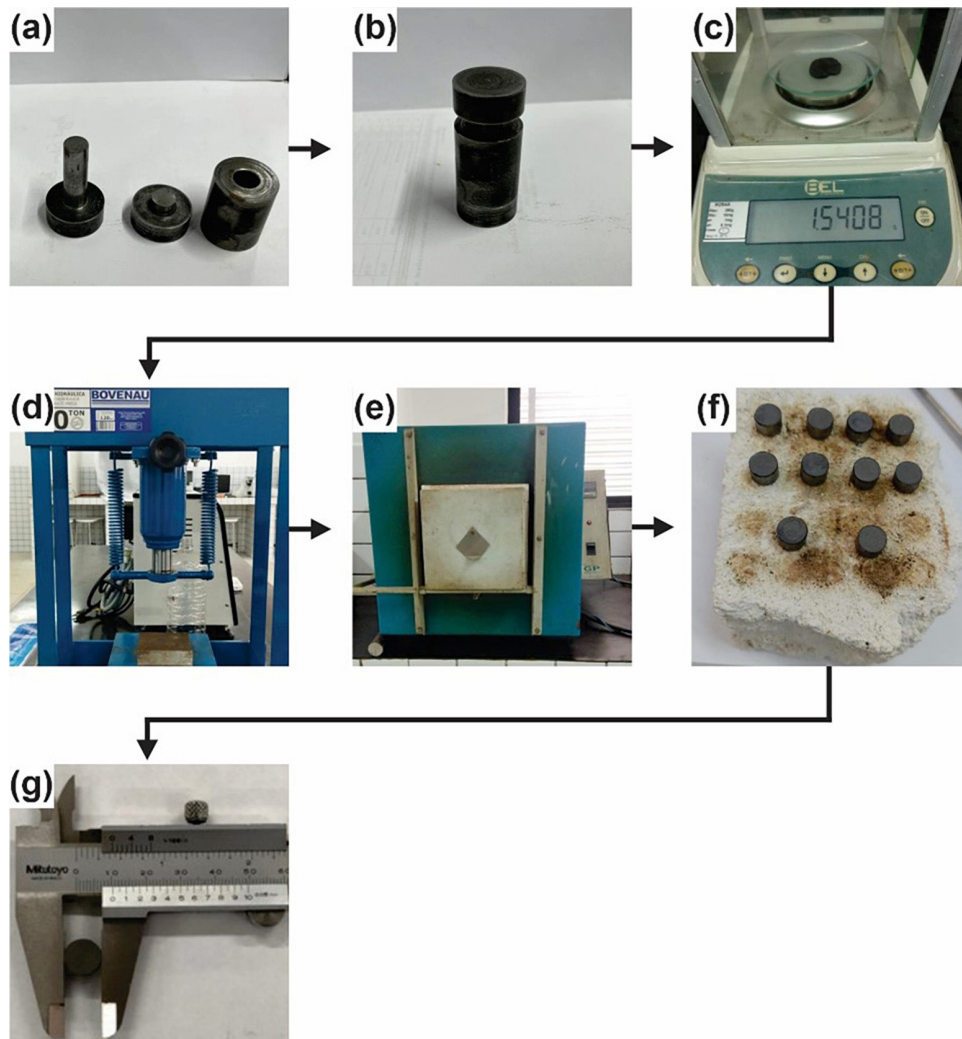


Figura 1: Processo de fabricação das amostras partir da metalurgia do pó. (a) Limpeza da matriz; (b) Matriz montada após o processo de limpeza; (c) Pesagem do pó; (d) Compactação do pó; (e) Sinterização das amostras produzidas; (f) Amostras sinterizadas; (g) Medição do diâmetro.

Tabela 1: Parâmetros dos tratamentos avaliados.

TRATAMENTO	TEMPERATURA (°C)	PRESSÃO (MPa)
675 – 874	675	874
675 – 999	675	999
675 – 1124	675	1124
750 – 874	750	874
750 – 999	750	999
750 – 1124	750	1124
850 – 874	850	874
850 – 999	850	999

avaliar a eficiência do processo. Como as mesmas não eram condutoras de elétrons, foram fixadas em suportes metálicos para o processo de metalização, aplicando uma fina camada superficial de 9 nm de ouro com a utilização de um metalizador modelo Q150R ES (Quorum Technologies, Lewes, Reino Unido). A voltagem do equipamento foi ajustada para 10,0 kV, capturando imagens na região superficial das amostras, com uma ampliação de 500 e 7000x.

2.5. Resistência à microdureza Vickers

O ensaio foi realizado seguindo a norma American Society for Testing and Materials E384 [17]. As amostras sinterizadas foram posicionadas em um microdurômetro Shimadzu modelo HMV-2T, em seguida foi aplicado uma força de 980,7 mN durante 10 s para endentação. No total, foram realizadas 10 endentações em cada fase apresentada pela liga. As fases foram observadas no microdurômetro utilizando-se lente com aumento de 40x.

2.6. Delineamento experimental

Os dados foram organizados em planilhas e posteriormente, seguindo procedimento metodológico proposto por COSTA *et al.* [18] e MARTINS *et al.* [19] aplicou-se o teste de Shapiro-Wilk para verificação da normalidade e o teste de Levene para verificação heterogeneidade. Seguidamente, aplicou-se uma análise de variância (ANOVA) e, no caso de diferenças estatísticas, foi realizado um teste de Tukey a 95% de significância (p -valor $< 0,05$) utilizando o software livre Sisvar.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Caracterização do pó

3.1.1. Espectrômetros de fluorescência de raios X (EFRX)

A Tabela 2 mostra o resultado obtido na EFRX em comparação com a composição química da liga Ti-6Al-4V de grau V exibidos na norma ASTM B988 [20]. É observado que a liga estudada apresentou valores diferentes do intervalo estabelecido pela norma, apresentando um percentual de quase 5% de ferro, sendo bem acima do permitido. Os valores acima dos aceitáveis pela norma podem influenciar na microestrutura. O ferro presente em quantidade superior ao estipulado irá atuar como um estabilizador da fase β além de contribuir para melhores propriedades mecânicas, como maior efeito na propriedade de tração que pode ser atribuído ao reforço de solução sólida e reforço de interface de fase do Fe com o Ti [21].

Como observado, 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 NARAYANA *et al.* [22], 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. Foi observado por HUANG *et al.* [21] que além de melhorar a estabilidade da fase beta, o Fe e o V influenciam nas propriedades de tração e podem ser atribuídos à solução sólida influenciada e ao fortalecimento da interface de fase em várias microestruturas.

3.1.2. Difração de raios X (DRX)

A análise realizada na liga Ti-6Al-4V com adição de ferro em sua composição permitiu a identificação de picos característicos que revelou a existência de uma estrutura bifásica ($\alpha + \beta$) (Figura 2).

A evolução do padrão DRX do pó da liga de titânio, Ti-6Al-4V demonstrada pelos picos de difração característicos fornecem informações sobre as fases presentes no material, sendo elas, fase alfa e fase beta respectivamente. Esse padrão foi observado por NARAYANA *et al.* [22] para a liga Ti-6Al-4V com adição de ferro em sua composição.

3.1.3. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

O material apresentou formato irregular e partículas de tamanhos distintos, como observado na Figura 3. Essa característica está associada ao produto final, visto que o formato do pó influencia nas propriedades mecânicas, como maior densidade do compactado obtido no processo de metalurgia do pó.

Os pós do tipo irregular são, em geral, a melhor escolha para serem processados através da metalurgia do pó convencional, porque proporcionam um excelente entrelaçamento mecânico. Isso confere às peças boa resistência a verde, necessária para endurecimento do material antes da etapa de sinterização e uma alta densidade pós-sinterização, livre de porosidades [23].

Tabela 2: Comparação das composições químicas de uma liga grau V com o resultado do EFRX (% peso).

LIGA	Ti	Al	V	Fe	OUTROS
Normatizada	87,95 – 94,40	5,60 – 6,75	3,50 – 4,50	$\leq 0,40$	$\leq 0,40$
Estudada	80,23	5,76	4,53	4,83	4,65

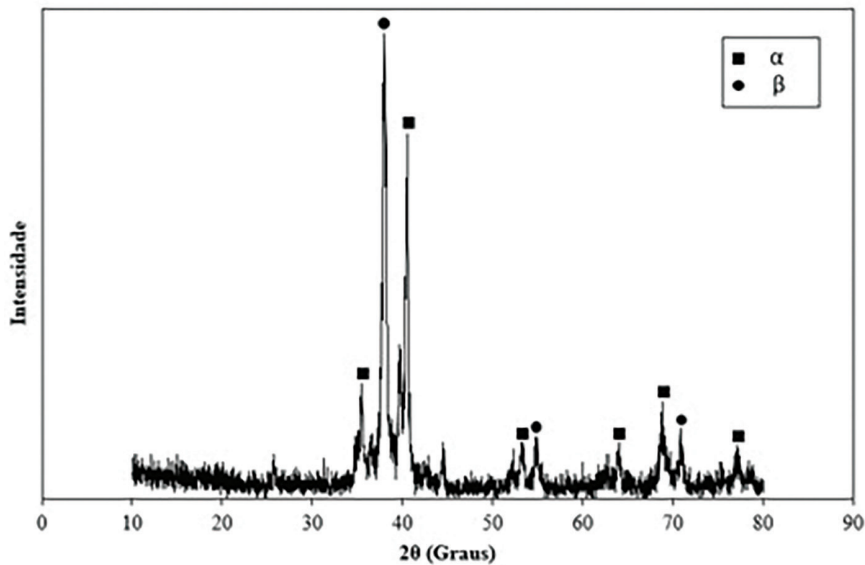


Figura 2: Difratoograma da liga Ti-6Al-4V em pó.

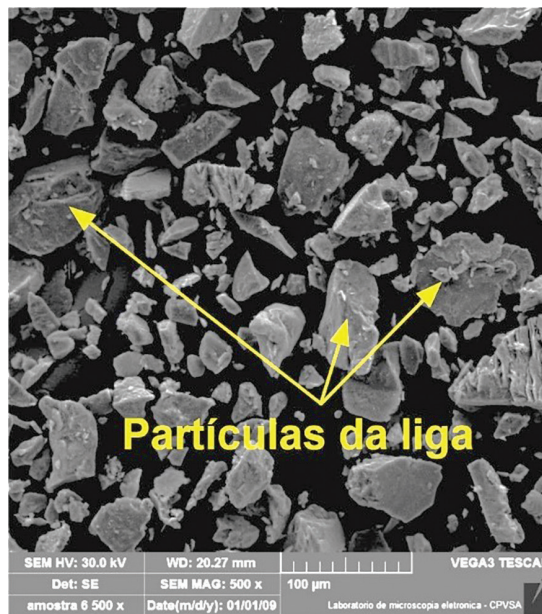


Figura 3: Micrografia das partículas da liga Ti-6Al-4V (500X).

3.2. Caracterização das amostras sinterizadas

3.2.1. Densidade das amostras

Observou-se uma variação nos resultados, onde a densidade calculada antes da sinterização foi inferior a densidade calculada depois da sinterização Tabela 3. O comportamento das massas e dos volumes antes e após a sinterização podem ser observados nas Tabelas 4 e 5, respectivamente.

Pelos resultados expostos na Tabela 4 percebe-se que houve um aumento da 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 [24]. Esses elementos são formadores de soluções sólidas intersticiais, preenchendo os espaços vazios entre os átomos de titânio [25]. A difusão do oxigênio na liga de titânio foi observada por MONTELIONE *et al.* [26], influenciando diretamente nas propriedades mecânicas do material. A difusão promove maior preenchimento de vazios, conseqüentemente uma maior densificação, visto que diminui a quantidade de porosidades.

Tabela 3: Valores médios e desvio padrão das densidades dos corpos de prova obtidos antes e depois da sinterização.

TEMPERATURA (°C)	PRESSÃO (MPa)					
	874		999		1124	
	DENSIDADE					
	VERDE	SINTERIZADO	VERDE	SINTERIZADO	VERDE	SINTERIZADO
	-----g/cm ³ -----					
850	3,00 ± 34,003	3,27 ± 44,021	3,05 ± 16,194	3,33 ± 36,235	3,09 ± 31,328	3,35 ± 36,451
750	3,00 ± 56,420	3,12 ± 50,177	3,11 ± 72,029	3,36 ± 39,452	3,11 ± 74,311	3,32 ± 47,665
675	3,05 ± 42,199	3,16 ± 22,237	3,07 ± 33,950	3,31 ± 48,791	3,13 ± 29,209	3,38 ± 61,500

Tabela 4: Valores médios e desvio padrão das massas dos corpos de prova obtidos antes e depois da sinterização.

TEMPERATURA (°C)	PRESSÃO (MPa)					
	874		999		1124	
	DENSIDADE					
	VERDE	SINTERIZADO	VERDE	SINTERIZADO	VERDE	SINTERIZADO
	-----g/cm ³ -----					
850	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	1,71 ± 0,023	1,90 ± 0,017	1,71 ± 0,030	1,88 ± 0,022	1,71 ± 0,039	1,89 ± 0,031
675	1,71 ± 0,012	1,93 ± 0,015	1,69 ± 0,002	1,92 ± 0,015	1,72 ± 0,015	1,89 ± 0,021

Tabela 5: Valores médios e desvio padrão dos volumes dos corpos de prova obtidos antes e depois da sinterização.

TEMPERATURA (°C)	PRESSÃO (MPa)					
	874		999		1124	
	DENSIDADE					
	VERDE	SINTERIZADO	VERDE	SINTERIZADO	VERDE	SINTERIZADO
	-----g/cm ³ -----					
850	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	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	0,56 ± 0,006	0,61 ± 0,006	0,55 ± 0,001	0,58 ± 0,011	0,55 ± 0,002	0,56 ± 0,011

Comportamento semelhante foi observado na análise dos volumes dos corpos de prova antes e após a sinterização, Tabela 5. Possivelmente o aumento do volume está relacionado ao aumento de massa e a gases presos nos poros, oriundos do processo de sinterização [27]. A partir dessas análises, atribui-se o aumento da densidade ao aumento da massa e ao aumento do volume.

3.2.2. Dureza Vickers

As medidas de dureza foram realizadas nas fases alfa (α) e beta (β), como mostrado destacado pelos círculos na Figura 4, 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 endentações de 2,5 vezes a distância do centro da endentação mais próxima.

A partir dos valores médios de dureza apresentados nas Figuras 5a e 5b, nota-se que há um aumento dos resultados ao comparar-se a dureza na fase (α) com a dureza da fase (β) das amostras sinterizadas a 675 e 750 °C. Não foi observado o mesmo comportamento em 850 °C.

Na fase β a 750 °C e 999 MPa, não foi possível realizar as endentações devido à alta quantidade de poros e baixa quantidade de fase clara. 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

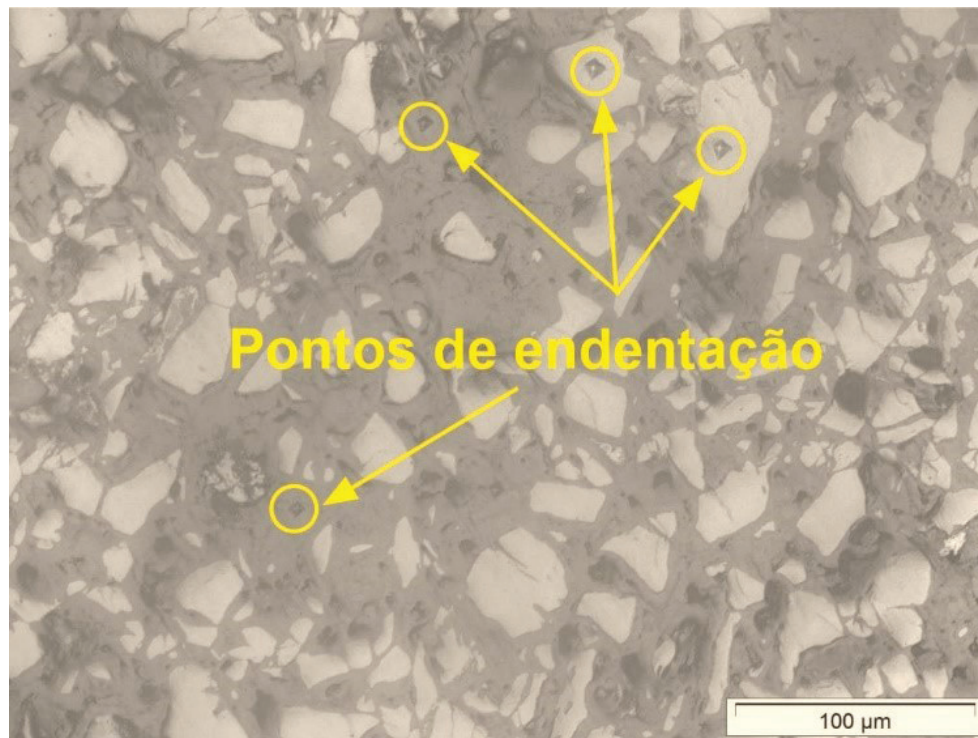


Figura 4: Imagem de microscopia ótica com ampliação de 200X para identificação da endentação nas fases clara e escura da liga em estudo.

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 como elemento de reforço das ligas de titânio. A liga Ti-6Al-4V-5Fe é reforçada pela dissolução átomos de Fe, promovendo o aumento da dureza [28]. A presença de elementos intersticiais como o oxigênio e nitrogênio tende a aumentar a dureza, a resistência mecânica e diminuir a ductilidade do titânio [29].

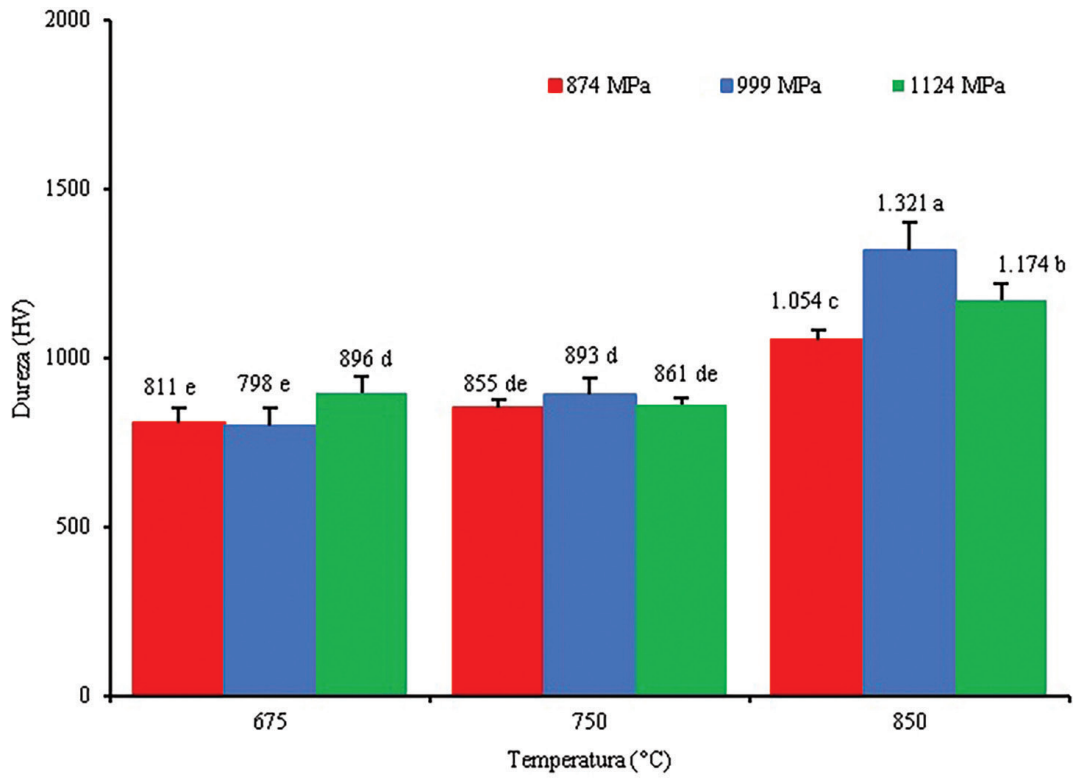
A Tabela 6 expõe os resultados dos óxidos detectados pela espectrometria de fluorescência de raios-X após a sinterização. Entre os óxidos apresentados destaca-se o óxido de alumínio (Al_2O_3) por ser altamente abrasivo e de dureza elevada, sendo bastante utilizado na fabricação de ferramentas abrasivas. Portanto, entende-se que os óxidos tenham influenciado de fato na dureza da liga estudada.

3.2.3. Microscopia ótica e Microscopia eletrônica de varredura

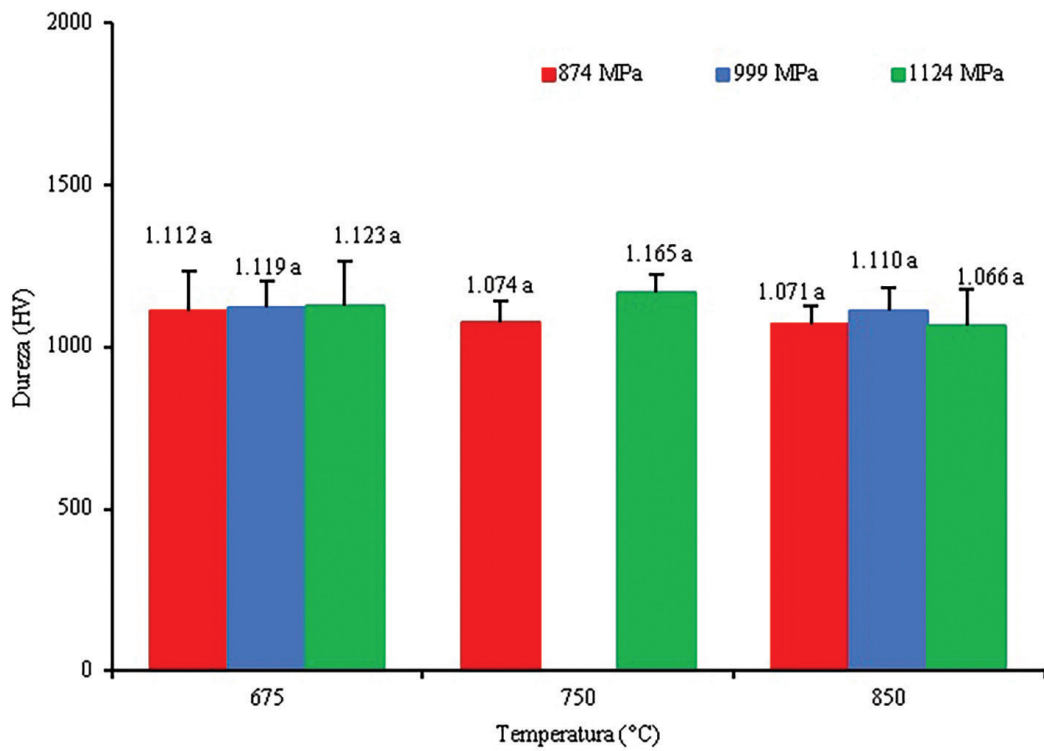
As fases de cada amostra foram analisadas através da microscopia ótica utilizando um aumento de 100X (Figura 6). Observa-se características distintas em cada tratamento, como variação na distribuição das fases clara e escura, assim como a presença de poros em ambos os tratamentos, que podem trazer efeitos negativos ao produto devido à baixa adesão do compactado.

A presença do ferro na liga promoveu a formação de uma microestrutura equiaxial e refinamento de grão significativo [21]. O Conjunto de Figuras 6a, 6b e 6c contém as amostras sinterizada na temperatura de 675°C, onde notou-se a presença de duas fases, uma fase clara e outra mais escura. As que foram compactadas a pressão de 874 MPa, Figura 6a, apresentou mais fase escura em comparação com as amostras compactadas a 1124 MPa, Figura 6c, que apresentaram mais fase clara. As amostras sinterizadas em 750 °C, representadas pelas Figuras 6d, 6e e 6f, apresentaram menos fase escura e uma quantidade significativa de porosidade. As Figuras 6g, 6h e 6i representam as amostras sinterizadas em 850 °C nas quais apresentam as duas fases bem definidas e bem homogênea e todos os tratamentos.

Como observado por WU *et al.* [28] a liga Ti-6Al-4V mostra microestruturas onde subentende-se que a fase α é a clara e β a escura. Como o presente trabalho foi realizado em uma atmosfera livre e o titânio é quimicamente ativo em temperaturas mais altas, superior a 650 °C, ou seja, ele irá reagir com os elementos presente no ar. O nitrogênio também reage com o titânio, mas a uma taxa muito mais lenta que o oxigênio; assim, ele não apresenta nenhum problema sério de contaminação. A captação de oxigênio durante o tratamento térmico surte alguns efeitos na liga. Os átomos intersticiais de oxigênio entram e expandem a rede cristalina



(a)

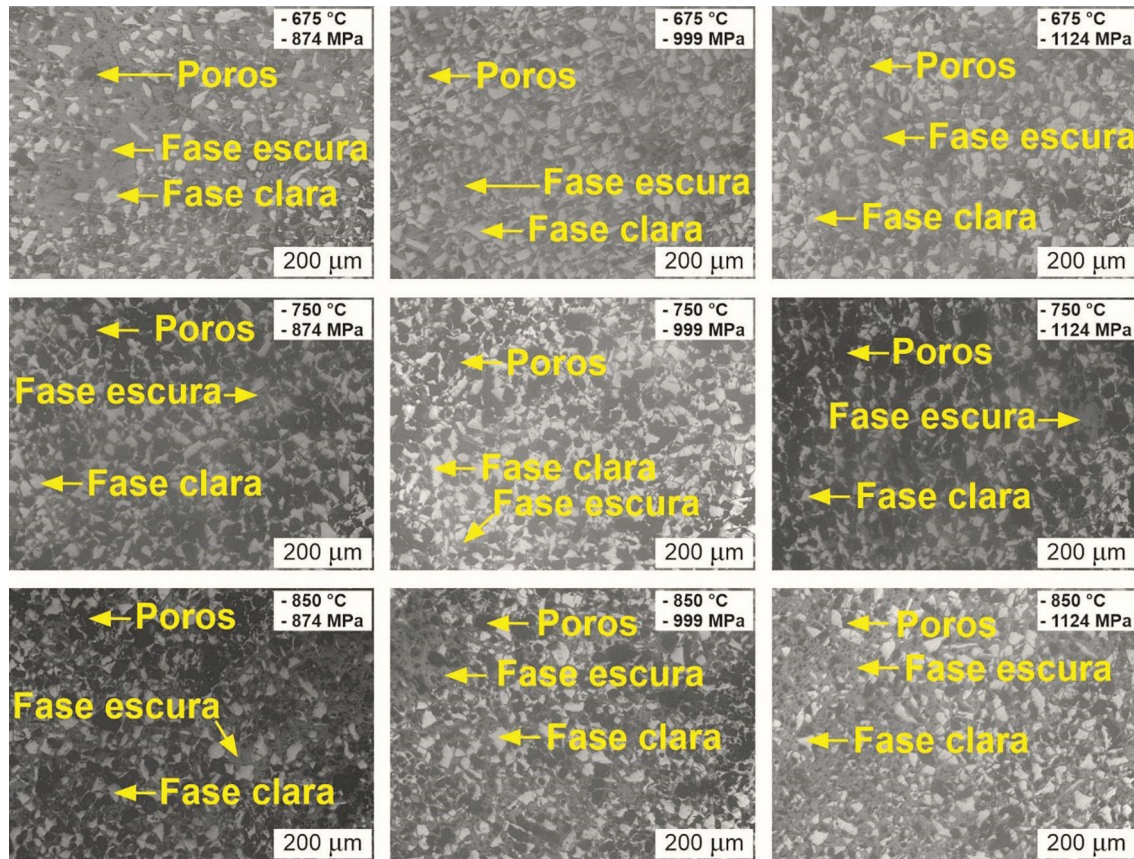


(b)

Figura 5: Resultados de dureza Vickers. (a) Dureza na fase α ; (b) Dureza na fase β . Médias que possuem a mesma letra não diferem significativamente de acordo com o teste de Tukey ($p < 0,05$).

Tabela 6: Percentual de óxidos presentes na liga Ti-Al6-V4-Fe4.

LIGA	TiO ₂	Al ₂ O ₃	V ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃
Ti-Al10-V4-Fe4	48,202%	31,595%	4,262%	15,941%

**Figura 6:** Microscopia óptica das amostras sinterizadas (200 μm). (a) 675–874; (b) 675–999; (c) 675–1124; (d) 750–874; (e) 750–999; (f) 750–1124; (g) 850–874; (h) 850–999 (i) 850–1124.

do titânio, resultando em um efeito de fortalecimento da solução sólida e um aumento acentuado na resistência ao escoamento [25].

As imagens do MEV, Figura 7, mostram as mesmas características observadas na microscopia ótica, a fase clara e escura com distribuições distintas em cada tratamento, assim como a presença de poros nas amostras sinterizadas.

Observa-se uma variação da porosidade para as amostras compactadas em diferentes pressões e sinterizadas em diferentes temperaturas. Para as amostras sinterizadas na mesma temperatura, as com uma maior pressão de compactação apresentam menor porosidade. As amostras submetidas a pressões maiores ficam mais deformadas, que como consequência possuem maior facilidade de apresentar difusão devido à proveniente da compressão/deformação que aceleram o processo de difusão e, conseqüentemente, promovem a redução da porosidade. Nas amostras de 750 °C verifica-se se poros alongados e maiores (Figura 7c, 7d e 7e). Na Figura 7f, 7g e 7h, pode-se observar que os poros estão tendendo a ficarem arredondados à medida que aumenta a pressão de compactação.

A Figura 8 apresenta uma amostra de 850 °C compactada a uma pressão de 998 MPa em uma ampliação de aproximadamente 7000 vezes. Com essa ampliação é possível verificar maiores detalhes das características morfológicas do poro e na superfície da amostra. Os poros formados são não-esféricos, apresentando cantos pontiagudos, proveniente da forma e do tamanho das partículas do pó. A formação deste tipo de poro é inerente à técnica da sinterização do pó. Também é possível observar que a porosidade não se concentra apenas na superficial do compacto, mas se propaga para o interior dele. Na parte da superfície, verifica-se que apresenta uma rugosidade superficial que pode estar associada a contração volumétrica durante a sinterização.

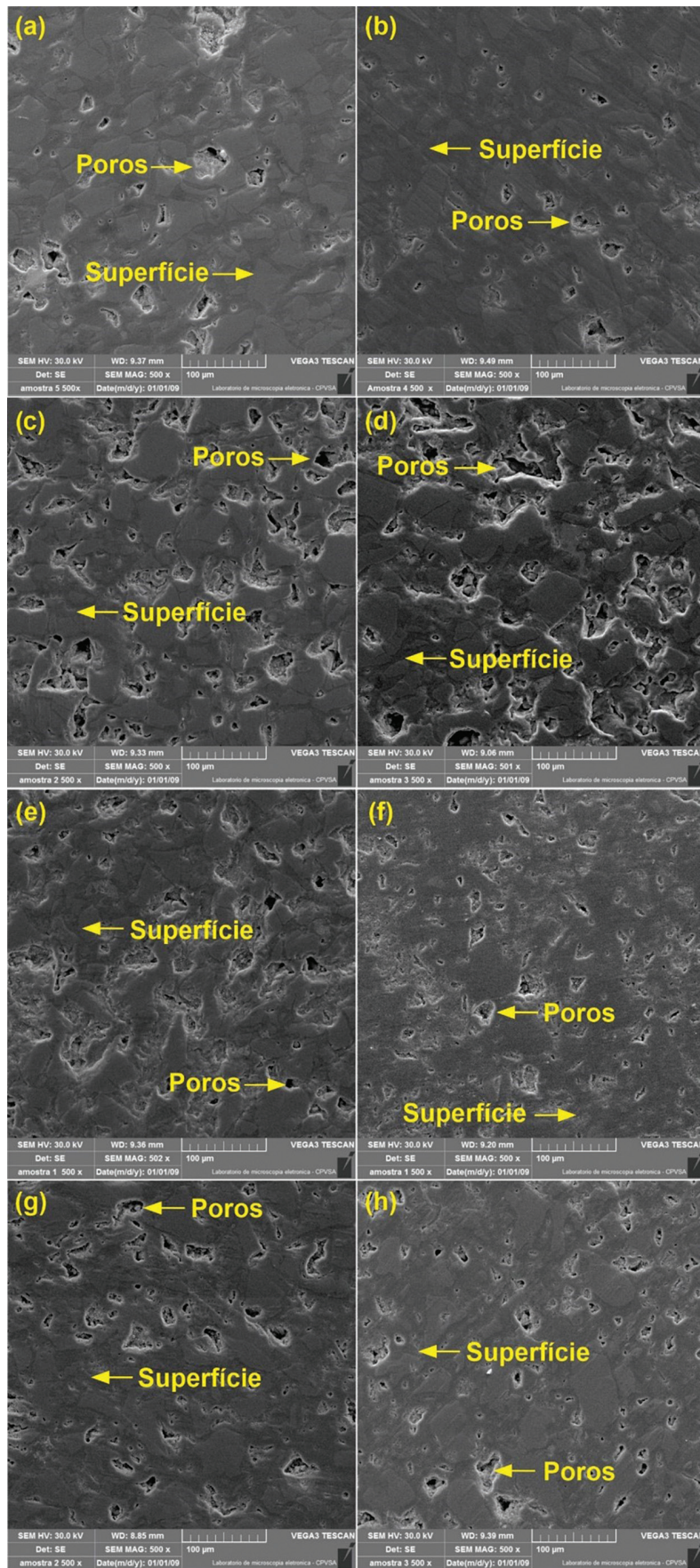


Figura 7: Micrografia das amostras sinterizadas (500X). (a) 675–999; (b) 675–1124; (c) 750–874; (d) 750–999; (e) 750–1124; (f) 850–874; (g) 850–999; (h) 850–1124.

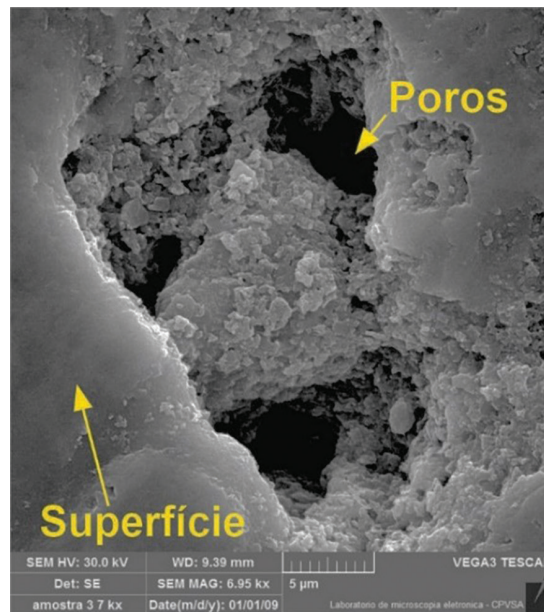


Figura 8: Micrografia da amostra sinterizada a 850 °C a uma pressão de 998 MPa (Ampliação de 7000x).

4. CONCLUSÕES

Neste trabalho foi caracterizada micro estruturalmente e mecanicamente a liga Ti-6Al-4V obtida através da metalurgia do pó, variando pressão e temperaturas de sinterização. A técnica de espectroscopia de fluorescência de raios-X mostrou que a quantidade 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.

Os resultados mostraram uma tendência no aumento da densidade das amostras verdes após o processo de sinterização. A massa e o volume dos corpos de prova apresentaram a mesma tendência após a sinterização, justificando o aumento na densidade.

Verificou-se que o tratamento realizado na pressão de 1124 MPa e temperatura de 750 °C foi o que apontou a maior dureza na fase beta (β), sendo o valor de 1165,1 HV. Na fase alfa (α), o maior valor foi de 1321,3 HV, apresentado pelo tratamento realizado na pressão de 999 MPa e temperatura de 850 °C. Os Valores de dureza se mostraram superiores a dureza da liga normatizada conforme a ASTM B988 [20], possibilitando uma vasta área de aplicações como, pastilhas de freio, discos de embreagem, além de outros materiais de fricção, visto que oferece normalmente longa duração de serviço e desgaste mínimo.

A temperatura e a pressão influenciam na formação dos poros já que as maiores pressões apresentaram uma menor quantidade de poros e em temperaturas maiores houve uma redução de tamanho. 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. A afinidade promove a formação de óxidos que ocupam os espaços vazios da estrutura cristalina de maneira intersticial, elevando a densidade e a dureza. As amostras submetidas a 1123 MPa obtiveram um melhor coalescimento de partículas, assim como as sinterizadas a 850 °C.

5. AGRADECIMENTOS

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

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

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

6. BIBLIOGRAFIA

- [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, pp. 47–53, 2017. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.01.049>.

- [2] ZHANG, W., XU, J., “Advanced lightweight materials for automobiles: a review”, *Materials & Design*, v. 221, pp. 110994, Sep. 2022. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2022.110994>.
- [3] ZHU, S., ZHU, C., LUO, D., *et al.*, “Development of a low-density and high-strength titanium alloy”, *Metals*, v. 13, n. 2, pp. 251, Fev. 2023. doi: <http://dx.doi.org/10.3390/met13020251>.
- [4] POLMEAR, I., STJOHN, D., NIE, J., *et al.*, “Titanium Alloys”, In: Polmear, I., Stjohn, D., Nie, J., *et al.* (eds.), *Light Alloys*, Oxford, Elsevier, pp. 369–460, 2017. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-099431-4.00007-5>.
- [5] VEIGA, C., DAVIM, J.P., LOUREIRO, A.J.R., “Properties and applications of titanium alloys: a brief review”, *Reviews on Advanced Materials Science*, v. 32, pp. 14–34, 2012.
- [6] SHARMA, N., JANGRA, K., RAJ, T., “Applications of nickel-titanium alloy”, *Journal of Engineering Technology*, v. 5, n. 1, pp. 1, 2015. doi: <http://dx.doi.org/10.4103/0976-8580.149472>.
- [7] FANG, Z.Z., PARAMORE, J.D., SUN, P., *et al.*, “Powder metallurgy of titanium-past, present, and future”, *International Materials Reviews*, v. 63, n. 7, pp. 407–459, 2018. doi: <http://dx.doi.org/10.1080/09506608.2017.1366003>.
- [8] DE JESUS, J., FERREIRA, J.A.M., BORREGO, L., *et al.*, “Fatigue failure from inner surfaces of additive manufactured ti-6al-4v components”, *Materials (Basel)*, v. 14, n. 4, pp. 1–12, 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.3390/ma14040737>. PubMed PMID: 33562437.
- [9] BENADY, A., MEYER, S.J., GOLDEN, E., *et al.*, “Patient-specific Ti-6Al-4V lattice implants for critical-sized load-bearing bone defects reconstruction”, *Materials & Design*, v. 226, pp. 111605, Fev. 2023. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2023.111605>.
- [10] CHEN, X., CHEN, S., LIANG, L., *et al.*, “Electrochemical behaviour of EPD synthesized graphene coating on titanium alloys for orthopedic implant application”, *Procedia CIRP*, v. 71, pp. 322–328, 2018. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.procir.2018.05.035>.
- [11] AGRIPA, H., BOTEF, I., “Modern production methods for titanium alloys: a review”, In: Motyka, M., Ziaja, W., Sieniawski, J. (eds.), *Titanium Alloys: novel aspects of their manufacturing and processing*, London, IntechOpen, pp. 1–15, 2019.
- [12] CHIAVERINI, V., *Metallurgia do pó*, 3 ed., São Paulo, Abm, 1992.
- [13] MORAIS, G.A., *Desenvolvimento da metalurgia do pó*, Natal, EDUFRN, 2022.
- [14] SAXENA, A., SAXENA, K.K., JAIN, V.K., *et al.*, “A review of reinforcements and process parameters for powder metallurgy-processed metal matrix composites”, *Materials Today: Proceedings*, Mar. 2023. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2023.02.227>.
- [15] COSTA, A.L.V., MEI, P.R., *Aços e ligas especiais*, 4 ed., São Paulo, Editora Blucher, 2021.
- [16] ZHOU, Y., YANG, L., HUANG, Y., *Micro-and macromechanical proerties of materials*, Beijing, CRC Press, 2013. doi: <http://dx.doi.org/10.1201/b15525>.
- [17] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, *ASTM E384: Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*, West Conshohocken, PA, ASTM International, 2022.
- [18] COSTA, L.J., PAULA, E.A.O., MELO, R.R., *et al.*, “Improvement of the properties of hardboard with heat treatment application”, *Revista Materia*, v. 28, n. 1, pp. e20220291, 2023. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/1517-7076-rmat-2022-0291>.
- [19] MARTINS, J.N.R., SILVA, E.J.N.L., MARQUES, D., *et al.*, “Comparison of design, metallurgy, mechanical performance and shaping ability of replica-like and counterfeit instruments of the ProTaper Next system”, *International Endodontic Journal*, v. 54, n. 5, pp. 780–792, 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.1111/iej.13463>. PubMed PMID: 33300121.
- [20] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, *ASTM B988: Standard Specification for Powder Metallurgy (PM) Titanium and Titanium Alloy Structural Components*, West Conshohocken, PA, ASTM International, 2018.
- [21] HUANG, S., ZHAO, Q., WU, C., *et al.*, “Effects of β -stabilizer elements on microstructure formation and mechanical properties of titanium alloys”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 876, pp. 160085, Set. 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.160085>.
- [22] NARAYANA, P.L., LEE, S., CHOI, S.W., *et al.*, “Microstructural response of β -stabilized Ti-6Al-4V manufactured by direct energy deposition”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 811, pp. 160085, Nov. 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152021>.

- [23] RHODES, M.J., WILEY, J., CHICHESTER, S., *et al.*, *Principles of powder technology*, New York, Wiley, 1990.
- [24] JAFFEE, R.I., CAMPBELL, I.E., “The effect of oxygen, nitrogen, and hydrogen on iodide refined titanium”, *JOM*, v. 1, n. 9, pp. 646–654, 1949. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/BF03398910>.
- [25] FROES, F.H., *Titanium: physical metallurgy, processing, and applications*, Materials Park, ASM International, 2015. doi: <http://dx.doi.org/10.31399/asm.tb.tpmmpa.9781627083188>.
- [26] MONTELIONE, A., GHODS, S., SCHUR, R., *et al.*, “Powder reuse in electron beam melting additive manufacturing of Ti6Al4V: particle microstructure, oxygen content and mechanical properties”, *Additive Manufacturing*, v. 35, pp. 101216, Out. 2020. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2020.101216>.
- [27] GERMAN, R.M., “Titanium sintering science: A review of atomic events during densification”, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, v. 89, n. February, pp. 1–13, 2020. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2020.105214>.
- [28] WU, D., ZHANG, L., LIU, L., *et al.*, “Effect of Fe content on microstructures and properties of Ti6Al4V alloy with combinatorial approach”, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 28, n. 9, pp. 1714–1723, Set. 2018. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326\(18\)64815-0](http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(18)64815-0).
- [29] DONACHIE, M.J., *Titanium: a technical guide*, Materials Park, ASM International, 2000. doi: <http://dx.doi.org/10.31399/asm.tb.ttg2.9781627082693>.