

ESTUDO DE LIGAS Ti-Ni PROCESSADAS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA SEGUIDAS DE CONFORMAÇÃO A QUENTE SOB VÁCUO.

R.E. Coelho; M.C.A. Silva; F. Ambrozio

Rua Emídio dos Santos, s/n, Barbalho, CEP: 40.300-010, Salvador, BA

roesco@cefetba.br

CEFET-BA, USP, IPEN

RESUMO

Algumas ligas à base de Ti-Ni têm sido obtidas por moagem de alta energia, entretanto, ainda existe um grande empecilho; os materiais em pó devem ser submetidos a processos subseqüentes, como por exemplo: processos de conformação mecânica a quente ou processos de sinterização em atmosfera controlada. Os objetivos deste trabalho consistem no desenvolvimento da liga à base de TiNi, utilizando-se técnicas da metalurgia do pó. Foi utilizado o processo de moagem de alta energia em um moinho de bolas do tipo atritor horizontal, cujo equipamento possui o controle de atmosfera e um equipamento de conformação mecânica a quente sob vácuo, com injeção de gás inerte. O pó obtido na moagem foi compactado em duas etapas. Uma, à temperatura de 450°C e a outra, à temperatura de 600°C. Para observar a microestrutura do material consolidado, utilizou-se microscopia ótica, observando-se a formação de duas fases intermetálicas na matriz de Ti.

Palavras chave: ligas Ti-Ni, metalurgia do pó, conformação a quente sob vácuo.

INTRODUÇÃO

O processo por moagem de alta energia (MAE), conhecido como "mechanical-alloying", utiliza como meio, moinhos contendo; recipiente, esferas, hastes e aletas. Estes moinhos de alta energia diferenciam-se dos moinhos de bolas convencionais devido à alta velocidade que as esferas são submetidas. Podem estabelecer, em

uma mistura de pós elementares, um mecanismo simultâneo de “soldagem” e de “fratura” pela ação das colisões das esferas com as partículas de pós dentro do recipiente, mantendo-as no estado sólido ⁽¹⁾. Esse foi desenvolvido por volta de 1966, no laboratório de pesquisa Paul D. Merica na INCO (International Nickel Company), como parte do programa de produção de superligas à base de níquel. As partículas de níquel eram reforçadas com a dispersão de óxido para endurecimento por precipitação e seriam aplicadas na fabricação de peças de turbinas a jato ^(2,3).

Pesquisadores observaram que a composição inicial, de uma mistura de pós,, submetidos ao processo MAE, pode influenciar na formação de uma liga metálica^(4,5). O MAE apresenta algumas vantagens sobre os processos convencionais de obtenção de ligas, como: materiais com microestrutura apresentando alta fração volumétrica de dispersóides termicamente estáveis e homoganeamente distribuídos na matriz ⁽⁶⁾.

Algumas ligas à base de Ti-Ni foram obtidas utilizando-se o MAE, entretanto, existe ainda um empecilho; os materiais em pó devem ser submetidos a processos subseqüentes, como por exemplo: conformação mecânica a quente ou por processos de sinterização em atmosfera controlada. O titânio é um elemento de elevada reatividade com o oxigênio quando exposto as altas temperaturas. Esses processos tornam-se importante na fabricação desses tipos de materiais, visto que a microestrutura é mais rigorosamente controlada e esta influencia diretamente nas propriedades como um todo ⁽⁷⁾. As ligas à base de Ti-Ni são conhecidas por possuírem propriedades de memória de forma, que é a capacidade de um material, quando submetido a uma deformação, retornar a posição original no momento em que recebe um pequeno aquecimento ⁽⁸⁾. Pela importância da aplicabilidade dessas ligas, foram traçados os objetivos deste trabalho, o qual, consiste na verificação da viabilidade técnica, para obtenção de ligas TiNi pelos processos de moagem de alta energia e conformação a quente em matriz fechada uniaxial.

PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Os materiais usados nas experiências foram pós de Ti (99,99% de pureza) e de Ni (99,95% de pureza). A mistura na composição nominal, Ti₄₅Ni₅₅ (%at), foi processada por moagem de alta energia em um moinho atritor do tipo horizontal, equipamento desenvolvido no CEFET-BA. Os componentes da liga foram

devidamente pesados em uma balança de precisão 0,0001g. Em seguida as esferas e a mistura de pó TiNi foram carregadas no moinho na proporção 16:1. Antes do funcionamento do moinho, foi feito pré-vácuo no recipiente da ordem de 10^{-2} tor.

Durante o processamento foi utilizado um fluxo de argônio, controlado por um rotâmetro. A injeção de argônio ocorreu pelo mancal em que o eixo central do moinho é acoplado, conforme pode ser visto na Figura 1.

Como meios de moagem, utilizou-se recipiente e esferas de aço inoxidável. O eixo central do moinho foi confeccionado em aço inoxidável e as aletas em aço 52100, temperado. O moinho completo pode ser visto na Figura 2, onde se observa o sistema de resfriamento nas partes do recipiente e injeção de gás.



Figura 1. Fotografia apresentado detalhe da injeção de argônio no recipiente de moagem.



Figura 2. Fotografia geral do equipamento de moagem e os acessórios de resfriamento e injeção de gás.

O material em pó foi processado no moinho atritor horizontal, sem uso de lubrificante, durante 2 horas a 1500 rpm. Após a moagem o pó de TiNi foi colocado em um recipiente cilíndrico feito em alumínio e submetido a pré-compactação em um equipamento de conformação mecânica a quente sob vácuo, com injeção de argônio.

Na Figura 3 apresenta-se uma fotografia geral do equipamento de conformação utilizado para obtenção de amostras. O forno de aquecimento e a matriz estão apoiados sobre uma mesa de molas, de forma que estes ficam no interior da câmara de vácuo, indicada na fotografia. Nesse equipamento, o recipiente de alumínio com o pó de TiNi, processado no moinho horizontal, em uma primeira etapa de consolidação, foi compactado à temperatura de aproximadamente 450°C, sob vácuo e atmosfera de argônio, obtendo-se um tarugo de 30mm de diâmetro por 40mm de comprimento.



Figura 3. Fotografia geral do equipamento de conformação mecânica com a câmara de vácuo.

O tarugo obtido, nessa primeira etapa de compactação, foi retirado do compartimento de vácuo e submetido a uma segunda etapa de compactação à temperatura em torno de 600°C, em uma matriz em ângulo de 45° com um diâmetro de entrada de 30mm para um diâmetro de saída de 12mm.

Na Figura 4 apresenta-se uma fotografia do interior do equipamento de conformação utilizado para obtenção de amostras, observa-se o forno e matriz sob a

mesa de molas no momento do aquecimento. Desta forma, para a segunda etapa, a operação de compactação foi realizada sem atmosfera controlada.

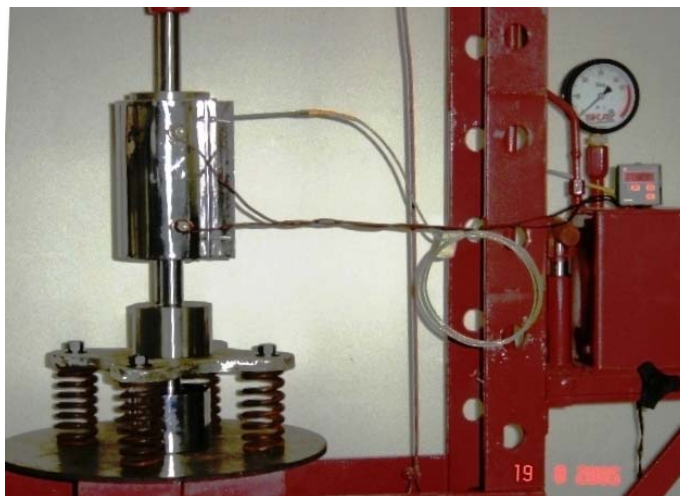


Figura 4. Fotografia do equipamento de conformação mecânica preparado para compactação sem atmosfera protetora.

Antes de realizar a metalografia, a face da amostra compactada foi usinada em um torno mecânico com uma ferramenta de *widia*.

A amostra para a metalografia não necessitou de embutimento, pois o diâmetro de 30mm facilitou a manipulação nessa operação. O lixamento foi realizado com lixas de granulometria de 80, 220, 320, 400, 600, 800 e 1200. Depois de lixada, a amostra foi inserida no equipamento de lavagem ultra-sônica durante 60 segundos. Foi realizado o polimento mecânico, com pasta de diamante em uma polítriz motorizada. A pasta de diamante utilizada apresentava granulometria de 6 e 1 micra. A microestrutura da amostra conformada mecanicamente foi fotografada em um microscópio ótico em diversas ampliações, sem ataque químico e com ataque químico de ácido fluorídrico a 5%.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na usinagem da face do tarugo observou-se um cavaco muito fino e quebradiço, tudo indica ser de um material bastante duro e frágil. As fases que apresentam essas características podem ser observadas no diagrama de fase da liga TiNi da Figura 5⁽⁹⁾. São elas, Ti₂Ni e TiNi₃, fases intermetálicas, as quais dão essas características de material frágil. Como a temperatura de trabalho na

conformação mecânica não ultrapassou 600°C houve a formação dessas fases sobre uma matriz de TiNi. Muito embora não se conheça com clareza esse diagrama em temperaturas abaixo de 650°C⁽⁹⁾, deve-se levar em consideração o processo de moagem de alta energia que aumenta o limite de solubilidade entre os elementos acima de outros processos convencionais⁽⁵⁾ e considerando a facilidade de formação de intermetálicos nessa liga, é mais provável a formação das fases indicadas. Consideram-se ainda as pressões aplicadas durante o processo de conformação mecânica, primeiramente, 650MPa à temperatura de 450°C e posteriormente, 950MPa à temperatura de 600°C; porque não houve transformação completa em matriz TiNi (fase B₂)? Para essa transformação, tudo indica que seria necessário um tempo maior de exposição na temperatura e pressão de conformações utilizadas. Neste sentido, cabe um estudo mais detalhado de forma que algumas dúvidas sejam esclarecidas.

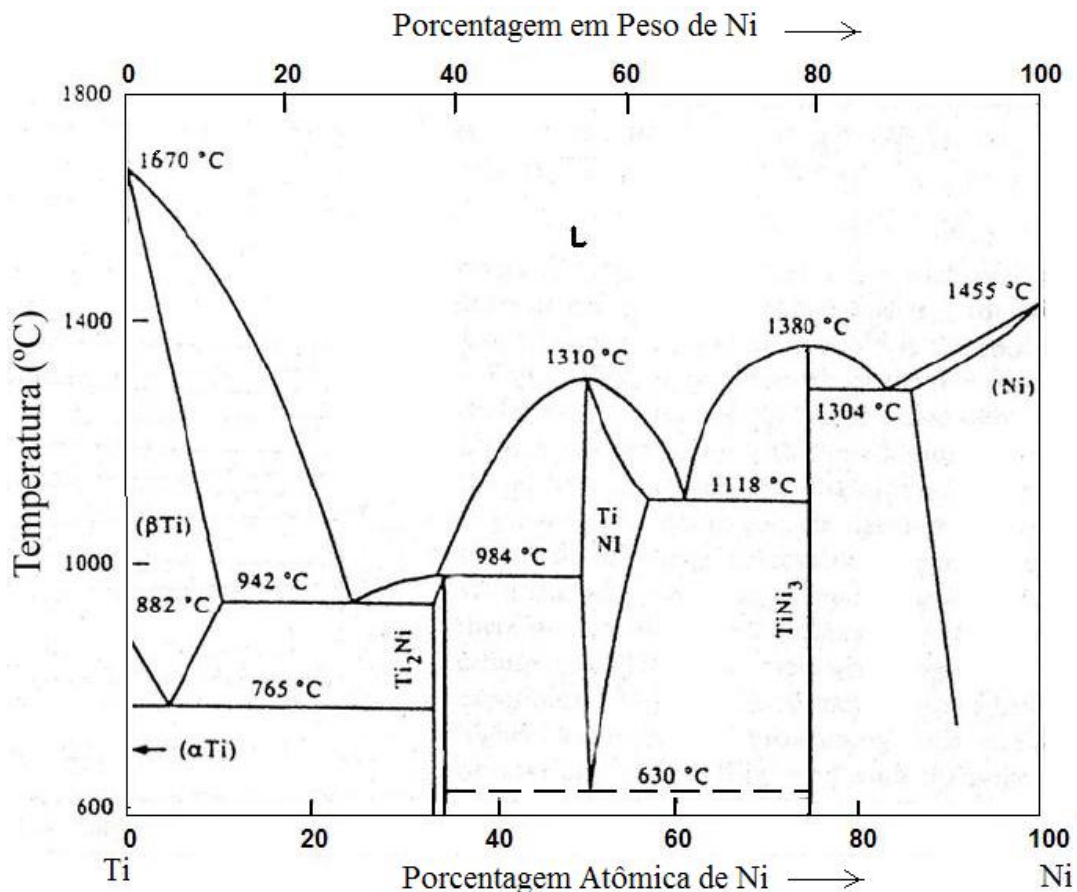


Figura 5. Diagrama de fase TiNi apresentando os percentuais atômico e em peso.

A microestrutura da liga apresenta as três fases distintas, Ti_2Ni e $TiNi_3$ na matriz B_2 , sendo essa última a matriz $TiNi$. As Figuras 6 e 7 mostram a microestrutura da amostra $TiNi$ sem ataque químico e com ataque químico, respectivamente (originalmente eram coloridas). Observa-se uma microestrutura com fases intermetálicas distribuídas aleatoriamente. Essa distribuição microestrutural ocorreu devido ao baixo tempo de moagem, no caso duas horas, e ao pequeno tempo de compactação do pó processado. Essa é uma característica do baixo tempo de moagem aliada à conformação em temperaturas, onde a difusão atômica no estado sólido é muito lenta. Certamente, a difusão dos elementos aumentaria em temperaturas acima de $850^{\circ}C$ ⁽¹⁰⁾.

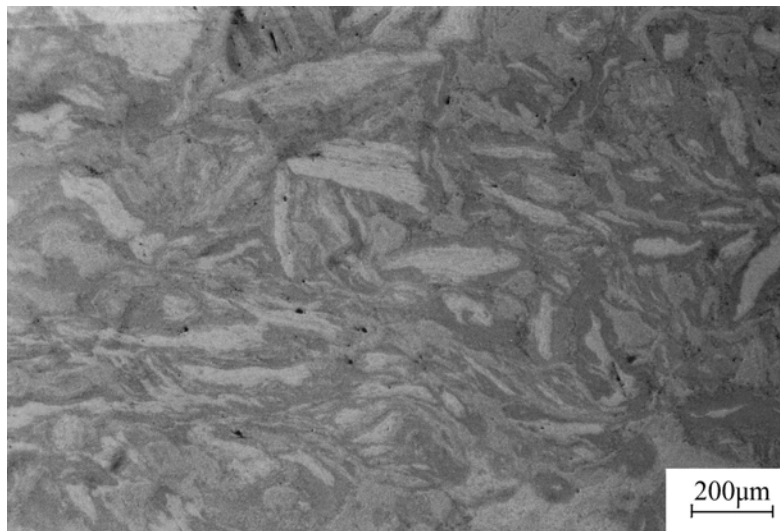


Figura 6. Micrografia ótica do material conformado (amostra sem ataque).



Figura 7. Micrografia ótica do material conformado (amostra com ataque).

A fase Ti_2Ni é uma fase estável, ocorre com percentuais de Ti acima de 50 at%, enquanto que a fase $TiNi_3$, também estável, ocorre com percentuais de Ti acima de 50%. No caso deste estudo, tudo indica que, a temperatura abaixo de $630^{\circ}C$, influenciou na formação dessas fases.

Na Figura 8 apresenta-se uma fotografia original da amostra, com ataque químico. Observa-se que, embora a temperatura de trabalho foi no máximo de $600^{\circ}C$, existe uma interface bastante íntima entre as fases formadas, não se observa nenhuma porosidade, isto mostra que o material foi completamente consolidado.

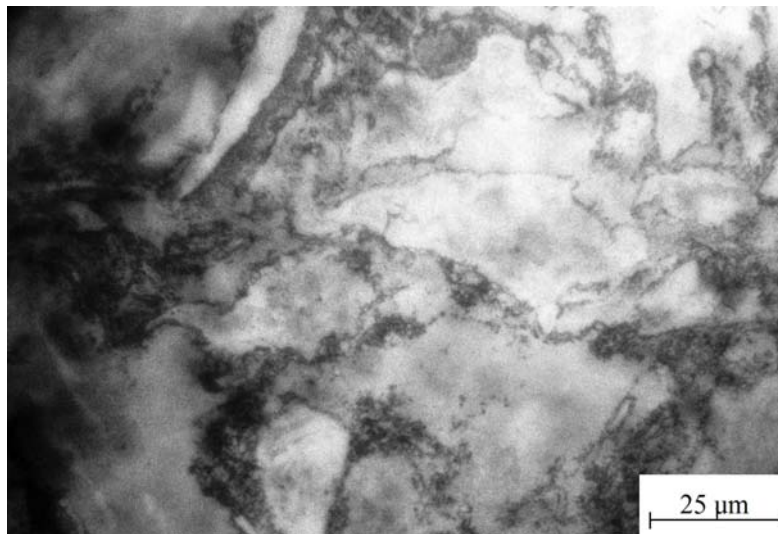


Figura 8. Micrografia óptica do material conformado (amostra com ataque).

Para uma solubilidade completa da liga $TiNi$ sugere-se que seja realizado conformação sob vácuo em temperaturas acima de $850^{\circ}C$. Novos estudos serão realizados com a alteração de parâmetros, de temperatura de conformação e de materiais que sirvam para encapsular essas ligas, entre outros, de forma a encontrar as condições ótimas de operação.

CONCLUSÕES

Apesar deste estudo, estar em sua fase preliminar, é possível tirar algumas conclusões importantes. Foi verificado a viabilidade técnica do processo de conformação, pois a microestrutura do material obtido apresentou uma interface bastante íntima. Para se obter ligas à base de $TiNi$ por meio de moagem de alta

energia seguida de conformação mecânica , sugere-se ainda que os equipamentos estejam acoplados a sistema de vácuo e atmosfera de gás inerte para evitar a oxidação. Apesar das condições de obtenção da liga, foi possível observar a consolidação da mesma. No entanto, é importante aquecer a temperaturas mais elevadas para evitar a formação das fases Ti_2Ni e $TiNi_3$. Para conseguir um material de qualidade biocompatível, estão sendo realizados estudos que serão apresentados posteriormente.

AGRADECIMENTOS

A Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado da Bahia e ao CNPq pelo apoio financeiro fornecido ao projeto de pesquisa na área de materiais no CEFET-BA.

REFERÊNCIAS

1. COELHO, R. E., **Obtenção das ligas Al-Fe-X-Si (X=V ou Nb) por moagem de alta energia e extrusão a quente**. 2001, 121p. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear - Materiais) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN/CNEN-SP, São Paulo.
2. BENJAMIN, J. S. Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying. **Metallurgical Transaction**, v.1, p. 2943-51, 1970.
3. BENJAMIN, J. S. Mechanical Alloying. **Scientific American**, v.234, p. 40-8, 1976.
4. ITSUKAICHI, T.; MASUYAMA, K.; UMEMOTO, M.; OKANE, I.; CABAÑAS, J. G. Mechanical Alloying of Al-Ti Powder Mixtures and their Subsequent Consolidation. **Journal Materials Research**, v.8, n.8, p.1817-27, 1993.
5. PORTNOV, V. K.; LENOV, A. V.; FADEEVA, V. I.; MATYJA, H. The Formation of B2 Structure by Mechanical Alloying of $Al_{50}Fe_{50-x}Ni_x$ Powder Mixtures. **Materials Science Forum**, v. 269-72, p.69-74, 1998.
6. NIU, X.; BRUN, P.; FROYEN, L.; PEYTOUR, C.; DELAEY, L. High- strength and high- stiffness Al-Fe-Mn alloys fabricated by double mechanical alloying. **Powder Metallurgy International**, v.25, n.3, p.118-124, 1993.
7. BRAM, M.; AHMAD-KHANLOU, A.; HECKMANN, A.; FUCHS, B.; BUCHKREMER, H.P.; STÖVER, D. Powder metallurgical fabrication processes for NiTi shape memory alloy parts. **Materials Science Engineering**, A337, p.254-263, 2002.

8. PUSHIN, V.G.; STOLYAROV, V.V.; VALIEV, R.Z.; LOWE, T.C.; ZHU, Y.T. Nanostructured TiNi-based shape memory alloys processed by severe plastic deformation. **Materials Science Engineering A**, v. 410-411, p. 386-389, 2005.
9. NAGARAJAN, R.; CHATTOPHADYAY, K. Intermetallic Ni₂Ti/TiNi nanocomposite by rapid solidification. **Acta Materialia**, v.42, p.947-958, 1994.
10. Li, Z., XIANG, G. CHENG, X. Effect of ECAE process on microstructure transformation behavior TiNi shape memory alloy. **Materials & Design**, v. 27, 324-328, 2006.

ABSTRACT

Someone Ti-Ni based alloys have been obtained vial mechanical alloying, however there are some large difficulty; the powders materials subsequent process are submitted or sintering process at atmosphere control. The objectives of the present work were the development TiNi based alloy, by powder metallurgy technical. Was utilized mechanical alloying process with horizontal attritor mill, whose equipment holding the atmosphere control and vacuum hot pressing equipment, with inert gas inlet. The powder obtained during milling was pressing in two steps. One, to the temperature of 450°C and another one, to the temperature of 600°C. For to analyze the microstructure of the materials consolidated, was utilized optical microscopy, and two intermetallic phases distributed in Ti matrix was observed.

Key-words: Ti-Ni alloy, powder metallurgy, vacuum hot pressing.