

Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Obtenção de ligas de TiAl para aplicações em altas temperaturas.

Bolsista: Raphael Oliveira Pires de Lima

Orientador(a): Vinicius Andre Rodrigues Henriques

Período a que se refere o relatório: Janeiro de 2014 a Agosto de 2014

Resumo

Dando continuidade ao tema de desenvolvimento de rotas para produção de ligas Ti-Al por metalurgia do pó, este relatório apresenta o estudo da evolução microestrutural da liga Ti-48Al-2Cr-2Nb com pequenas adições de cobre (1 a 3%) visando aumentar a densificação final das amostras sinterizadas. A intenção é aumentar a tolerância ao dano em estruturas que podem sofrer superaquecimento com o aumento de sua temperatura máxima em carga. A abordagem por metalurgia do pó (P/M) oferece uma rota de fabricação atraente para estas ligas pela possibilidade de se obter peças próximas ao formato final e maiores facilidades operacionais. As amostras foram caracterizadas por MEV (microscópio eletrônico de varredura) e por análises de densidade pelo método de Arquimedes.

1. Introdução

Recentemente as ligas γ -TiAl baseadas em elementos β -estabilizadores tem recebido maior atenção da indústria e dos centros acadêmicos, pois podem efetivamente apresentarm maior ductilidade a temperatura ambiente e maior conformabilidade a alta temperatura [1].

Processos de fabricação como a metalurgia do pó (M/P) possibilitam a produção de componentes estruturais de ligas γ -TiAl em uma condição “near-net-shape” evitando complicados e desnecessários trabalhos mecânicos posteriores [2-3].

Resultados de relatórios anteriores demonstram que utilizando-se pó pré-ligado de Ti-Al é possível evitar a formação de macroporosidade Kirkendall oriunda da rápida difusão das partículas de alumínio na matriz de titânio. Entretanto, o uso de pó pré-ligado de Ti-Al proporciona dificuldades de densificação após sinterização sem pressão. Consequentemente,

o uso de um elemento aditivo para ativar o processo de sinterização e os mecanismos de transporte de massa em nível atômico pode aumentar a densificação dessas ligas.

O cobre é um elemento estabilizador da fase β e pode ser usado para formar um líquido molhante entre os componentes de ligas γ -TiAl durante a sinterização. Trabalho recente demonstrou que pequenas adições de Cu (até 2%) melhoram a resistência a oxidação e a densificação final da liga Ti-48Al-2Cr-2Nb [4]. Além disso, acredita-se que a presença de cobre permita a formação de uma camada de alumina mais coerente e protetora na superfície. Assim o Cu tem potencial para ser um elemento aditivo para aumento da densificação de componentes da liga Ti-48Al-2Cr-2Nb obtidos por M/P.

Os trabalhos desse período visaram investigar a influência da adição de 1, 2 e 3%Cu na microestrutura e densificação de amostras da liga Ti-48Al-2Cr-2Nb a partir do estudo da evolução microestrutural após sinterização.

2. Material e métodos

2.1- Matérias-Primas

O pó pré-ligado de Ti-Al foi produzido pela moagem manual de pequenos lingotes (8cm de comprimento) obtidos por fusão a arco em atmosfera de argônio. Os pós dos elementos titânio e nióbio foram produzidos a partir do processo de hidrogenação e utilizados em seu estado hidrogenado. O pó de cromo foi adquirido da Alpha Aesar.

2.2- Mistura

Os pós foram misturados na estequiometria da liga Ti-48Al-2Cr-2Nb por 2h utilizando-se um moinho rotativo com jarro em Y. Houve um acréscimo de pó de titânio hidrogenado para alcançar-se o balanço estequiométrico da liga.

2.3- Compactação e Sinterização

As amostras foram prensadas uniaxial e isostaticamente a frio utilizando-se uma matriz de aço de 15 mm de diâmetro, com camisa flutuante. As amostras foram então sinterizadas entre 800 e 1600 °C, em vácuo de 10^{-7} Torr, com taxa de aquecimento de 20 °C/min por 1h. afite.

2.4- Caracterização e microscopia

A preparação metalográfica envolveu etapas de embutimento em baquelite, lixamento, polimento (alumina + ácido oxálico) e ataque químico (reagente Kroll) na proporção de 3 mL

HF: 6 mL HNO₃: 100 mL H₂O. As micrografias foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Medidas de densidade foram realizadas pelo método de arquimedes.

3. Resultados

3.1- Evolução microestrutural

3.1.1- Ti-48Al-2Cr-2Nb (1% Cu)

A partir do uso de pós pré-ligados de Ti-Al e com o aumento da temperatura de sinterização começam a ocorrer mecanismos de difusão que levam à formação de áreas mais claras (empobrecidas de Al, aproximando-se da composição Ti₃Al- α_2) principalmente nas regiões de contato entre as partículas de Ti-Al e partículas de Ti. Inicialmente, começa a ocorrer a dissolução de partículas de Cr e nas temperaturas mais altas a dissolução das partículas de nióbio, em ambas ocorrendo a formação intermitente de estruturas bifásicas principalmente nas regiões ricas em titânio. A partir de 1200°C começa a ocorrer o coalescimento dessas regiões bifásicas que serão os locais nucleadores das regiões lamelares ($\alpha_2 + \gamma$). A 1400°C observa-se baixa porosidade e o início da formação de lamelas alternadas ($\alpha_2 + \gamma$) e a conexão de grandes regiões bifásicas (nucleadoras das lamelas). Com o aumento da temperatura para 1400°C observa-se a formação mais consistente da estrutura lamelar exibindo ainda a presença de áreas ricas em Nb. A análise microestrutural da liga com 1% Cu é apresentada na Figura 1.

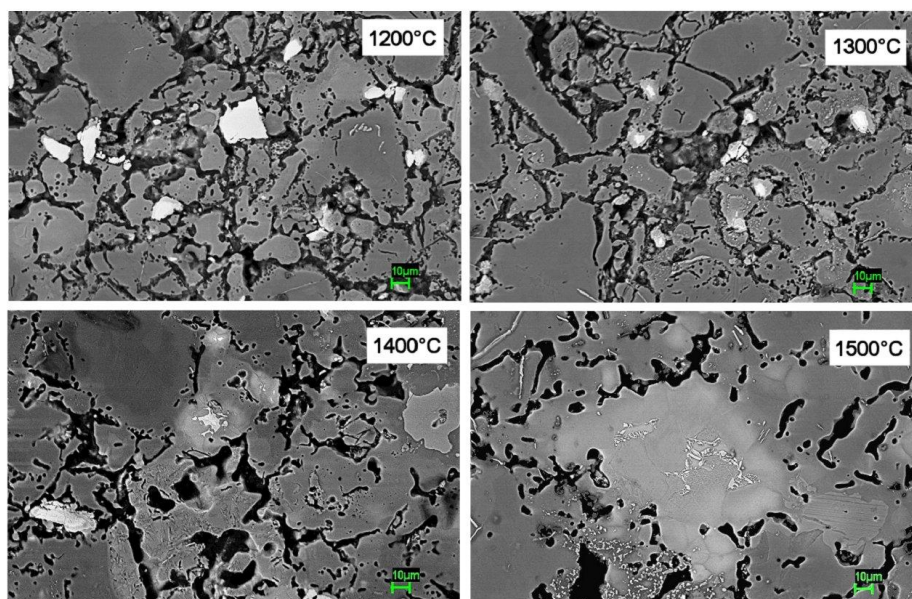


Figura 1: Amostras da liga Ti-48Al-2Cr-2Nb com adição de 1% de cobre variando a temperatura de 1200 e 1500°C.

Pela análise do desenvolvimento microestrutural é possível distinguir quatro variedades microestruturais: (a) áreas claras contendo núcleo de nióbio em dissolução; (b) áreas de duas fases contendo nióbio e estruturas ricas em cromo (também em dissolução); (c) áreas homogêneas contraste cinza, provavelmente α_2 (Ti_3Al) com algumas estruturas lamelares em áreas adjacentes; e (d) as áreas com cobre em dissolução promovendo macroporosidade. Temperaturas maiores de sinterização (1550°C - 1600°C) levaram à fusão das amostras.

3.1.2- Ti-48Al-2Cr-2Nb (2% Cu)

Na amostra com 2% Cu (Figura 2) manteve-se o mesmo comportamento microestrutural com base na formação de áreas mais claras (Ti_3Al - α_2) em regiões com baixo teor de alumínio, dissolução de Nb e Cr, com a formação de estruturas de duas fases intermitentes, especialmente perto das regiões ricas em titânio e nucleação de regiões lamelares ($\alpha_2+\gamma$) com persistente presença de áreas ricas em Nb em temperaturas elevadas.

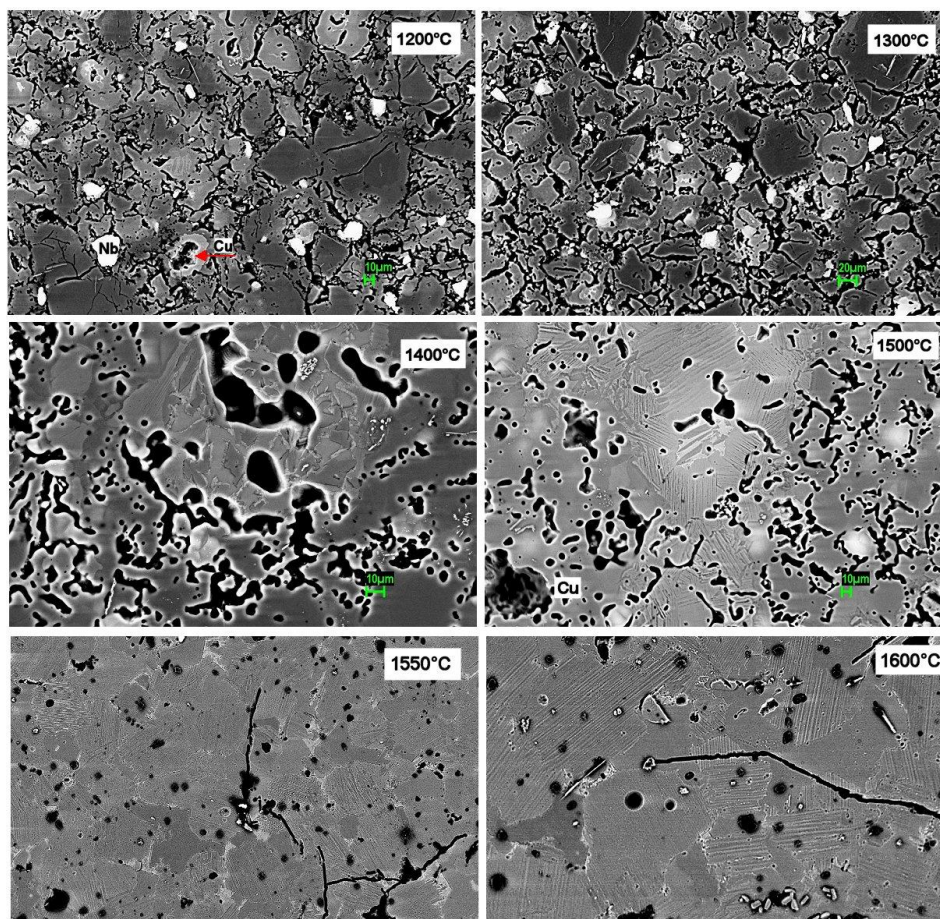


Figura 2: Amostras da liga Ti-48Al-2Cr-2Nb com adição de 1% de cobre variando a temperatura de 1200 e 1500°C.

Até 1500°C pode ser verificada a dissolução de partículas de cobre e a porosidade remanescente desta dissolução. Este fato está relacionado principalmente ao efeito Kirkendall que ocorre em sistemas que tem dois tipos de materiais com diferentes taxas de difusão [10]. Com o aumento da temperatura de sinterização, uma fase líquida é formada e absorvida pela fase sólida deixando um poro com o tamanho da partícula dissolvida. A elevação da temperatura de sinterização para 1500-1600°C proporcionou condições mais adequadas de volume da fase líquida que promoveu uma maior densificação.

3.1.2- Ti-48Al-2Cr-2Nb (3% Cu)

A análise microestrutural da Figura 3 indica o mesmo desenvolvimento da microestrutura apresentado para 1 e 2 % Cu. Por meio de análises por EDS foi possível identificar áreas cinza contendo cobre a 1200°C que se dissolveram a 1300°C, dando origem a macroporosidades da ordem de 20µm. A 1500 e 1600°C há uma efetiva formação de fases lamelares ($\alpha_2 + \gamma$) e são observadas áreas com elevada densificação.

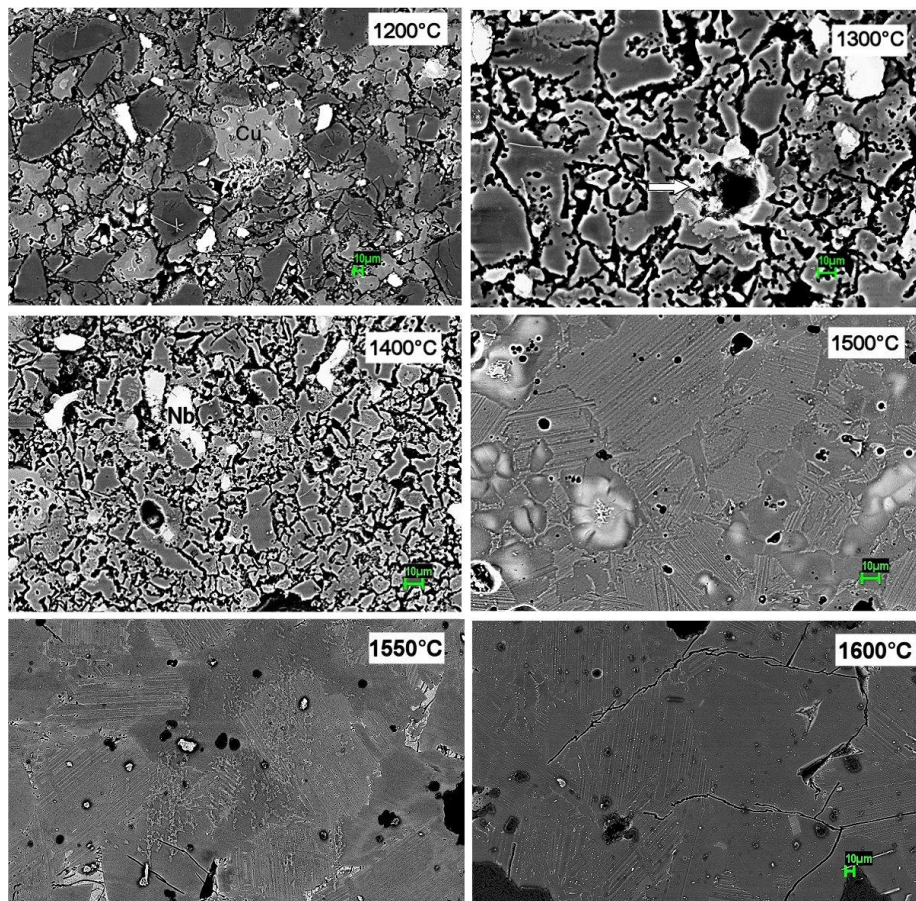


Figura 3: Imagens das amostras com 3% Cu sinterizadas de 1200 (a), 1300 (b), 1400 (c) e 1500 (d).

Analises por EDS em amostras sinterizadas a 1550°C (Figura 4) indicaram a presença de uma nova fase rica em cobre oriunda da dissolução e molhamento das partículas de cobre durante a sinterização.

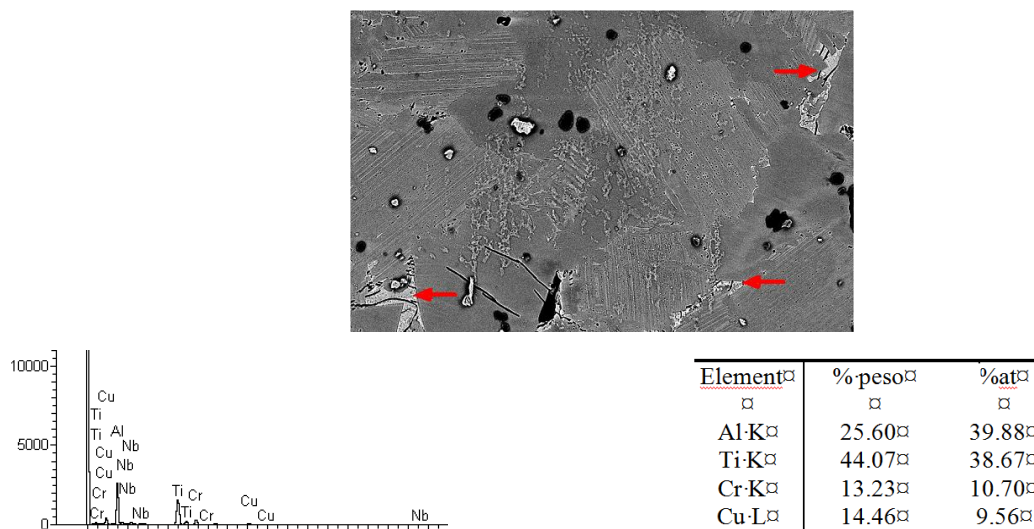


Figura 4- Análise por espectrometria de energia dispersiva (EDS) em fases indicadas pelas setas em amostra da liga Ti-48Al-2Cr-2Nb sinterizada a 1550°C.

Análise de Densidade

As análises de densidade mostraram um padrão de aumento de densificação com o aumento da temperatura de sinterização em virtude da ativação do processo de transporte de massa (Figura 5).

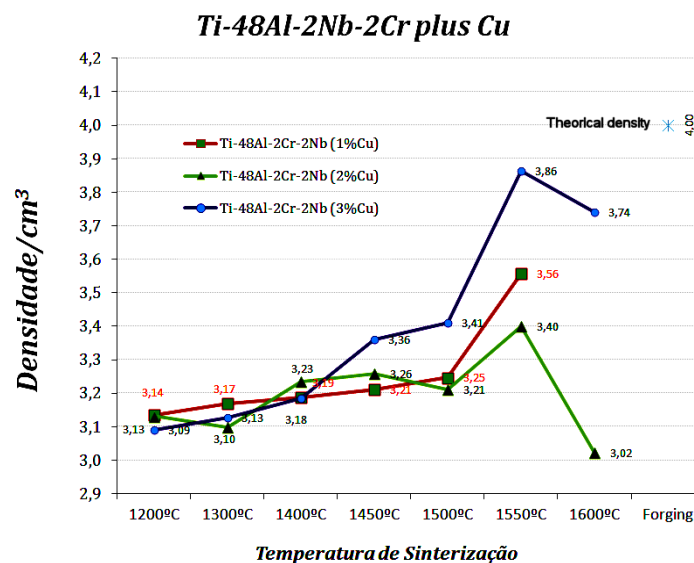


Figura 5: Análise de densidade para amostras da liga Ti-48Al-2Cr-2Nb com teores de 1%, 2%, 3% de Cu sinterizadas entre 1200°C e 1600°C

Amostras com 1% e 2% de Cu apresentaram reduzida densificação em relação a amostras sinterizadas sem adição de cobre parecendo indicar que nesta composição o cobre não favorece a densificação devido à sua acelerada dissolução na matriz e reduzida quantidade de fase líquida. Entretanto, amostras com 3% de Cu apresentaram os maiores valores de densificação até 1550°C demonstrando que houve uma formação eficiente de fase líquida possibilitando elevados valores de densidade em razão da ocorrência de um produtivo processo de solução-reprecipitação durante a sinterização em fase líquida.

4. Conclusões

Com base na evolução microestrutural e densificação observada durante a sinterização, as amostras de Ti-48Al-2Cr-2Nb com pequena adição de cobre, pode ser apresentadas as seguintes conclusões: (a) Com o aumento da temperatura de sinterização, os mecanismos de difusão levam a formação de áreas mais claras ($\text{Ti}_3\text{Al}-\alpha_2$), principalmente nas áreas de contato entre partículas de Ti-Al e partículas Ti, Cr e Nb; (b) a dissolução de partículas de Cr e Nb promove a formação de estruturas bifásicas intermitentes, especialmente perto das regiões ricas em titânio; (c) o aumento da temperatura até 1500°C possibilita a formação de uma estrutura lamelar e ainda se observa presença persistente de áreas ricas em Nb; e (d) A liga Ti-48Al-2Cr-2Nb com 3% de Cu promoveu um aumento considerável na densificação devido a formação da fase líquida e de transporte de massa, permitindo um processo adequado de solução de reprecipitação. Menores níveis de cobre não favorecem a formação de fase líquida suficiente para promover a densificação e reduzir a porosidade;

Referências

1. Böhm, A.; Kieback, B. Investigation of swelling behavior of Ti-Al elemental powder mixtures during reaction sintering, *Zeitschrift fuer Metallkunde*, 89, 90-95, 1998.
2. Niu, H.Z., Chen, Y.Y., Xiao, S.L., Xu, L.J. Microstructure evolution and mechanical properties of a novel beta γ -TiAl alloy, *Intermetallics*, 31, 225-231, 2012.
3. Chraponski, J; Szkliniarz, W.; Serek, B. Microstructure and chemical composition of phases in Ti-48Al-2Cr-2Nb intermetallic alloy. *Materials Chemistry and Physics* 81, 438-442, 2003.
4. Xia, Y., Luo, S.D., Wu, X., Schaffer, G.B., Qian, M. The sintering densification, microstructure and mechanical properties of gamma Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy with a small addition of copper, *Materials Science & Engineering A*, 559, 293-300, 2013.