

IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO EM PLASMA DE LIGAS

Ti-Si-B

RELATÓRIO FINAL DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

(PIBIC/CNPq/INPE)

José Paulo Rocha Pereira Pinto (Univap, Bolsista PIBIC/CNPq)

zepereirapinto@hotmail.com

Dr. Bruno Bacci Fernandes (LAP/INPE, Orientador)

brunobacci@yahoo.com.br

COLABORADORES

Dr. Rogério Moraes Oliveira (LAP/INPE, Colaborador, rogerio@plasma.inpe.br)

Dr. Mario Ueda (LAP/INPE, Colaborador, ueda@plasma.inpe.br)

Dra. Karolina Pereira dos Santos Tonello (IPEN, Colaboradora, kptonello@ipen.br)

Prof. Dr. Alfeu Saraiva Ramos (UNIFAL, Colaborador, alfeu_ramos@hotmail.com)

Julho de 2013

PUBLICADO POR:

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE
Gabinete do Diretor (GB)
Serviço de Informação e Documentação (SID)
Caixa Postal 515 - CEP 12.245-970
São José dos Campos - SP - Brasil
Tel.:(012) 3208-6923/6921
Fax: (012) 3208-6919
E-mail: pubtc@sid.inpe.br

**CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO
INTELECTUAL DO INPE (RE/DIR-204):**

Presidente:

Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)

Membros:

Dr. Antonio Fernando Bertachini de Almeida Prado - Coordenação Engenharia e Tecnologia Espacial (ETE)

Dra Inez Staciardini Batista - Coordenação Ciências Espaciais e Atmosféricas (CEA)

Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação Observação da Terra (OBT)

Dr. Germano de Souza Kienbaum - Centro de Tecnologias Especiais (CTE)

Dr. Manoel Alonso Gan - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CPT)

Dra Maria do Carmo de Andrade Nono - Conselho de Pós-Graduação

Dr. Plínio Carlos Alvalá - Centro de Ciência do Sistema Terrestre (CST)

BIBLIOTECA DIGITAL:

Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação de Observação da Terra (OBT)

REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:

Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)

Yolanda Ribeiro da Silva Souza - Serviço de Informação e Documentação (SID)

EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:

Vivéca Sant´Ana Lemos - Serviço de Informação e Documentação (SID)

IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO EM PLASMA DE LIGAS

Ti-Si-B

RELATÓRIO FINAL DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

(PIBIC/CNPq/INPE)

José Paulo Rocha Pereira Pinto (Univap, Bolsista PIBIC/CNPq)

zepereirapinto@hotmail.com

Dr. Bruno Bacci Fernandes (LAP/INPE, Orientador)

brunobacci@yahoo.com.br

COLABORADORES

Dr. Rogério Moraes Oliveira (LAP/INPE, Colaborador, rogerio@plasma.inpe.br)

Dr. Mario Ueda (LAP/INPE, Colaborador, ueda@plasma.inpe.br)

Dra. Karolina Pereira dos Santos Tonello (IPEN, Colaboradora, kptonello@ipen.br)

Prof. Dr. Alfeu Saraiva Ramos (UNIFAL, Colaborador, alfeu_ramos@hotmail.com)

Julho de 2013

Copyright © 2013 do MCT/INPE. Nenhuma parte desta publicação pode ser reproduzida, armazenada em um sistema de recuperação, ou transmitida sob qualquer forma ou por qualquer meio, eletrônico, mecânico, fotográfico, reprográfico, de microfilmagem ou outros, sem a permissão escrita do INPE, com exceção de qualquer material fornecido especificamente com o propósito de ser entrado e executado num sistema computacional, para o uso exclusivo do leitor da obra.

Copyright © 2013 by MCT/INPE. No part of this publication may be reproduced, stored in a retrieval system, or transmitted in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording, microfilming, or otherwise, without written permission from INPE, with the exception of any material supplied specifically for the purpose of being entered and executed on a computer system, for exclusive use of the reader of the work.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais pela oportunidade de estudos através do programa institucional de bolsa de iniciação científica do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq/PIBIC e também pela utilização de suas instalações e equipamentos.

Agradeço ao meu orientador Dr. Bruno Bacci Fernandes (FAPESP – 2011/00872-2), por todo conhecimento passado e por toda a ajuda ao longo desse projeto.

Agradeço a todos que fazem parte do grupo do Laboratório Associado de Plasmas (LAP) pela ajuda e por todos os conhecimentos adquiridos através deles.

Agradeço ao chefe de laboratório Dr. Mário Ueda, ao Dr. Rogério de Moraes Oliveira pela implantação iônica por imersão em plasma e por toda a ajuda; à Dra. Karolina Pereira dos Santos Tonello e à Prof. Dra. Ana Helena A. Bressiani do IPEN de São Paulo pela realização da prensagem a quente de nossas ligas; ao Prof. Dr. Alfeu Saraiva Ramos pela moagem de alta energia; aos Srs. Alberto Barbosa da Silva, Douglas Gonçalves da Silva Viana, Roberto Lobo Viana e Andreia M. A. Marques Benedito pelo suporte mecânico e pela produção do dispositivo para realizar o polimento em nossas amostras, aos coautores pela ajuda na correção e produção do artigo e a todos que me ajudaram diretamente ou indiretamente ao longo desse projeto.

SUMÁRIO

CONTEÚDO

RESUMO.....	9
ABSTRACT.....	10
1.INTRODUÇÃO.....	11
1.1.Objetivo.....	13
2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS.....	13
3. RESULTADOS	14
4. CONCLUSÕES.....	25
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	27

Lista de Figuras

Figura 1. Difrátogramas das ligas Ti-6Al-4V.....	15
Figura 2. Imagens obtidas por MEV de amostras de Ti-6Al-4V: (a) sem tratamento; e (b) tratamento por 3IPAT.....	15
Figura 3. Coeficiente de atrito da liga Ti-6Al-4V.....	16
Figura 4. Curvas potenciodinâmicas da liga 7075.....	17
Figura 5. Difrátogramas de pós Ti-Si-B.....	18
Figura 6. Difrátogramas das ligas sinterizadas de Ti-Si-B.....	19
Figura 7. Difrátogramas das ligas sinterizadas de Ti-Si-B.....	20
Figura 8. Imagens obtidas por MEV da liga Ti-18Si-6B obtidas a partir de pós moídos por : (a) 1 hora; (b) 10 horas; (c) 70 horas e (d) 60 horas.....	21
Figura 9. Coeficiente de atrito das ligas Ti-Si-B.....	22
Figura 10. Curvas dos gases utilizados.....	24

Tabela

Tabela 1 – Taxa de desgaste das ligas Ti-Si-B.....23

RESUMO

Embora as ligas de titânio possuam boas propriedades mecânicas e excelentes resistências à corrosão, estes materiais apresentam propriedades tribológicas insuficientes para aplicações que exigem resistência ao desgaste. A fim de produzir superfícies resistentes ao desgaste, este trabalho tem como objetivo a melhoria das características tribológicas de ligas Ti-Si-B por meio de implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em temperaturas elevadas (3IPAT-N). Estas ligas foram produzidas pela metalurgia do pó usando processos de moagem de alta energia e sinterização. Suas microestruturas e composições foram estudadas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e difração de raios X (DRX). Ensaio de desgaste foram realizados com um tribômetro tipo *ball-on-disc* para avaliar o coeficiente de atrito e a taxa de desgaste em amostras tratadas e não tratadas. As larguras das trilhas foram medidas por um microscópio ótico e analisadas por microscopia eletrônica de varredura para determinar os mecanismos de desgaste. Apenas as ligas sinterizadas sem tratamento por 3IP foram analisadas até o momento. Ligas comerciais Ti-6Al-4V também foram tratadas por 3IP para ajudarem em análises comparativas. Neste trabalho também foram iniciadas atividades de pesquisa com plasma de microondas.

Palavras-Chave: *Moagem de alta energia, implantação iônica por imersão em plasma, resistência à corrosão, plasma de microondas, tribologia.*

PLASMA IMMERSION ION IMPLANTATION OF Ti-Si-B ALLOYS

ABSTRACT

While titanium alloys have good mechanical properties and excellent corrosion resistance, these materials have insufficient tribological properties for applications requiring wear resistance. In order to produce wear resistant surfaces, this work aims to improve the tribological characteristics of Ti-Si-B by means of plasma immersion ion implantation of nitrogen at high temperatures (HTPIII-N). These alloys were produced by powder metallurgy processes using high energy ball milling and sintering. Their compositions and microstructures were studied by means of scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS) and X-ray diffraction (XRD). Wear tests were performed with a ball-on-disc tribometer to evaluate the friction coefficient and wear rate in treated and untreated samples. Track widths were measured by an optical microscope and analyzed by scanning electron microscopy to determine the wear mechanisms. Only untreated Ti-Si-B alloys were analyzed at the moment. Commercial Ti-6Al-4V alloys were also treated by HTPIII-N to assist in comparative analysis. It was also initiated research activities with microwave plasma in the present work.

Keywords: High energy ball milling, plasma immersion ion implantation, corrosion resistance, microwave plasma, tribology.

1. INTRODUÇÃO

O titânio e as suas ligas são utilizados em várias indústrias [1-5]. Algumas destas ligas oferecem elevadas resistências mecânicas e à corrosão que permitem aplicações biomédicas [6]. Estas ligas também são aplicadas em outras indústrias, como na química por também serem resistentes a ataques químicos, na naval (submarinos e dessalinização de água do mar), na aeronáutica (pás da turbina dos turbofans, turbojatos e turbo-hélice), nuclear (recuperadores de calor), bélica (mísseis e peças de artilharia) e na metalúrgica. Seus óxidos também são bastante utilizados, como por exemplo, em revestimentos de eletrodos de soldar ou em peças usadas para a condutividade térmica nos computadores.

Avaliou-se também o estudo sobre plasmas sub-atmosféricos feitos através de microondas, na área de física e química. O plasma é um dos estados da matéria, similar ao gás, porém certa porção das partículas é ionizada. A premissa básica é que o aquecimento de um gás provoca a dissociação das suas ligações moleculares, convertendo-o em seus átomos constituintes. Além disso, esse aquecimento adicional pode levar à ionização (ganho ou perda de elétrons) dessas moléculas e dos átomos do gás, transformando-o em plasma contendo partículas carregadas (elétrons e íons positivos).

O alto custo das ligas de titânio limita sua utilização em algumas áreas, por esse motivo a metalurgia do pó vem sendo pesquisada para reduzir os custos de produção [7-9]. É mais simples e economicamente viável quando comparado com outro processo produtivo convencional (por exemplo, fusão a arco), uma vez que é um processo de estado sólido, ou seja, trabalha com temperaturas mais baixas [10]. Esta técnica permite a obtenção de produtos semi-acabados a partir de pós e pode ser dividida em três categorias quanto aos pós de partida: pré-ligados, solidificados rápido e/ou elementares [7-9]. Atualmente uma tonelada de titânio custa cerca de 12.000,00 dólares. O alto preço é o principal responsável pela produção do metal limitar-se a 50.000 toneladas anuais, bem abaixo do minério do mesmo.

A moagem de alta energia permite a produção de materiais homogêneos a partir de pós elementares [10, 11]. Algumas características podem ser observadas durante a moagem, tais como amorfização, formações de soluções sólidas, de novas fases e/ou de defeitos. Além disso, os processos de difusão são favorecidos durante a moagem o que pode também melhorar a densificação durante a sinterização [12, 13]. As impurezas provenientes dos processos de moagem podem contribuir para a formação de fases amorfas, uma vez que estes átomos ocupam posições intersticiais em estruturas com alta densidade de defeitos

cristalográficos. Todavia, se a temperatura durante a moagem excede a de recristalização, a formação da fase amorfa não ocorre [10, 11]. A contaminação pode ocorrer por incorporação de partículas a partir das ferramentas de moagem ou do ar e as contaminações chegam a 5 % em peso (Cr, Fe, Ni, Mn, C, S, N, O, H). A afinidade elevada do oxigênio ao titânio contribui para a oxidação da superfície de suas partículas que, conseqüentemente, tem sua dureza superficial elevada. Zhang e colaboradores associam o oxigênio e o carbono com o aumento da temperatura transus α para a liga TiAl. A utilização de pós de alta pureza ajuda no controle ou minimização da contaminação [10, 12-16]. A liga de titânio mais usada atualmente em aplicações aeronáuticas e aeroespaciais é a Ti-6Al-4V, com uma temperatura máxima de trabalho de 500°C e limitada propriedade tribológica [5]. Recentemente, várias ligas têm sido investigadas a fim de serem aplicadas em temperaturas mais elevadas. No que diz respeito o sistema Ti-Si-B, podem ser formadas ligas compostas de fases cerâmicas em equilíbrio o titânio alfa, as quais apresentam boa resistência ao desgaste.

Trabalhos recentes sobre a liga Ti-6Al-4V mostram uma maneira efetiva de atingir camadas espessas (acima de 1,5 μm) ricas em nitrogênio obtidas por 3IP. Tais experimentos são realizados com o auxílio de temperaturas da ordem de 800°C, onde apenas as amostras são aquecidas. As ligas de titânio α são comumente aplicadas onde a resistência à corrosão e a relação resistência-peso são as preocupações principais. Porém, tais propriedades podem ser melhoradas através do uso de camadas a base de oxigênio e/ou nitrogênio.

Na implantação de íons por imersão em plasma (3IP), que é um dos melhores meios de modificação de superfície por ser realizada de modo tridimensional em peças de geometria complexa e/ou em várias peças ao mesmo tempo, também não produzem mudanças abruptas de composição e propriedades. Geralmente os processos para fabricação de revestimentos produzem tais mudanças, onde o risco de delaminação é alto. A tecnologia do plasma também tem sido freqüentemente utilizada para a modificação superficial de materiais para aplicações industriais. Esta tecnologia permite a proteção das superfícies de componentes industriais contra corrosão e desgaste com a redução de resíduos tóxicos utilizados em processos de nitretação por banho de sais atualmente adotados por algumas empresas. A resistência à fadiga e propriedades superficiais de implantes e ligas de uso aeroespacial também podem ser melhoradas pela implantação de íons.

Este trabalho diz respeito à caracterização físico-química de ligas Ti-Si-B obtidas por metalurgia do pó. As análises foram realizadas por microscopia eletrônica de varredura

(MEV), espectroscopia por dispersão de energia (EDS), difração de raios X (XRD), microscopia de força atômica (AFM) e perfilometria ótica. Ensaios de desgaste e de corrosão também foram realizados nas superfícies das amostras de Ti-Si-B e Ti-6Al-4V.

1.1 OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo a caracterização físico-química de ligas de Ti-Si-B obtidas a partir da metalurgia do pó e tratadas por 3IP de nitrogênio. Pretende-se criar um novo método para a produção de ligas Ti-Si-B. A finalidade da implantação de íons de nitrogênio na superfície destes materiais é de melhorar suas propriedades físico-químicas e estudar os efeitos desta técnica na formação de novas fases e na alteração das propriedades.

2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Os seguintes pós de alta pureza elementares foram utilizados neste trabalho para preparar as misturas iniciais Ti-5,5Si-20,5B; Ti-7,5Si-22,5B; Ti-16Si-4B e Ti-18Si-6B (% at.): Ti (99,9% em peso, esférico, -150 mesh), Si (99,999 % em peso, irregular, -325 mesh) e B (99,5 % em peso, angular, -325 mesh). Os pós foram processados sob atmosfera de argônio e em temperatura ambiente em um moinho planetário Fritsch usando velocidade de rotação de 250 RPM. A proporção de massa esferas/pós foi de 10:1 e vasos/esferas de aço inoxidável. Todas as composições foram moídas durante 10/70 horas em meio seco e com interrupções de 1 minuto em cada 10 minutos de moagem. Após a moagem a seco, os pós foram processados em álcool isopropílico; a solução resultante foi filtrada e os pós úmidos foram secos com uma lâmpada incandescente. Os pós moídos foram prensados a quente em molde de grafite, sob uma atmosfera de argônio, com 30 MPa de pressão e temperatura de 1100°C. Para as análises, todas as amostras foram lixadas em SiC e polidas com suspensão de sílica coloidal. As ligas Ti-6Al-4V foram cortadas de um lingote e polidas com pasta de diamante. Esta liga comercial foi utilizada como referência nas comparações descritas neste relatório.

Nos experimentos com plasma de microondas, foi utilizada uma campânula de vidro pirex selada num flange de aço, na qual é feito um orifício para fazer o vácuo por uma bomba mecânica. No flange base da câmara foram colocadas também duas entradas: uma para injetar gases diversos e outra para entrada de sonda. Para se medir as pressões dentro da campânula

(doravante chamado câmara de vácuo), foram colocados dois medidores na saída do flange (Pirani e Baratron). Nestes experimentos, foram utilizadas amostras de aço, pois são ensaios preliminares e o mesmo é um material de menor custo.

A implantação de íons por imersão em plasma foi realizada com gás de nitrogênio precedida de limpeza por *sputtering* de argônio. Os equipamentos utilizados produzem o plasma por descarga luminescente de corrente contínua que possui densidade de aproximadamente 10^{10} cm^{-3} . Tal plasma é produzido em pressão de 2,5 mTorr no modo corrente contínua, e serão usados pulsos de alta tensão de 7 kV, 30 μs de duração e 400 Hz de frequência por 60 minutos. Estes parâmetros poderão ser modificados após otimizações necessárias para a obtenção das melhores propriedades físico-químicas.

Medições de DRX foram obtidas num difratômetro Philips (modelo PW3719) no modo 2θ Bragg-Brentano. As microestruturas foram caracterizadas através de MEV, onde a análise de composição foi realizada por *EDS*. A rugosidade superficial das amostras foi analisada por perfilometria ótica. Testes tribológicos foram realizados num dispositivo *ball-on-disc* (CSM) com esfera de alumina (3 mm de diâmetro), carga de 1 N e velocidade de 5 cm/s. A análise de resistência à corrosão está sendo realizada através da técnica de polarização potenciodinâmica anódica com solução de 3.5 %p de NaCl (pH=6). O equipamento utilizado para estes testes é um potenciostato/galvanostato Autolab PGSTAT302N. A célula eletrolítica convencional de três eletrodos consiste de um eletrodo de trabalho (material a ser analisado), um eletrodo de referência de Ag/AgCl e um contra-eletrodo de platina. A faixa de potencial varia com velocidade de 1 mV/s de -1 V a 1,5 V (ligas de titânio), -1 V a 0,3 V (aço inoxidável 304) e -1 V a -0,5 V (liga de alumínio).

3. RESULTADOS

Os difratogramas da liga Ti-6Al-4V apresentam nitretos que são formados na superfície após o 3IPAT-N (Figura 1). Como verificado em amostras de INOX 304 tratadas na mesma câmara, a distância do emissor termiônico causa heterogeneidade na formação das camadas implantadas.

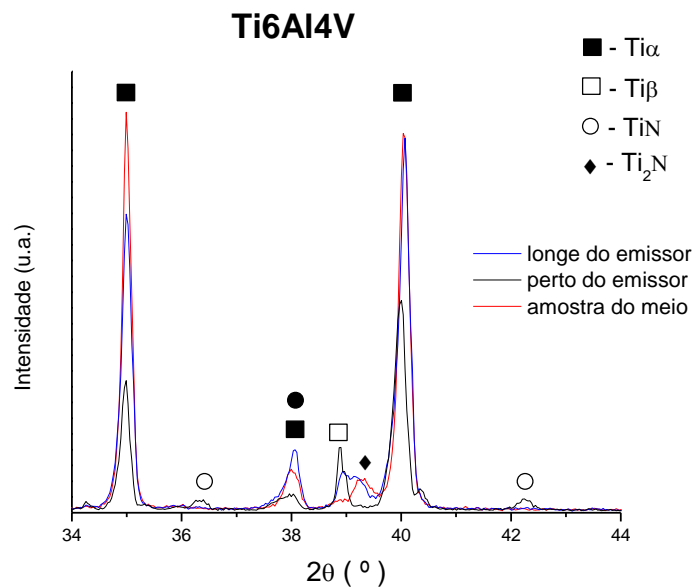


Figura 1. Difratomogramas das ligas Ti-6Al-4V.

As micrografias obtidas por MEV indicam que as fases presentes na superfície apresentam ligeiras diferenças de altura e os poros não foram completamente fechados (Figura 2).

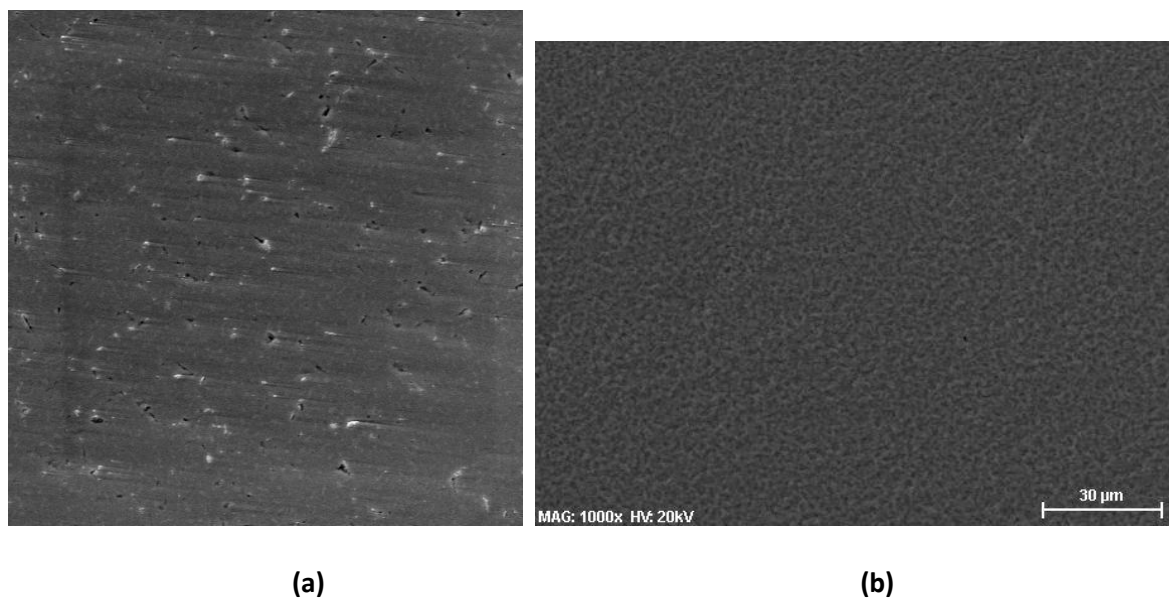


Figura 2. Imagens obtidas por MEV de amostras de Ti-6Al-4V: (a) sem tratamento; e (b) tratamento por 3IPAT.

Um aumento de rugosidade (Ra) de 40 nm para até 220 nm foi verificado através da perfilometria ótica. Porém, as amostras mais distantes do emissor apresentaram rugosidade da ordem de 90 nm. O tratamento por 3IPAT produziu camadas que reduzem o coeficiente de atrito mais do que 50% (Figura 3). A redução da taxa de desgaste foi ainda mais significativa, de 0,24 para 0,02 mm³/N.m.

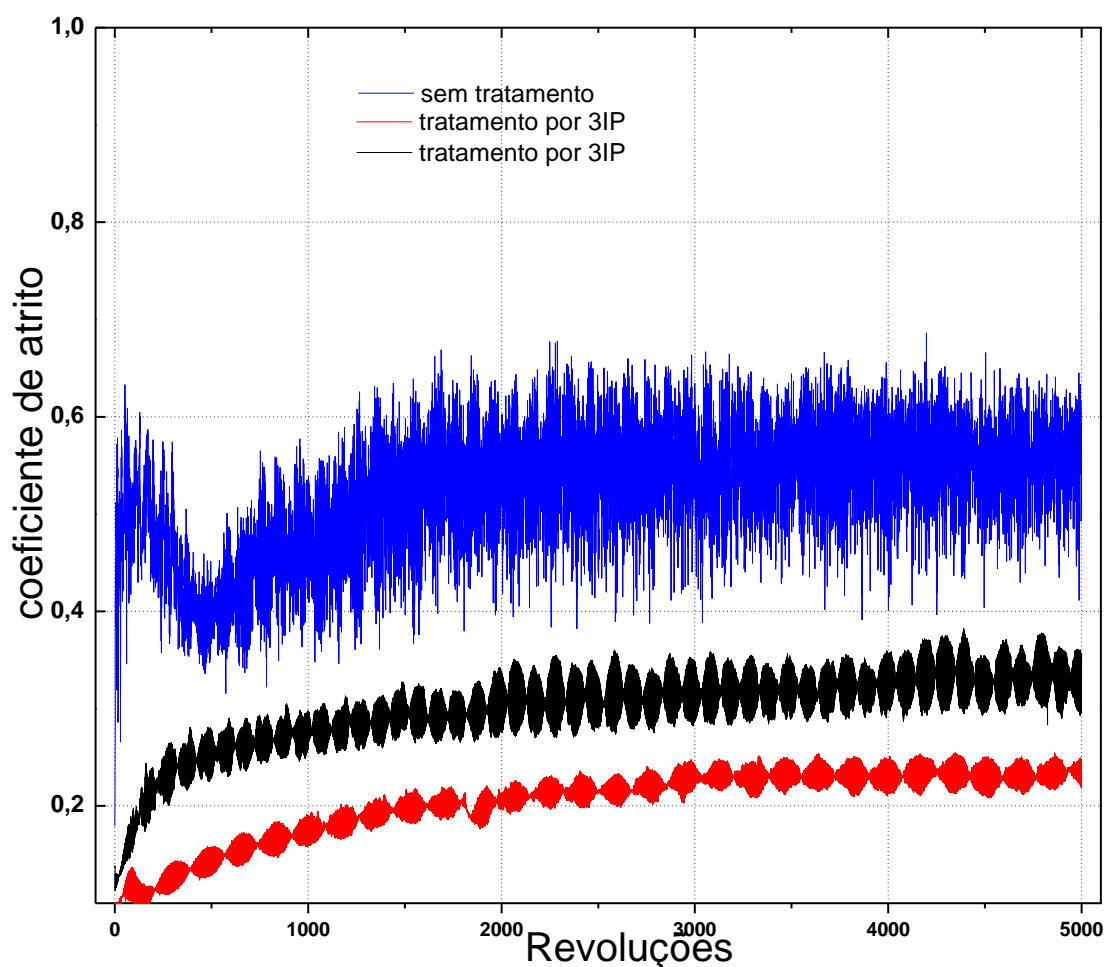


Figura 3. Coeficiente de atrito da liga Ti-6Al-4V.

A camada nitretada melhorou ligeiramente a resistência a corrosão da liga Ti-6Al-4V. A Figura 4 apresenta o deslocamento do potencial para valores mais positivos e o aumento da densidade de corrente na região anódica.

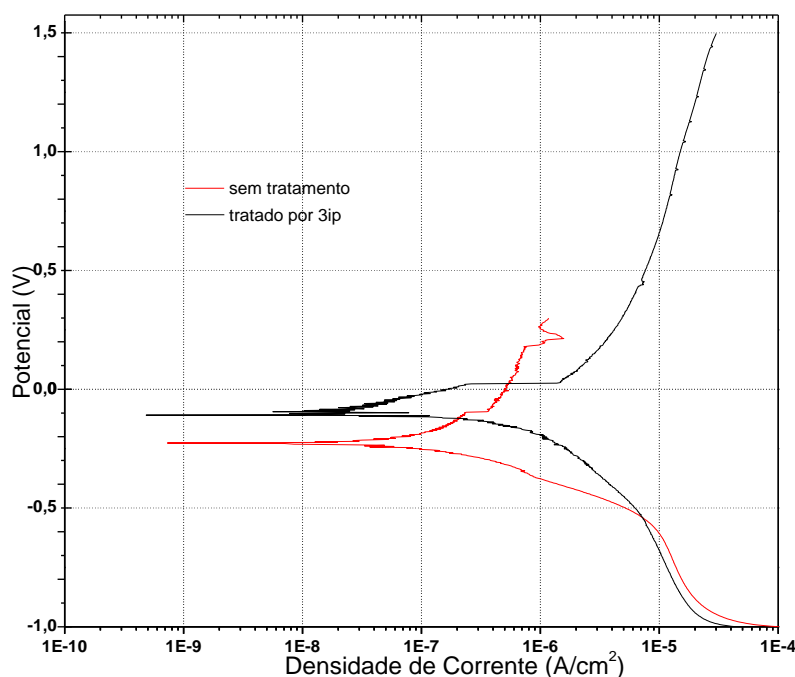


Figura 4. Curvas potenciodinâmicas da liga 7075.

Os padrões de DRX de todas as misturas de pó de Ti-Si-B mostram apenas picos alargados de titânio. Os pós de Ti-Si-B processados por moagem de alta energia apresentaram, como em outras ocasiões, contaminação que não chega a formar novas fases de óxidos, mas com teores relativamente elevados (acima de 0,6 %). Os experimentos do presente trabalho foram realizados em atmosfera de argônio e a escolha do tempo de moagem empregado no processo foi baseada em trabalhos anteriores [17, 18].

Na Figura 5 pode ser verificado que os efeitos de alargamento e redução dos picos foram obtidos com relativo sucesso para as misturas processadas por 10 horas. Entretanto, para a mistura processada por 70 horas, uma nova fase é verificada e será identificada com o auxílio de outras técnicas de caracterização. Todas as misturas ainda não foram caracterizadas para reduzir o risco de contaminação das amostras.

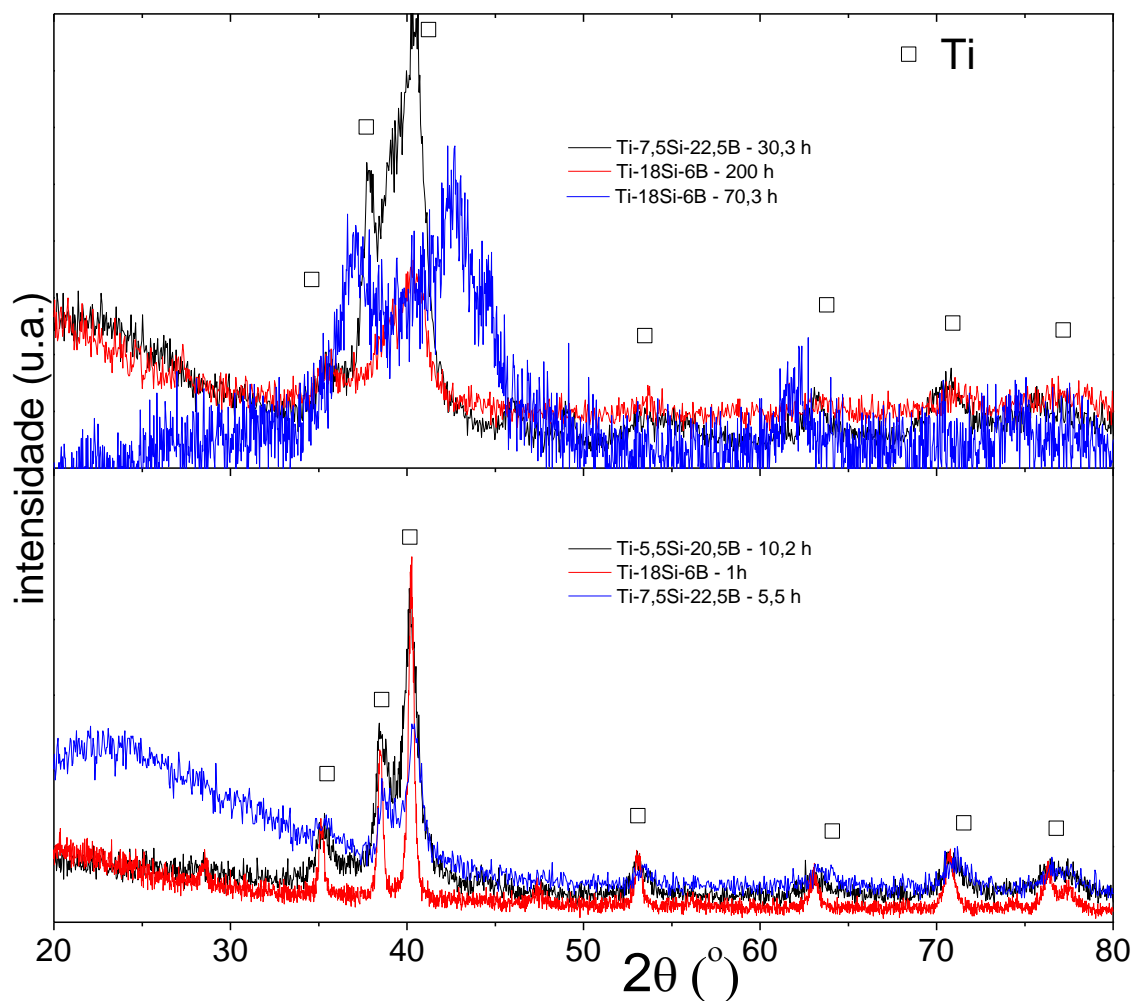


Figura 5. Difratomogramas de pós Ti-Si-B.

Verificou-se que nos padrões de difração de raios X da região principal das ligas Ti-Si-B, todos são compostos por cinco fases: α -titânio, Ti_6Si_2B , Ti_5Si_3 , TiB e Ti_3Si . A moagem por 10 horas favorece a formação de maior quantidade da fase ternária e a diminuição da quantidade de TiB para a liga Ti-16Si-4B (Figura 6). Enquanto que na liga Ti-18Si-6B a fase que tem um aumento é o titânio alfa (Figura 7). Outra característica verificada na produção da liga Ti-18Si-6B é uma heterogeneidade da composição química que ainda não tem uma explicação definida (Figura 6).

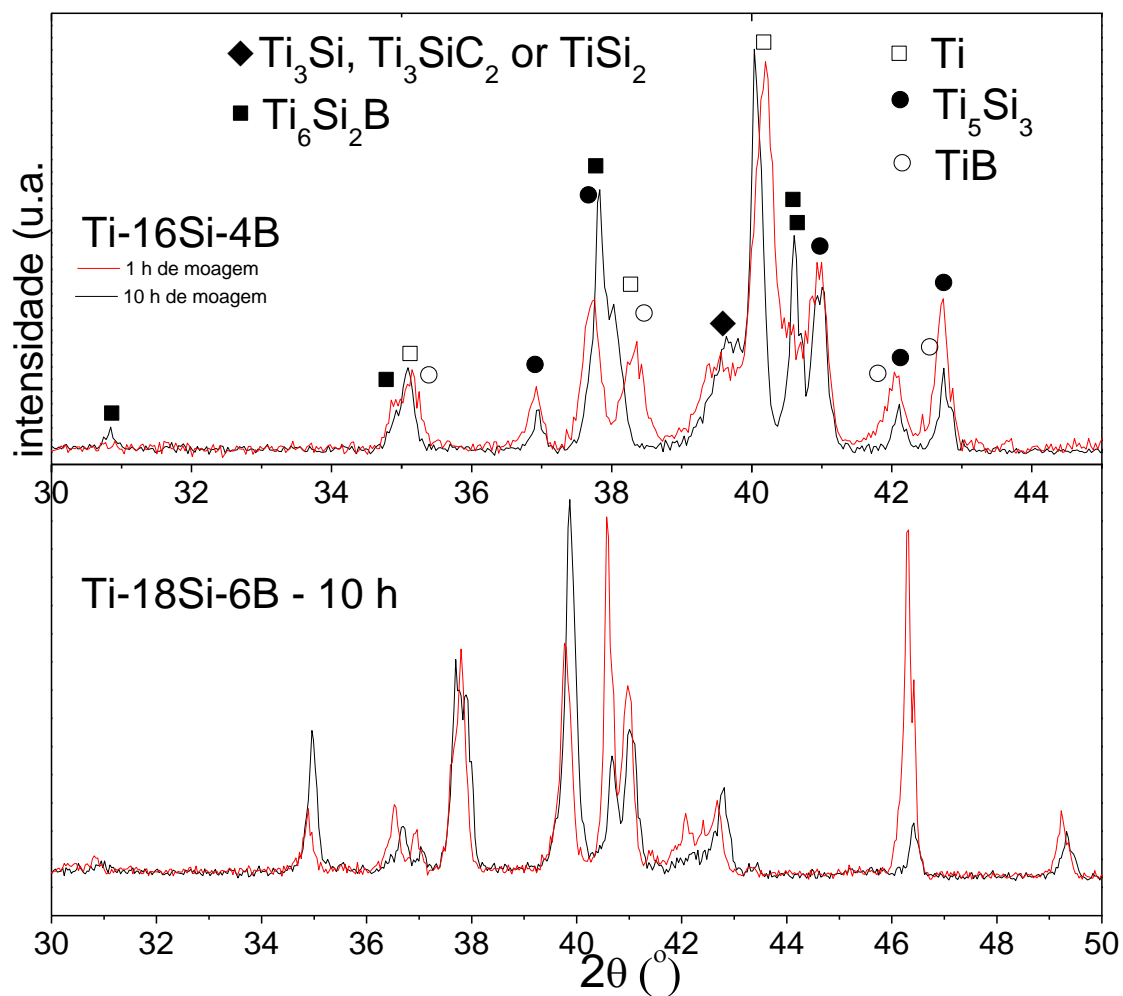


Figura 6. Difratomogramas das ligas sinterizadas de Ti-Si-B.

Na Figura 7 também pode ser visualizado que a liga Ti-5,5Si-20,5B possui maior quantidade do titânio alfa do que de a liga Ti-7,5Si-22,5B.

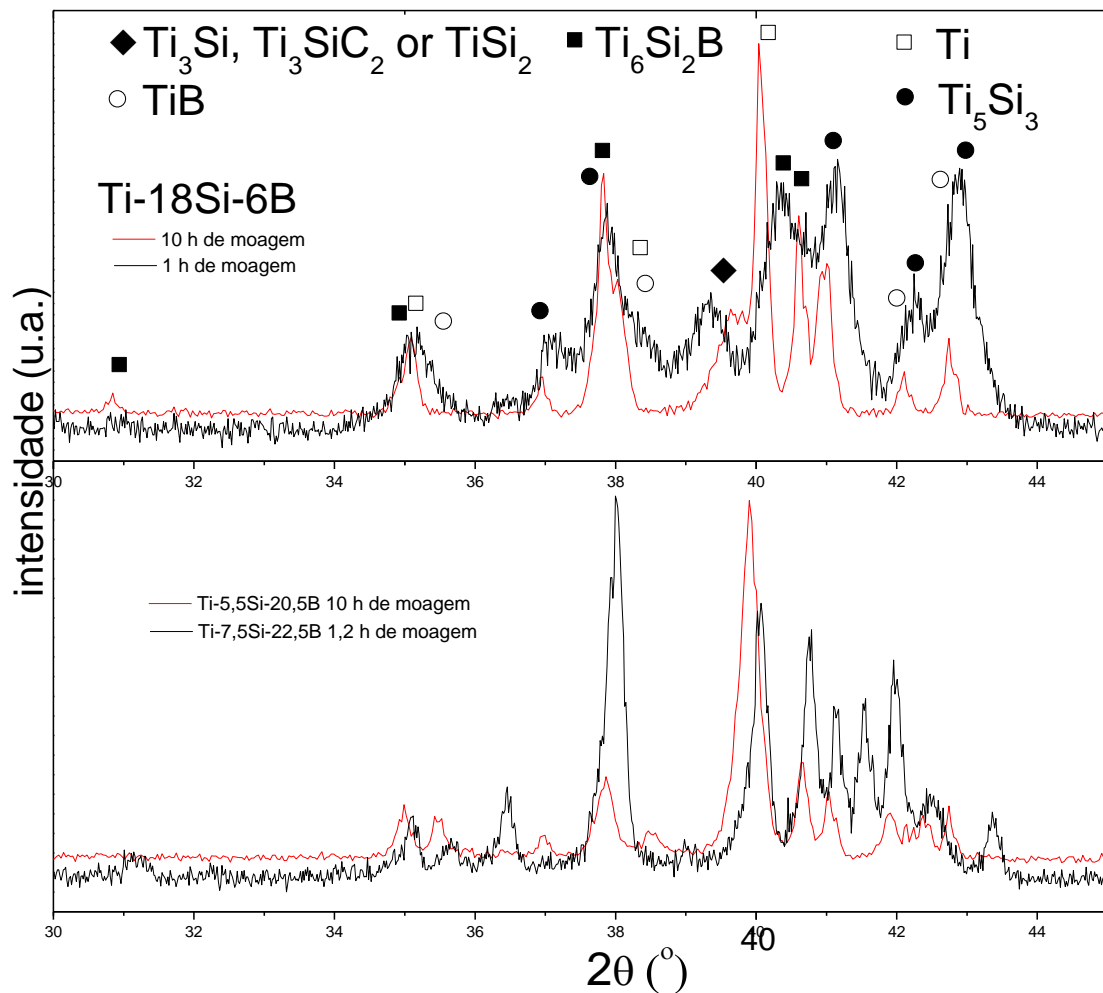
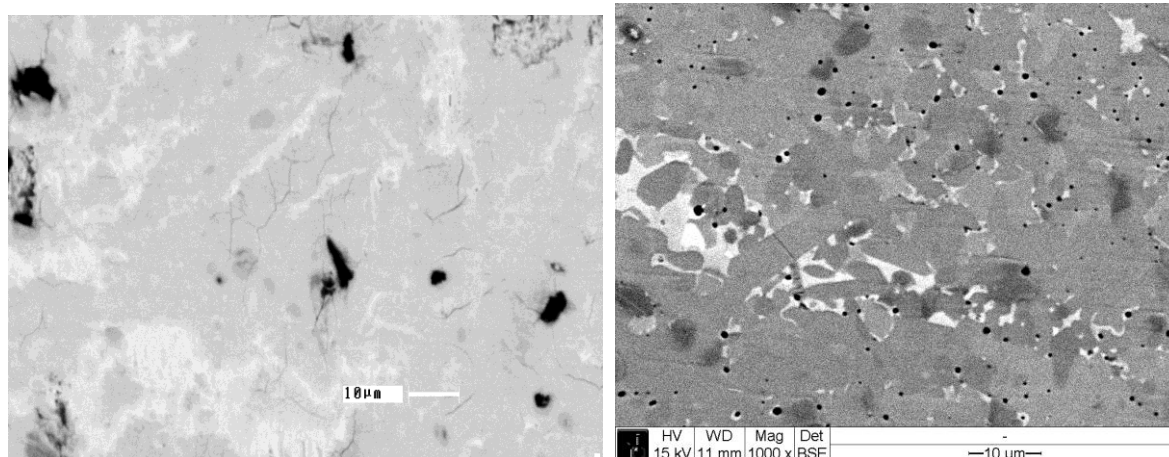


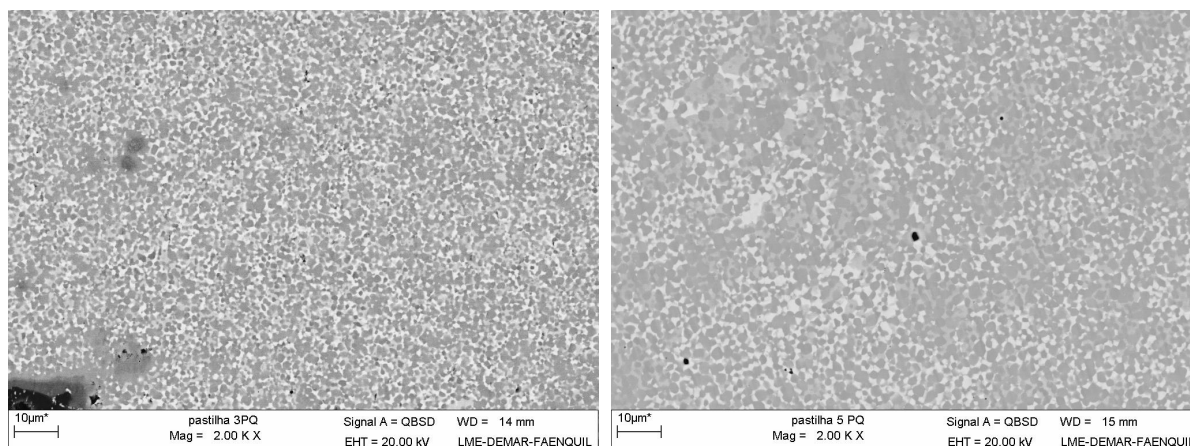
Figura 7. Difratogramas das ligas sinterizadas de Ti-Si-B.

Na Figura 8 pode ser visualizada a evolução da difusão dos átomos na formação das ligas sinterizadas com o decorrer da moagem. As Figuras 8c e 8d são de ligas que foram produzidas durante o mestrado do orientador do presente projeto, trabalho que foi parcialmente publicado na Revista da ABM [18].



(a)

(b)



(c)

(d)

Figura 8. Imagens obtidas por MEV da liga Ti-18Si-6B obtidas a partir de pós moídos por : (a) 1 hora; (b) 10 horas; (c) 70 horas e (d) 60 horas.

As expectativas para os resultados do trabalho de pesquisa eram de valores mínimos de contaminação por átomos intersticiais, o que significaria a manutenção da ductilidade da liga. Entretanto, mesmo com um nível baixo de contaminação, trabalhos recentes de medição da resistência a compressão indicam que a presença dos silicetos e boretos reduzem a ductilidade das ligas [17].

Espera-se que menores tamanhos das fases (da ordem de nanômetros) proporcionem melhores propriedades. Entretanto, o que foi verificado nos ensaios tribológicos indica que a redução dos tamanhos das fases não é um fator que melhora a resistência ao desgaste das ligas Ti-Si-B (Figura 9 e Tabela 1). A continuidade das análises deverá explicar quais os principais caminhos para a melhoria das propriedades destas ligas.

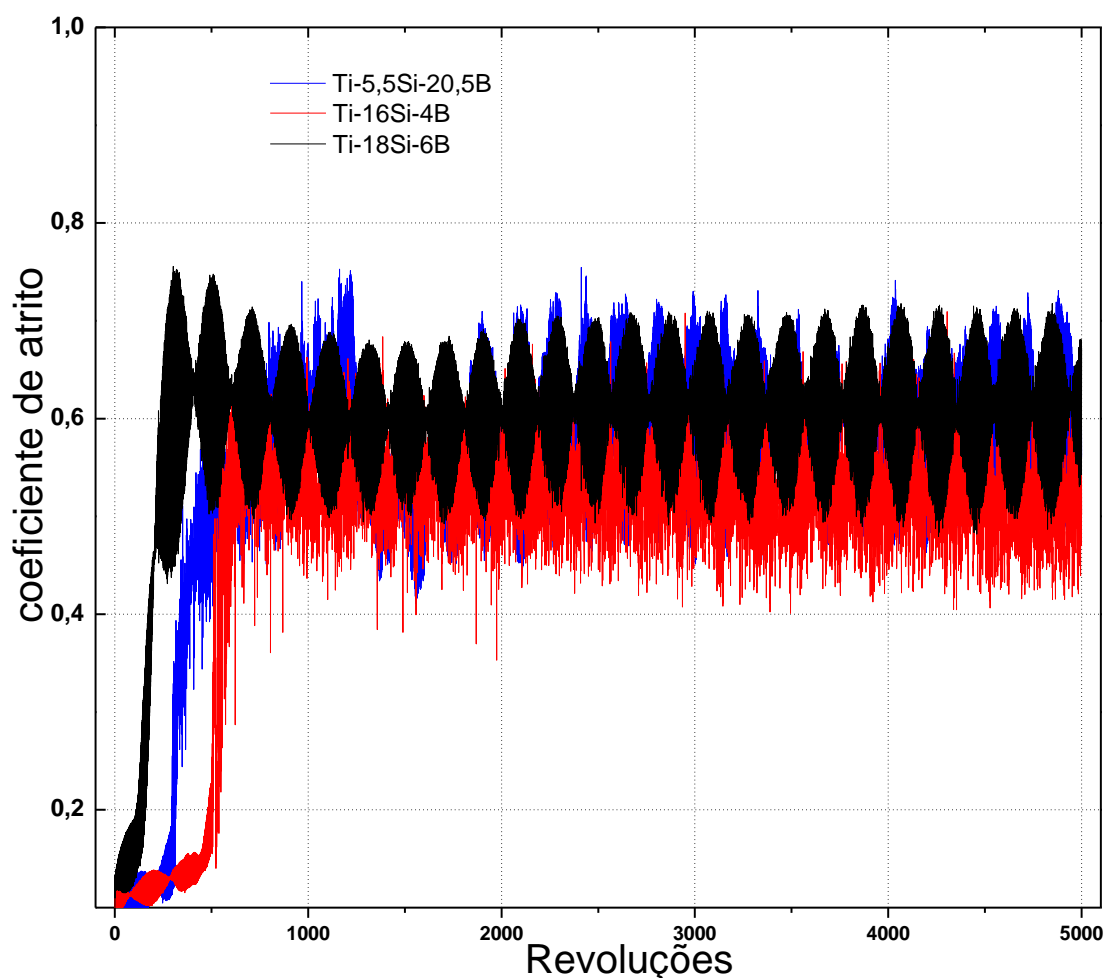


Figura 9. Coeficiente de atrito das ligas Ti-Si-B.

Tabela 1 – Taxa de desgaste das ligas Ti-Si-B.

Composição	mm ³ /N.m	
	1 h de moagem	10 h de moagem
Ti-5,5Si-20,5B	-	0,082
Ti-7,5Si-22,5B	0,028	-
Ti-16Si-4B	0,077	0,107
Ti-18Si-6B	0,098	0,039

O gráfico da Figura 10 mostra as diferentes curvas para vários gases entre 10^{-1} mbar e à pressão atmosférica. Enquanto boa linearidade possa ser visto para nitrogênio e ar, ocorrem desvios significativos para o Hélio (He) e Argônio (Ar). No caso do acetileno, a curva é ainda linear até uns 20 mbar, embora valores diferentes sejam medidas por Pirani e Baratron. O Baratron cobre um range maior que o Pirani, mas para pressões abaixo de 8 mbar para todos os gases estudados, ambos sensores podem ser usados se o Pirani for calibrado adequadamente com o Baratron. Algumas destas curvas podem ser observadas na literatura sobre vácuo e são úteis nas caracterizações de plasmas, no nosso caso, plasmas por microondas.

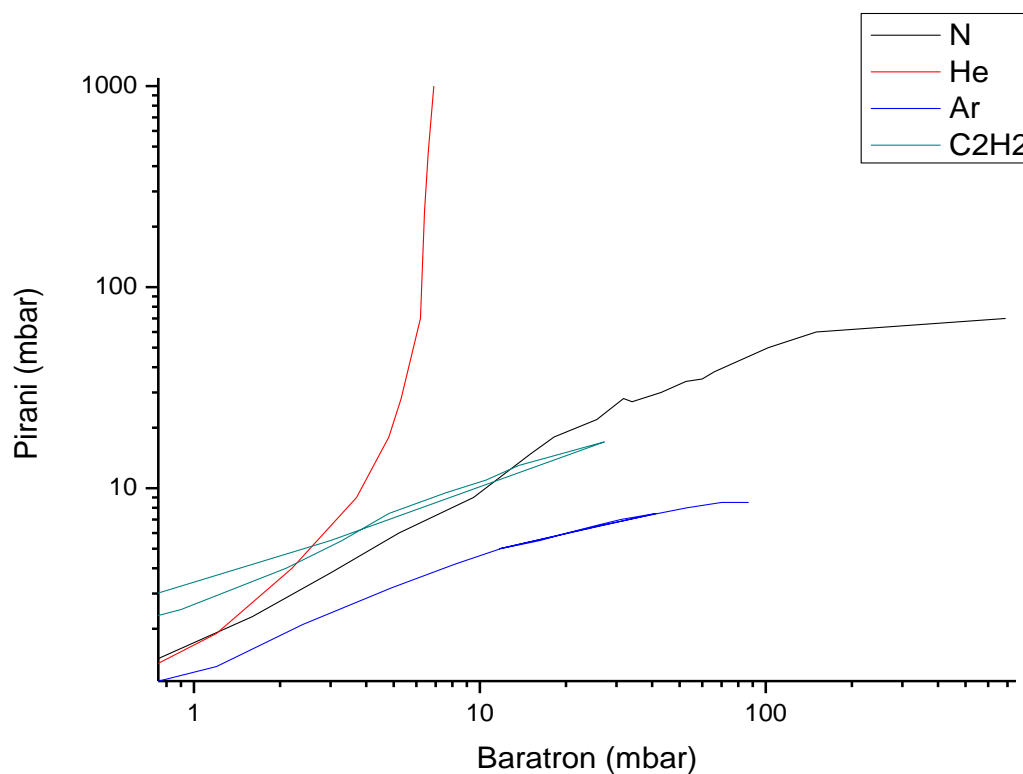


Figura 10. Curvas dos gases utilizados

Após a deposição de DLC, as amostras foram analisadas por MEV. Apesar das amostras obterem um grande acúmulo de DLC em sua superfície, infelizmente o resultado

não foi satisfatório, pois o filme de DLC delaminou, portanto, não servem para qualquer tipo de aplicação até o momento.

CONCLUSÃO

As investigações de DRX e MEV revelam que a moagem de alta energia com a prensagem a quente sob atmosfera de argônio e temperatura relativamente baixa (em torno de 1000°C) formam estruturas multifásicas em todas as composições. A desvantagem típica das ligas de titânio, tal como suas características tribológicas, podem ser superada através da produção de uma estrutura com compostos cerâmicos (TiB e Ti_5Si_3). A composição Ti-7,5Si-22,5B apresentou as menores taxas de desgaste. A moagem realizada no presente trabalho reproduziu condições adotadas em experimentos anteriores, porém os materiais produzidos nesta linha da pesquisa serão avaliados através da análise dos teores de oxigênio e nitrogênio nos próximos meses, para quantificar estas informações. As atividades de sinterização foram atrasadas por problemas políticos do AMR/IAE/DCTA, o que obrigou o outorgado a incorporar novas atividades não previstas no presente projeto submetidas a FAPESP (procura por outro centro de pesquisa, compra de grafite, confecção de matrizes, operação de prensa a quente, etc.). Apesar de todas estas dificuldades, as ligas estão sendo produzidas com a mesma qualidade verificada em trabalhos anteriores. As fases de titânio α , Ti_5Si_3 , TiB, Ti_6Si_2B e Ti_3Si formam a maioria da composição das ligas sinterizadas e os tamanhos destas fases diminuem tempos de moagem de aproximadamente até 60 horas. Podemos destacar, também, que o presente experimento com plasma dentro de um forno de microondas comercial de 600 W apresenta características operacionais muito interessantes que poderão ser usadas para algumas aplicações científicas ou industriais. Este plasma por microondas produz luz de alta intensidade e diferentes cores ao vivo, quando se usa gases diferentes. Pela intensidade de luz observada ela possui alta densidade e temperatura quando acionada em pressões sub-atmosféricas (1 – 10 mbar). Foram testados os gases nitrogênio, argônio, ar, hélio puro, acetileno e misturas destes gases com hélio. Tentou-se ativar as descargas com máximo de pressões, até quase atmosféricas, porém, mesmo com adição de hélio em outros gases como nitrogênio e argônio não foram possíveis a sua realização. Os máximos de pressão em que as descargas foram acionadas com sucesso foram da ordem de 20-30 mbar.

Nos procedimentos de medidas das pressões foi necessária a adição de um medidor Baratron, além da Pirani normalmente usada, pois esta última não estava respondendo adequadamente para alguns gases, acima de uns 10 mbar. Obtiveram-se curvas de pressões para diferentes gases com estes dois sensores usados simultaneamente, demonstrando que o Pirani não fornece valores reais para hélio acima de 10 mbar, mas o Baratron cobre o resto do range de pressões até uma atmosfera (1000 mbar).

Além destes estudos básicos das descargas de microondas dentro do forno de microondas, foi feita uma tentativa de usar o acetileno (e depois metano) para produzir um filme de DLC, infelizmente sem sucesso. Estamos estudando alternativas para produzir o DLC que poderia melhorar as propriedades de superfícies de diversos materiais para aplicações diversas, neste dispositivo compacto de baixo custo.

REFERÊNCIAS

- [1] YAMADA, M. An overview on the development of titanium alloys for non-aerospace application in Japan. **Materials Science and Engineering A** 213 (1996) 8.
- [2] GORYNIN, I. V. Titanium alloys for marine application. **Materials Science and Engineering A** 263 (1999) 112.
- [3] GURRAPPA, I. Characterization of titanium alloy Ti-6Al-4V for chemical, marine and industrial applications. **Materials Characterization** 51 (2003) 131
- [4] ZHECHEVA, A.; SHA, W.; MALINOV, S.; LONG, A. Enhancing the microstructure and properties of titanium alloys through nitriding and other surface engineering methods. **Surface & Coatings Technology** 200 (2005) 2192.
- [5] LUTJERING, G.; WILLIAMS, J. C. Titanium: engineering materials and process. Ed. Spring (USA, 2007).
- [6] WANG, K. CVD SiC fiber-reinforced barium aluminosilicate glass—ceramic matrix composites. **Materials Science and Engineering A** v. 213 (1996), p. 134.
- [7] FROES, F. H.; EYLON, D. Powder -metallurgy of titanium alloys. **International Reviews** v. 35 (1990).
- [8] FUJITA, T.; OGAWA, A.; OUCHI, C.; TAJIMA, H. Milling maps and amorphization during mechanical alloying. **Materials Science and Engineering A** v.213 (1996) p. 148
- [9] LIU, Y.; CHEN, L. F., TANG, H. P.; LIU, C. T.; HUANG, B.Y. Friction stir welding characteristics of different heat-treated-state 2219 aluminum alloy plates. **Materials Science and Engineering A** v. 418 (2006), p. 25.
- [10] SURYANARAYANA, C. IVANOV, E.; BOLDYREV, V. V. Formation of stacking faults from misfit dislocations at the BaTiO₃/SrTiO₃ interface simulated by molecular dynamics. **Materials Science and Engineering A**, v. 304-306 (2001), p. 151.
- [11] SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. **Progress in Materials Science** v. 46 (2001) 1-184
- [12] LAO, Y.; KUO, S. T.; TUAN, W. H. Influence of ball milling on the sintering behaviour of ZnO powder. **Ceramics International**. v. 35 (2009), p. 1317.
- [13] AVETTAND-FÈNOEL, M. N.; TAILLARD, R.; DHERS, J.; FOCT, J. Effect of ball milling parameters on the microstructure of W–Y powders and sintered samples. **International Journal Refractory Metals & Hard Materials** v. 21 (2003), p. 205.
- [14] LU, L.; LAI, M. O.; ZHANG, S. Diffusion in mechanical alloying; **Journal of Materials Processing Technology**, v. 67 (1997), p. 100.
- [15] LU, L.; LAI, M. O. Formation of new materials in the solid state by mechanical alloying. **Materials & Design** v. 16 (1995), p. 33.
- [16] MURTY, B. S.; MOHAN, RAO, M.; RANGANATHAN, S. Milling maps and amorphization during mechanical alloying. **Acta Metallurgica** v. 43 (1995), p.2443.

[17] - FERNANDES, B. B. Avaliação de propriedades físico-químicas de ligas Ti-Si-B produzidas por metalurgia do pó. 2010. 180f. Tese de Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica – Área de Física e Química dos Materiais Aeroespaciais – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

[18] FERNANDES, B. B.; RAMOS, A. S.; NETO, C. M.; MELO, F. C. L.; FERNANDES, P. B. Estudo das Ligas Ti-18Si-6B e Ti-7,5Si-22,5B Confeccionadas por Moagem de Alta Energia e Prensagem a Quente. In: 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 2007, Vitória, ES: 8p.

CRONOGRAMA

Atividades	Meses												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
Revisão bibliográfica													
Prensagem a quente e metalografia													
Implantação iônica e relatório parcial													
Caracterização e plasma por microondas													
Revisão bibliográfica e artigo científico													
Artigo científico e relatório final													

As etapas a concluir são: a publicação do artigo, a análise de novos dados, a confecção de novas peças, implantação iônica, caracterização das amostras implantadas e novos experimentos com plasma de microondas.