

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALFENAS
CAMPUS POÇOS DE CALDAS**

WLADIMIR LEITE PEREIRA

**CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À
OXIDAÇÃO DE LIGAS Ti-Fe-Si-B PRODUZIDAS POR MOAGEM DE ALTA
ENERGIA E SUBSEQUENTE TRATAMENTO TÉRMICO**

**POÇOS DE CALDAS-MG
2013**

WLADIMIR LEITE PEREIRA

**CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA
À OXIDAÇÃO DE LIGAS Ti-Fe-Si-B PRODUZIDAS POR MOAGEM DE ALTA
ENERGIA E SUBSEQUENTE TRATAMENTO TÉRMICO.**

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais pela Universidade Federal de Alfenas – UNIFAL, Campus de Poços de Caldas.

Área de concentração: Ligas Metálicas para Aplicações Tecnológicas.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Erika Coaglia Trindade Ramos

Co-orientadora: Prof^a. Dr^a. Neide Aparecida Mariano

**POÇOS DE CALDAS-MG
2013**

Dedico este trabalho ao meu eterno Mestre Prof. Omar, meu pai, que me ensinou os princípios básicos de vida, consciência e respeito que me guiam e orientam nesta minha jornada ...

AGRADECIMENTOS

A Vida,

A meus pais que jamais esquecerei,

A minha esposa Cristina que me ilumina e guia,

Aos meus verdadeiros amigos Alfeu e Fred, que nunca me deixaram desanimar,

As minhas orientadoras e amigas Dra Erika Ramos e Dra Neide Mariano por toda orientação técnica, compreensão, incentivo e amizade,

e a todos os companheiros da UNIFAL, DEMAR-EEL-USP e UFSCAR pelo apoio, empenho e dedicação, tão importantes durante a elaboração deste trabalho.

*“Existem apenas duas maneiras de ver a vida.
Uma é pensar que não existem milagres, e a
outra é que tudo é um milagre.”*

Albert Einstein³⁷

WLADIMIR LEITE PEREIRA

**CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA
À OXIDAÇÃO DE LIGAS Ti-Fe-Si-B PRODUZIDAS POR MOAGEM DE ALTA
ENERGIA E SUBSEQUENTE TRATAMENTO TÉRMICO.**

A Banca examinadora abaixo-assinada, aprova a Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, como complementação dos créditos necessários para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia dos Materiais pela Universidade Federal de Alfenas.

Aprovada em : 23 de julho de 2013

Banca Examinadora:

Prof^ª. Dr^ª. Erika Coaglia Trindade Ramos - Orientadora
UNIFAL Campus Poços de Caldas

Prof. Dr. Person Pereira Neves
UNIFAL Campus Alfenas

Prof^ª. Dr^ª. Sylma Carvalho Maestrelli
UNIFAL Campus Poços de Caldas

Autorizo exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação, por processos fotocopiadores ou transmissão eletrônica, desde que citada a fonte.

FICHA CATALOGRÁFICA

P436c Pereira, Wladimir Leite.

Caracterização estrutural e avaliação da resistência à oxidação de ligas Ti-Fe-Si-B produzidas por moagem de alta energia e subsequente tratamento térmico./ Wladimir leite Pereira;

orientação de Profa. Dra. Érika Coaglia Trindade Ramos. Poços de Caldas: 2013.

53 folhas.: il.; 30 cm.

Inclui bibliografias: f. 51-53.

Dissertação (mestrado em Engenharia dos materiais.) – Programa de pós graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais. Unifal - Campus Poços de Caldas.

1. Ligas. 2. Moagem. 3. Oxidação. I. Ramos, Érika Coaglia Trindade (orient.). II. Universidade federal de Alfenas. III. Título.

CDD 620.189 322

ABSTRACT

This proposal aims at structural characterization and evaluation of the oxidation resistance of Ti-Fe-Si-B produced by high energy ball milling and subsequent heat treatment. In this study, quaternary alloys were prepared from raw materials of high purity: Ti (99.9% by weight) Fe (99.8% by weight), Si (99.999% by weight) and B (99.5 % by weight). In step grinding of the powders obtained alloys Ti-2Fe-11B-22Si and 7Fe-Ti-22Si-11B (at-%) were produced by using a planetary ball mill of high energy. Subsequently, the Ti-Fe-Si-B were sintered and heat treated (1100 ° C for 4 hours) in vacuum to obtain equilibrium structures. The characterization of the milled and annealed alloys was performed with the aid of techniques X-ray diffraction, optical microscopy, scanning electron microscopia, Vickers hardness and thermal analysis. It is important to mention that information relating to studies of phase stability in alloys based on the system Ti-Si-B are limited in the literature. Thus, the present study aims to evaluate the oxidation resistance of Ti-Fe-Si-B with high levels of Titanium.

Keywords: Titanium Alloys. High energy milling. Oxidation resistance.

RESUMO

A presente proposta objetiva a caracterização estrutural e a avaliação da resistência à oxidação de ligas Ti-Fe-Si-B produzidas por moagem de alta energia e subsequente tratamento térmico. Neste estudo, ligas quaternárias foram preparadas a partir de matérias-primas de alta pureza: Ti (99,9%-peso), Fe (99,8%-peso), Si (99,999%-peso) e B(99,5%-peso). Na etapa de moagem dos pós, obtive as ligas Ti-2Fe-22Si-11B e Ti-7Fe-22Si-11B (%-at) que foram produzidas através do uso de um moinho de bolas planetário de alta energia. Na seqüência, as ligas Ti- Fe-Si-B foram sinterizadas e tratadas termicamente (1100°C por 4 h), sob vácuo, para obtenção de estruturas de equilíbrio. A caracterização das ligas moídas e tratadas termicamente foi realizada com o auxílio de técnicas de difração de Raios X, microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura, microdureza Vickers e análise termogravimétrica. É importante mencionar que informações relativas a estudos de estabilidade de fases em ligas baseadas no sistema Ti-Si-B são limitadas na literatura. Assim sendo, o presente trabalho objetivou a avaliação da resistência à oxidação de ligas Ti-Fe-Si-B com elevados teores de Titânio.

Palavras chave: Ligas Titânio. Moagem de alta energia. Resistência à oxidação.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de fases do sistema Ti-Si.....	20
Figura 2 - Diagrama de fases do sistema Ti-Fe.....	21
Figura 3 - Diagrama de fases do sistema Ti-B.....	22
Figura 4 - Projeção <i>Liquidus</i> parcial do sistema Ti-Si-B.....	23
Figura 5 - Seção Isotérmica do sistema Ti-Si-B à 1250°C.....	24
Figura 6 - Moinho de bolas planetário marca Fritsch, modelo Pulverisette 5.....	25
Figura 7 - Cabina Glove Box.....	26
Figura 8 - Difratoformas de Raios X de pós Ti-2Fe-22Si-11B(%at) processados em diferentes tempos de moagem	29
Figura 9 - Difratoformas de Raios X de pós Ti-7Fe-22Si-11B(%-at) processados em diferentes tempos de moagem.....	30
Figura 10- Imagem dos pós do sistema Ti-2Fe-22Si-11B(%-at), obtidos por moagem de alta energia por 20 minutos.....	31
Figura 11- Imagem dos pós do sistema Ti-7Fe-22Si-11B(%-at), obtidos por moagem de alta energia por 20 minutos.....	32
Figura 12- Imagem dos pós do sistema Ti-2Fe-22Si-11B(%-at), obtidos por moagem de alta energia por 60 minutos.....	32
Figura 13- Imagem dos pós do sistema Ti-7Fe-22Si-11B(%-at), obtidos por moagem de alta energia por 60 minutos.....	32
Figura 14- Imagem dos pós do sistema Ti-2Fe-22Si-11B(%-at), obtidos por moagem de alta energia por 180 minutos.....	33
Figura 15- Imagem dos pós do sistema Ti-7Fe-22Si-11B(%-at), obtidos por moagem de alta energia por 180 minutos	33
Figura 16- Imagem dos pós do sistema Ti-2Fe-22Si-11B(%-at), obtidos por moagem de alta energia por 300 minutos.....	34
Figura 17- Imagem dos pós do sistema Ti-7Fe-22Si-11B(%-at), obtidos por moagem de alta energia por 300 minutos.....	34
Figura 18- Imagem dos pós do sistema Ti-2Fe-22Si-11B(%-at), obtidos por moagem de alta energia por 600 minutos.....	35
Figura 19- Imagem dos pós do sistema Ti-7Fe-22Si-11B(%-at), obtidos por moagem de alta energia por 600 minutos.....	35
Figura 20- Imagem de MEV dos pós do sistema Ti-7Fe-22Si-11B(%-at) moídos por 620 min.....	36
Figura 21- Difratoformas de raios-X das ligas tratadas por 1100°C por 4h: (a)Ti-2Fe-22Si-11B (%-at) e (b) Ti-7Fe-22Si11B (%-at).....	37
Figura 22- Difratoforma de raios-X da liga Ti-2Fe-22Si-11B onde nota-se a presença da fase Ti ₅ Si ₃	38
Figura 23- Difratoforma de raios-X da liga Ti-7Fe-22Si-11B onde nota-se a presença da fase Ti ₅ Si ₃	38

Figura 24-	Difratograma de raios-X da liga Ti-2Fe-22Si-11B onde nota-se a presença da fase Ti_5Si_3 e $TiSi_2$	39
Figura 25-	Difratograma de raios-X da liga Ti-7Fe-22Si-11B onde nota-se a presença da fase Ti_5Si_3 e TiB	39
Figura 26-	Micrografia (MEV) da liga Ti-2Fe-22Si-11B após subsequente tratamento térmico, mostrando:(a) presença de uma matriz de Ti_5Si_3B e precipitados dispersos de $TiSi/TiSi_2$;(b) percentual atômico de cada elemento da liga nos pontos A e B.....	40
Figura 27-	Micrografia (MEV) da liga Ti-2Fe-22Si-11B após subsequente tratamento térmico, mostrando: (a) presença de uma matriz de Ti_5Si_3B e precipitados dispersos de $TiSi/TiSi_2$;(b) percentual atômico de cada elemento da liga nos pontos C,D, e E.....	41
Figura 28-	Micrografia (MEV) da liga Ti-7Fe-22Si-11B após subsequente tratamento térmico, mostrando: (a) presença de fases Ti_5Si_3 , Ti_5Si_4 e Ti_3Si ; (b) percentual atômico de cada elemento da liga nos pontos A, B, C e D.....	42
Figura 29-	Micrografia (MEV) da liga Ti-7Fe-22Si-11B após subsequente tratamento térmico, mostrando: (a) presença de fases $TiSi/TiSi_2$; (b) percentual atômico de cada elemento da liga nos pontos E, F e G.....	43
Figura 30-	Micrografia (MEV) da liga Ti-7Fe-22Si-11B após subsequente tratamento térmico, mostrando: (a) presença de fases $TiSi/TiSi_2$ e Ti_5Si_3 ; (b) percentual atômico de cada elemento da liga nos pontos H, I e J.....	44
Figura 31-	Imagens (MEV) da liga Ti-2Fe-22Si-11B após subsequente tratamento térmico, mostrando as distribuições de cada elemento e suas regiões de concentração.....	46
Figura 32-	Curvas obtidas das análises termogravimétricas da liga Ti-2Fe-22Si-11B.....	48
Figura 33-	Curvas obtidas das análises termogravimétricas da liga Ti-7Fe-22Si-11B.....	48

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Resultados de microanálises por EDS-MEV mostrando os teores de Ti, Fe e Si de fases encontradas em ligas Ti-Fe-Si-B tratadas termicamente.....	45
Tabela 2 -	Valores de microdureza Vickers (HV) de ligas Ti-2Fe-22Si-11B e Ti-7Fe-22Si-11B processadas por moagem de alta energia e subsequente tratamento térmico.....	47

SIGLAS E ABREVIATURAS

MAE	-	Moagem de Alta Energia
MA	-	Mechanical Alloying
HV	-	Dureza Vickers
MEV	-	Microscópio Eletrônico de Varredura
DRX	-	Difração de Raios X
MPa	-	Mega Pascal
Rpm	-	Rotações por minuto
kV	-	Kilovolt
Cu-K α	-	Emissão de Raios X - Cu
JCPDS-	-	Joint Committee for Powder Diffraction Standards
Op-s	-	Solução de sílica coloidal
KeV	-	Kiloeletron volt
NBR	-	Norma Brasileira
Ar	-	Argônio

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	14
2	OBJETIVOS	16
2.1	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	16
3	DESENVOLVIMENTO.....	17
3.1	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	17
3.1.1	Metalurgia do pó.....	17
3.1.2	Moagem de alta energia.....	18
3.1.3	Diagramas de Fases dos Sistemas Binários Ti-Si, Ti-Fe e Ti-B.....	19
3.1.3.1	Diagrama de Fases do Sistema Ti-Si.....	20
3.1.3.2	Diagrama de Fases do Sistema Ti-Fe.....	21
3.1.3.3	Diagrama de Fases do Sistema Ti-B.....	22
3.1.4	Diagrama de Fases do Sistema Ternário Ti-Si-B.....	22
3.2	MATERIAIS E MÉTODOS.....	25
3.2.1	Moagem das Ligas Ti-Fe-Si-B.....	25
3.2.2	Tratamentos térmicos de ligas Ti-Fe-Si-B.....	26
3.2.3	Caracterização Microestrutural.....	27
3.2.3.1	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Óptica (MO).....	27
3.2.3.2	Difração de Raios X.....	27
3.2.3.3	Avaliação da resistência à oxidação de ligas Ti-Fe-Si-B.....	28
3.2.3.4	Ensaio de microdureza Vickers das ligas Ti-Fe-Si-B.....	28
3.3	RESULTADOS.....	29
3.3.1	Difratogramas de RX e imagens MEV das ligas moídas.....	29
3.3.2	Difratogramas de RX e imagens MEV das ligas sinterizadas.....	37
3.3.3	Mapas de Raios X por energia dispersiva.....	45
3.3.4	Avaliação da microdureza Vickers das ligas tratadas termicamente.....	46
3.3.5	Avaliação da resistência à oxidação das ligas Ti-Fe-Si-B.....	47
3.4	CONCLUSÕES.....	49
4	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	50
	REFERÊNCIAS.....	51