ENG MAT CON
CONGRESSO ONLINE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
27 A 30 de abril 2021
ISBN: 978-65-89908-00-5

CONFORMAÇÃO DE PEÇAS DE TI-NB UTILIZANDO MOLDAGEM POR VIA ÚMIDA

Diego Michael Cornelius dos Santos[1*], *Natália de Freitas Daudt*[2], *Bruna Karine dos Santos*[3], *César Gabriel dos Santos*[2]

[1]*Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, UFSM, Santa Maria, RS, Brasil.*
[2]*Departamento de Engenharia Mecânica, UFSM, Santa Maria, RS, Brasil.*
[3]*Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, UFSM, Santa Maria, RS, Brasil.*
**E-mail: diegomichael.santos@gmail.com*

RESUMO

Devido as características das ligas de titânio, o seu processamento pelos processos convencionais de fabricação apresenta elevados custos, o que pode impossibilitar o desenvolvimento de peças ou estudos específicos. Desta maneira, processos que utilizam a moldagem por via úmida surgem como alternativa para o desenvolvimento de peças com diferentes formatos e dimensões, por meio da combinação de pós e aglutinantes. Assim sendo, este trabalho consiste em avaliar a moldagem de diferentes corpos de prova, obtidos pelo processo de tape casting, em função da espessura, massa e superfície das peças. O desenvolvimento do estudo consistiu na realização de três etapas: i) preparação da barbotina; ii) moldagem dos corpos de prova; iii) avaliação dos corpos de prova. Os resultados obtidos demonstram que a moldagem úmida se mostra viável na moldagem de peças com formatos geométricos, porém, após a secagem das peças algumas dimensões podem apresentar variações, o que deve ser levado em consideração, tanto para a escolha do molde quanto para a regulagem do doctor blade.

Palavras-chave: *Ligas de titânio, Nióbio, Metalurgia do pó, Tape casting.*

INTRODUÇÃO

De uma maneira geral, o titânio e suas ligas se destacam por apresentar uma elevada resistência mecânica, elevada resistência a corrosão e baixa densidade (Lütjering e Williams, 2007), fazendo com que ocupem um lugar de destaque entre os metais estruturais. No entanto, seu processamento é limitado exige o controle simultâneo de diversos parâmetros, como a temperatura, atmosfera e tempo de exposição.

Um dos parâmetros que limita o processamento do titânio e suas ligas são as elevadas temperaturas envolvidas na sinterização (Lütjering e Williams, 2007). Além disso, a reatividade do titânio com o oxigênio é potencializada pelo aumento da temperatura, exigindo a utilização de uma atmosfera controlada para qualquer tratamento térmico realizado acima de 427 °C (Donachie Jr., 2000).

ISBN: 978-65-89908-00-5

Suas peculiares características mecânicas, permitem o desenvolvimento de ligas que podem apresentar resistência ao escoamento superior a 1000 MPa (Joshi, 2006), o que acaba por limitar o seu processamento pelos processos convencionais de fabricação. Para contornar este tipo de característica são empregadas máquinas e equipamentos especiais para realizar a fundição e conformação do titânio e suas ligas, como fornos a vácuo, fornos com melhor uniformidade de temperatura, além de laminadores e prensas mais robustas (Froes, 2015).

Desta maneira, a pesquisa e desenvolvimento de processos que utilizam como base a metalurgia do pó se mostram atrativas (Fang et al., 2018), pois permitem a moldagem e sinterização dos pós metálicos, permitindo a obtenção de lingotes ou peças semiacabadas (Terayama et al., 2013).

Neste contexto, o processo de *tape casting* se destaca por permitir a obtenção de chapas de com pequenas espessuras e por apresentar potencial de aplicação em peças estruturais ou implantes biomédicos (Daudt et al., 2019). A execução deste processo se baseia em utilizar uma técnica de moldagem por via úmida, a qual pode ser aplicada em materiais metálicos (Daudt et al., 2019), compósitos (Manu e Sebastian, 2016) e cerâmicos (Das e Maiti, 2009). Este processo permite a criação de baterias e reatores químicos (Rak e Walter, 2006), adesão de um filme fino de partículas (Tietz et al., 2002) ou o desenvolvimento de eletrodos porosos (Dicks, 2009).

A utilização do processo de *tape casting* consiste em uma combinação de pós (metálicos, cerâmicos ou compósitos) e aglutinantes orgânicos (solvente, ligante e plastificante) (Mistler e Twiname, 2000), que ao serem combinados resultam em um líquido viscoso que é conhecido como barbotina (Hotza, 1997). A barbotina é inserida em um reservatório e o seu escoamento é realizado por meio do movimento da película de transporte, que molda a chapa de acordo com as medidas do reservatório.

No que diz respeito a espessura da chapa, o seu respectivo controle ocorre por meio da regulagem do *doctor blade*, que corresponde a uma lâmina que se encontra a uma distância específica da película de transporte, que pode variar de acordo com a espessura desejada. O equipamento utilizado no processo de *tape casting* ainda pode contar com uma câmara de aquecimento ou o aquecimento da chapa pode ser realizado em um forno separado, com o intuito de acelerar a sua secagem (Kern e Gadow, 2014).

ISBN: 978-65-89908-00-5

Neste contexto, o trabalho tem como objetivo avaliar a técnica de moldagem por via úmida, utilizada no processo de *tape casting*, para a fabricação de chapas e pequenas peças de titânio e nióbio (Nb). A avaliação levará em consideração a composição da barbotina, o tamanho, a variação de massa e a espessura dos corpos de prova (CP), antes e após a secagem no forno.

METODOLOGIA

O trabalho foi desenvolvido em três etapas, onde na etapa 1 foi realizada a preparação da barbotina, por meio da pesagem dos elementos utilizando uma balança de precisão seguido pela mistura das ligas de Ti-16Nb e Ti-40Nb. Na Etapa 2 foi realizada a moldagem da chapa e sua respectiva secagem em um forno, a 60°C durante 90 minutos. Por fim, na Etapa 3 foi realizada a avaliação dos CP, constituída pela caracterização dimensional, utilizando um paquímetro e micrometro, seguido pela análise da superfície, com a utilização de uma lupa eletrônica.

Para o desenvolvimento deste trabalho será utilizado pó de Ti e Nb com granulometria de 0,044 mm e 0,32 mm, respectivamente. Em relação aos aglutinantes orgânicos, utilizou-se álcool isopropílico (solvente), etilcelulose (ligante) e polietileno glicol (plastificante).

A Equação 1 foi utilizada para determinar as quantidades dos pós metálicos de Ti e Nb e a Equação 2 para definir a quantidade dos aglutinantes.

$$m_e = V_T \left[\frac{X_e * m_m}{m_m \left(\frac{m_1}{\rho_{m1}} + \frac{m_2}{\rho_{m2}} \right) + m_A \left(\frac{a_1}{\rho_{a1}} + \frac{a_2}{\rho_{a2}} + \frac{a_3}{\rho_{a3}} \right)} \right] \quad (1)$$

$$m_e = V_T \left[\frac{a_e * m_a}{m_m \left(\frac{m_1}{\rho_{m1}} + \frac{m_2}{\rho_{m2}} \right) + m_A \left(\frac{a_1}{\rho_{a1}} + \frac{a_2}{\rho_{a2}} + \frac{a_3}{\rho_{a3}} \right)} \right] \quad (2)$$

Onde:
m_e: massa do elemento analisado (g)
V_T: volume total barbotina (cm^3);
X_e: porcentagem do metal que se deseja definir a massa (%);
a_e: porcentagem do aglutinante orgânico que se deseja definir a massa (%);
m_m: porcentagem total dos metais na mistura (%);
m_1, m_2: porcentagem de massa dos metais (%);
ρ_{m1}, ρ_{m2}: massa específica dos metais utilizados (g/cm^3);

ISBN: 978-65-89908-00-5

m_a: porcentagem total os aglutinantes orgânicos na mistura (%);
a_1, a_2, a_3: porcentagem de massa dos aglutinantes orgânicos (%);
$\rho_{a1}, \rho_{a2}, \rho_{a3}$: massa específica dos aglutinantes orgânicos utilizados (g/cm^3).

Para determinar as quantidades de cada elemento, foi levado em consideração as informações disponibilizadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Informações necessárias para utilizar nas Equações.

Parâmetro	Ti-16Nb	Ti-40Nb
V_T	30 cm^3	30 cm^3
m_m	80%	85%
m_{Ti}	84%	60%
ρ_{Ti}	4,50 g/cm^3	4,50 g/cm^3
m_{Nb}	16%	40%
ρ_{Nb}	8,57 g/cm^3	8,57 g/cm^3
m_a	20%	15%
a_{Iso}	90%	90%
ρ_{Iso}	0,786 g/cm^3	0,786 g/cm^3
a_{Etil}	5%	5%
ρ_{Etil}	1,14 g/cm^3	1,14 g/cm^3
a_{PEG}	5%	5%
ρ_{PEG}	1,13 g/cm^3	1,13 g/cm^3

Fonte: Autores, 2021.

A mistura de aglutinantes precisou ser aquecida a 90°C, até a completa dissolução do etilcelulose. Após este aquecimento, todos os elementos foram inseridos em um frasco com quatro esferas de alumina, que auxiliam na homogeneização da mistura. Na sequência, o frasco foi inserido em um misturador do tipo came, onde após 5 horas obteve-se uma barbotina homogeneizada.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

As Equações 1 e 2 foram utilizadas para determinar as quantidades (em gramas) de cada material utilizado. A barbotina com a composição de Ti-16Nb possui a seguinte composição: 49.063 g de titânio, 9.345 g de nióbio, 13.142 g de isopropanol, 0.730 g de etilcelulose e 0.730 g de polietileno glicol.

ISBN: 978-65-89908-00-5

Já a barbotina com a composição de Ti-40Nb é formada pelos elementos: 45.269 g de titânio, 30.179 g de nióbio, 11.983 g de isopropanol, 0.666 g de etilcelulose e 0.666 g de polietileno glicol.

Destaca-se a importância da viscosidade da barbotina, que caso seja muito baixa, poderá resultar no acumulo das partículas com maior massa específica na parte inferior dos CP. Por outro lado, uma viscosidade muito elevada poderá impossibilitar a moldagem das chapas ou demais CP.

Assim sendo, a viscosidade da barbotina é controlada pela quantidade de aglutinante orgânico utilizado, que varia de acordo com os materiais utilizados. Neste estudo utilizou-se materiais com diferentes massas específicas, o que acaba por influenciar na quantidade de aglutinante a ser utilizado.

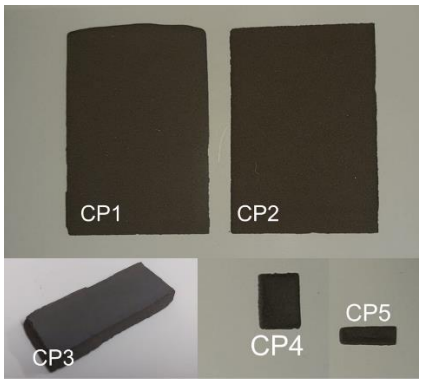
Para a liga de Ti-16Nb foi utilizado 20% em massa de aglutinantes, enquanto que a liga de Ti-40Nb utiliza 15%, pois o volume de metal será menor. Esta variação no volume de metal ocorre devido a massa específica do Nb (8,57 g/cm^3) ser maior que a do Ti (4,5 g/cm^3), ou seja, quanto maior a quantidade de Nb em uma liga de Ti-Nb, menor será o volume de metal e, por consequência, menor deverá ser a quantidade de aglutinante a ser utilizado.

Após a mistura, foram moldados os seguintes CP, ilustrados na Figura 1:

I. CP 1: Chapa com 1 mm x 75 mm x 105 mm (Ti-16Nb);
II. CP 2: Chapa com 1 mm x 75 mm x 105 mm (Ti-40Nb);
III. CP 3: Chapa com 5 mm x 18 mm x 75 mm (Ti-40Nb);
IV. CP 4: Chapa com 2 mm x 16 mm x 22 mm (Ti-16Nb);
V. CP 5: Chapa com 2 mm x 9 mm x 26 mm (Ti-16Nb).

ISBN: 978-65-89908-00-5

Figura 1 - CP obtidos



Fonte: Autores, 2021.

Para a conformação do CP 1 e 2 utilizou-se uma película fixa, enquanto que o reservatório foi movimentado moldando a chapa de acordo com a largura do reservatório (76 mm) e a altura do *doctor blade* (1 mm).

A conformação dos demais CP foi obtida utilizando-se um molde de borracha, onde a barbotina foi inserida no seu interior, seguido pela passagem do *doctor blade* na superfície do molde, removendo o excesso de material. Para o CP 3 foi utilizada uma borracha de 5 mm de espessura, enquanto que para o CP 4 e 5 utilizou-se uma borracha com 2 mm de espessura.

Na Tabela 2 podem ser observadas as medições realizadas ao longo da espessura dos CP, após o processo de secagem. Os CP 1 e 2 são conformados sob uma superfície plana e apresentaram uma redução de aproximadamente 30% na sua espessura. Esta diminuição na espessura está relacionada a evaporação do solvente e ao espalhamento da barbotina após a passagem do *doctor blade*. Por outro lado, os CP 3, 4 e 5 apresentam menor grau de redução da sua espessura, que varia de 10% a 12%.

Tabela 2 – Espessura de cada CP após a secagem (em mm)

Corpos de Prova	MEDIDAS (mm)								Média (mm)
	1	2	3	4	5	6	7	8	
CP 1	0,70	0,71	0,72	0,71	0,70	0,68	0,71	0,69	0,70
CP 2	0,68	0,70	0,71	0,70	0,69	0,71	0,70	0,71	0,70
CP 3	4,42	4,42	4,41	4,40	4,42	4,41	4,42	4,42	4,42
CP 4	1,78	1,75	1,87	1,73	1,78	1,79	1,88	1,77	1,79
CP 5	1,81	1,72	1,75	1,76	1,73	1,80	1,80	1,71	1,76

Fonte: Autores, 2021.

ISBN: 978-65-89908-00-5

A massa dos CP também apresentou redução, em função da evaporação dos solventes utilizados, como pode ser observado na Tabela 3. Nota-se que os CP 3, 4 e 5 apresentaram uma maior redução de massa, o que pode estar relacionado a maior concentração de solvente no interior dos CP após a moldagem, tendo em vista que a espessura deles é maior que os CP 1 e CP 2.

Tabela 3 - Redução da massa após a secagem dos CP

Corpo de Prova	Antes secagem Massa (g)	Após secagem Massa (g)	Redução [%]
CP 1	18.784	18.738	0,245
CP 2	23.174	23.129	0,194
CP 3	12.035	11.989	0,382
CP 4	1.783	1.776	0,393
CP 5	1.189	1.185	0,336

Fonte: Autores, 2021.

Em alguns pontos dos CP 1, 2 e 3 é possível identificar o surgimento de pequenos poros, inferiores a 1 mm, como ilustrados na Figura 2a. A presença destes poros está relacionada ao surgimento de pequenas bolhas de ar que podem surgir ao inserir a barbotina no interior do reservatório.

Na Figura 2b, identificou-se algumas partículas de Nb na superfície do CP 2, o que sinaliza que a viscosidade obtida pela composição da barbotina apresenta homogeneidade satisfatória, permitindo a distribuição homogênea dos grãos de Nb pela estrutura dos CP.

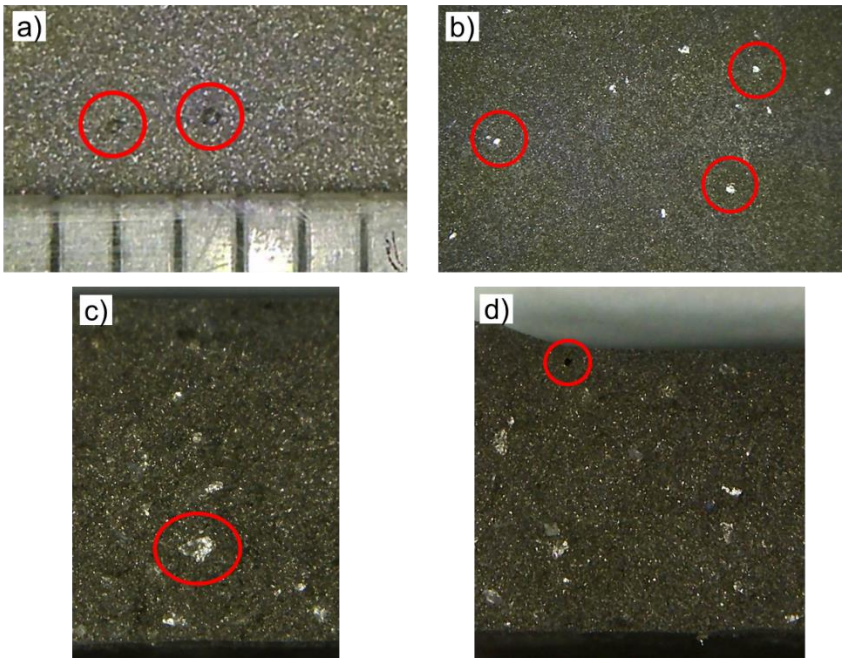
Uma questão que merece destaque está relacionada ao tamanho dos grãos de Nb ilustrados na Figura 2c, que são bem maiores que os grãos de Ti. Isso acaba causando uma maior concentração de Nb em algumas regiões e menor concentração em outras.

Na Figura 2d, é possível de se observar o surgimento de um poro próximo a superfície do CP 3, além disso, ao realizar um corte transversal no CP é possível de se observar o espalhamento dos grãos de Nb de maneira homogênea, mesmo eles apresentando tamanho muito superior ao pó de Ti.

Os CP 4 e 5 não apresentaram irregularidades que pudessem ser visualizadas com o instrumento empregado.

ISBN: 978-65-89908-00-5

Figura 2 - Análise da microestrutura: a) CP 1: Poros, b) CP 2: Partículas de Nb na superfície, c) CP 3: Partículas de Nb na seção transversal, d) CP 3: Poro na superfície do CP 3



Fonte: Autores.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

O desenvolvimento deste estudo permitiu a obtenção de CP com tamanhos e formatos variados, utilizando uma técnica de moldagem por via úmida.

Após a secagem, o seu formato dos CP permaneceu o mesmo, enquanto que as maiores alterações dimensionais são encontradas na espessura. Assim sendo, é necessário compensar esta redução de espessura no momento de regulagem do *doctor blade* ou na determinação da espessura do molde.

A utilização dos moldes de borracha permite a remoção dos CP de maneira facilitada, sem causar deformações ou fraturas.

Por fim, maiores estudos estão sendo desenvolvidos, em relação as etapas seguintes, que envolvem a sinterização em diferentes temperaturas, preparação e avaliações microestruturais e mecânicas dos CP desenvolvidos.

ISBN: 978-65-89908-00-5

REFERÊNCIAS

Das, N.; Maiti, H. "Ceramic membrane by *tape casting* and sol–gel coating for microfiltration and ultrafiltration application". Journal of Physics and Chemistry of Solids, Vol. 70, n. 11, p. 1395-1400, 2009.

Daudt, N. F.; Hackemüller, F.; Bram, M. "Manufacturing of Ti-10Nb based metal sheets by *tape casting*". Materials Letters, Vol. 237, 2019, p. 161-164, 2019.

Dicks, A. "Fuel cells – Molten carbonate fuel cells: Overview". Encyclopedia of Electrochemical Power Sources, p. 446-453, 2009.

Donachie Jr, M. "Titanium: a technical guide". 2 ed., 2000.

Fang, Z.; Paramore, J.; Sun, P.; Ravi K.; Zhang, Y.; Xia, Y.; Cao, F.; Koopman, M.; Free, M. Powder metallurgy of titanium – past, present, and future, International Materials Reviews, Vol. 63, n.7, p. 407-459, 2018.

Froes, F. Titanium: Physical metallurgy processing and applications. Ohio: ASM International, 2015.

Hotza, Dachamir. Artigo revisão: colagem de folhas cerâmicas. Cerâmica, vol.43, n.283-284, p.159-166, 1997.

JOSHI, V. Titanium alloys – An atlas of structures and fracture features. Boca Raton: Taylor & Francis Group, 2006.

Kern, F.; Gadow, R. "Advanced manufacturing of hard ceramics". Comprehensive Hard Materials. Vol. 2, p. 207-228, 2014.

Lütjering, G.; Williams, J. "Titanium: Engineering materials and processes". Manchester: Springer. 2 ed., 2007.

Manu, K.; Sebastian, M. "*Tape casting* of low permittivity Wesselsite–Glass composite for LTCC based microwave applications". Ceramics International, Vol. 42, n.1, Part B, p. 1210-1216, 2016.

Mistler R.; Twiname, E. "*Tape casting*: Theory and practice". Westerville: The American Ceramic Society, 2000.

Rak, Z. S.; Walter, J. "Porous titanium foil by *tape casting* technique". Journal of Materials Processing Technology, Vol. 175, p. 358-363, 2006.

ISBN: 978-65-89908-00-5

Terayama, A.; Fuyama, A.; Yamashita, N.; Ishizaki, I.; Kyogoku, H. “Fabrication of Ti–Nb alloys by powder metallurgy process and their shape memory characteristics”. Journal of Alloys and Compounds, Vol. 577, Supplement 1, pp. 408-412, 2013.

Tietz, F.; Buchkremer; H. P.; Stöver, D., 2002. “Components manufacturing for solid oxide fuel cells”. Solid State Ionics, Vol. 152–153, p. 373-381, 2002.